Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe

Michaël Arnoux

▶ **To cite this version:**

Michaël Arnoux. Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2009. Français. NNT : . tel-00445811

HAL Id: tel-00445811
https://theses.hal.science/tel-00445811

Submitted on 11 Jan 2010

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 7 Août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Mécanique des Solides et des Matériaux

Présentée par :

Michaël ARNOUX

****

Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe

****

Directeur de Thèse : **J. MENDEZ –** Co encadrant : **X. MILHET**

****

JURY

M. Bernard VIGUIER	Professeur, ENSIACET, CIRIMAT, Toulouse	*Rapporteur*
M. Pierre CARON	Chef de l'unité MMS, ONERA, Châtillon	*Rapporteur*
M. Yves BRECHET	Professeur, INPG, SIMAP, Grenoble	*Examinateur*
M. François VOGEL	Ingénieur de Recherche, DT/MPE/MM, Turboméca, Bordes	*Examinateur*
M. Xavier MILHET	Maître de Conférence, LMPM, ENSMA, Chasseneuil	*Examinateur*
M. José MENDEZ	Directeur de Recherche CNRS, LMPM, ENSMA, Chasseneuil	*Examinateur*
M. Jean-Yves GUEDOU	Responsable Projets de Recherche Matériaux, Snecma, Villaroche	*Invité*
M. Pascal CHEREAU	Expert Matériaux, DGA, Arcueil	*Invité*

Remerciements

Le travail de recherche présenté dans cette thèse a été réalisé au Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux (LMPM) de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ENSMA) de Poitiers, sous la direction de Messieurs José Mendez et Xavier Milhet. Je tiens à les remercier tous les deux de m'avoir fait confiance. Merci à Monsieur Mendez pour ses conseils avisés et ses remarques toujours constructives. Xavier, je te remercie d'avoir accompagné ce travail, de m'avoir apporté ton expérience. Je salue également ton enthousiasme à toujours chercher à modéliser les choses, ce trait de caractère a, pour sûr, été un moteur pour l'avancée de mes travaux.

Merci au laboratoire et à ses directions successives de m'avoir accueilli et d'offrir aux doctorants un si bon cadre de travail.

Merci également à TURBOMECA, SNECMA et la DGA d'avoir financé ces travaux.

J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur Yves Bréchet, Professeur des Universités de Grenoble, qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

Je remercie, tout particulièrement, Messieurs Pierre Caron, chef de l'unité MMS à l'ONERA, et Bernard Viguier, Professeur à l'ENSIACET de Toulouse, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail de recherche. Merci pour la pertinence de vos remarques et commentaires.

J'adresse également mes remerciements à Messieurs Jean-Yves Guédou, Responsable Projet de Recherche Matériaux à la SNECMA, et Pascal Chereau, Expert Matériaux à la DGA, de l'attention qu'ils ont porté à cette étude et d'avoir accepté de juger ce travail.

TURBOMECA est à l'origine de l'étude de la problématique des OEI au LMPM. Je remercie chaleureusement les équipes du DT/MPE pour l'intérêt qu'elles ont porté au travail sur le MCNG. Il était très gratifiant de voir de si belles affluences de compétences techniques lors des points d'avancement que j'ai pu présenter sur le site de Bordes. Merci donc aux différents interlocuteurs que j'ai pu croiser : Sandrine Lesterlin, Antoine Organista et François Vogel d'avoir suivi de près cette étude et de m'avoir fait confiance ; Elisabeth Ostoja-Kuczynski, Philippe Belaygue, Loïc Berthe, Jean-Manuel Ruppert, et Christophe Siret pour leurs questions constructives ; Hélène Clech, André Escalé et Jean-Philippe Lapuyade pour leur aide concernant l'appro. matière (l'approvisionnement en matière) ; enfin, un merci particulier à Zéline Hervier et Hervé Chalons pour leur gentillesse.

Je souhaite remercier très amicalement Jonathan Cormier. Jo, tu as ouvert la voie de l'étude des OEI et c'est grâce à toi que j'ai eu l'occasion de me lancer dans cette aventure. Merci de ta

disponibilité, de m'avoir fait profiter de tes compétences, de ton expérience et de tes conseils toujours très justes. J'ai eu énormément de plaisir à partager toutes ces discussions avec toi sur ces deux passions que sont pour nous les superalliages à hautes températures et le vélo aux hautes intensités !

Mes sincères remerciements vont à tous ceux qui ont contribué à ce travail, et avec qui je partage les compliments qui m'ont été fait sur le caractère expérimental de ma thèse. Je remercie toutes ces personnes par ordre chronologique de collaboration : l'équipe du banc THALIE au CEAT, Bastien, Daniel et Véronique ; Patrick Villechaise pour la qualité de ces images FEG ; Véronique Pélosin pour la réalisation des manips RX ; Denis Bertheau pour ses conseils sur la réalisation des essais mécaniques et pour son apport lors des essais de traction ; Christophe Tromas du laboratoire PHYMAT pour les manips de nano-indentation et leur exploitation dont « l'élégance », ainsi que la rigueur, ont été saluées par tous ; Jérôme Colin du PHYMAT de m'avoir aiguillé dans la modélisation de la dissolution.

J'adresse aussi un grand merci aux doctorants du LMPM qui sont à l'origine de la bonne ambiance au labo. Dans le désordre : Sophie, Hicham, Loïc, Olivier, Nam, Thombass, Romain, JC, Bert, François, Huy, Claire, Gaëlle, Quy et les nouveaux, Julien, Thomas, Timothée, José et Benoît. Je salue tout particulièrement mes différents co-bureaux : Marion, Pierre, Kokléang, Seb et Lolo. Merci à tous d'avoir apporté votre bonne humeur et votre humour tout au long de ces trois années. Je voulais aussi témoigner ma gratitude à tous les doctorants pour l'attention qu'ils ont eu pour la naissance de Blaise, Caroline et moi avons été très touchés.

Merki aux copains Jeff, Tony, Thierry et Nico. Bon vent à tous et réservez votre 24 Juillet.

Enfin, j'embrasse Caroline qui m'a beaucoup soutenu et qui a apporté sa sensibilité artistique au manuscrit ainsi qu'à mes planches. Blaise, merci d'avoir été si calme. La joie d'avoir mené à bien ce travail n'est rien comparé à tout ce que vous m'apportez.

Table des matières

Introduction……..……1

I. Le MCNG, superalliage monocristallin à base de nickel de 4ème génération....7

I.1. Historique des superalliages à base de nickel 8

I.1.1. Evolutions des structures de solidification 9

I.1.2. Evolutions de la chimie des alliages monocristallins 9

a. Répartition des éléments d'alliage entre les phases γ et γ' 10
b.Evolution de la composition chimique des superalliages 10

I.1.3. Traitements thermiques et microstructures.....12

a. Microstructure après solidification 12
b. Traitement de mise en solution de la phase γ' 14
c. Traitement de 1er revenu 15
d. Traitement de 2ème revenu (ou traitement de vieillissement).....16

I.2. Le MCNG : caractérisation du matériau après les traitements thermiques.....16

I.2.1. Les lots de matière mis à disposition pour cette étude 17

I.2.2. Structure dendritique 18

I.2.3. Microstructure initiale 21

a. Résultats en terme de fraction surfacique de γ' 21
b. Résultats en terme de taille de précipités γ'.....22

I.3. Conclusions 24

Bibliographie du Chapitre I 25

II. Evaluation du misfit et de la dureté dans la structure dendritique du MCNG 27

II.1. Estimation du désaccord paramétrique de maille (ou misfit) 29

II.1.1. Quelques aspects du misfit abordés dans la littérature.....30

a. Techniques de mesure du misfit 30
b. Influence du misfit sur la microstructure γ/γ' 32
c. Evolution du misfit avec la température 34
d. Effet de la composition chimique sur la valeur du misfit 36
e. Conclusions.....39

II.1.2. Evaluation du misfit entre γ et γ' dans le MCNG 39

a. Estimation du misfit moyen par diffraction RX 40
b. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à partir des dislocations d'interfaces.....44
c. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à l'aide de la composition chimique 47
d. Confrontations des différentes méthodes d'estimation du misfit dans le MCNG 49
e. Conclusions.....51

II.2. Caractérisation locale de la dureté dans la structure dendritique par nano-indentation..... 52

II.2.1. La nano-indentation [58, 59] 53

II.2.2. Préparation de surface 54

II.2.3. Caractéristiques du réseau d'indentations 55

II.2.4. Cartographie de dureté du réseau d'indentations 56

a. Etude statistique des mesures de dureté 56

b. Cartographie de dureté par interpolation bicubique 57

II.2.5. Cartographie chimique du réseau d'indentations 59

II.2.6. Confrontation des cartographies chimique et de dureté du réseau d'indentations 60

II.2.7. Observations AFM des empreintes d'indentation 61

a. Remarques sur la plasticité autour des empreintes d'indentation 61

b. Quantification de la microstructure à partir des images AFM 64

II.2.8. **Discussion** 65

II.2.9. **Conclusion** 68

II.3. Synthèse 69

Bibliographie du Chapitre II 70

III. Dissolution de la phase γ' à très haute température : caractérisation et modélisation 75

III.1. Données bibliographiques 76

III.2. Essais de dissolution de la phase γ' à 1 200°C et 1 250°C 78

III.2.1. Méthodes expérimentales 78

a. Maintiens en température 78

b. Quantification de la fraction de précipités γ' 79

III.2.2. Microstructures de dissolution 79

a. Evolutions de la phase γ' lors des maintiens à 1 200°C et 1 250°C 79

b. Différences de comportement entre les dendrites et les interdendrites 83

III.2.3. Evolution de la fraction de γ' 85

III.3. Discussion sur la dissolution hétérogène dans la structure dendritique 88

III.3.1. Effets des ségrégations chimiques et relations avec la dissolution de γ' 88

a. Effets sur le diagramme d'équilibre et relations avec la dissolution de γ' 88

b. Effets sur la cinétique de diffusion et relations avec la dissolution de γ' 89

c. Effets sur les champs de contrainte élastique et relations avec la dissolution de γ' 90

d. Effets sur la morphologie des précipités de γ' et relations avec la dissolution de γ' 91

III.3.2. Modélisation de la dissolution 91

a. Description du modèle de dissolution 92

b. Interprétation des résultats du modèle de dissolution 94

c. Conclusions 98

III.4. Synthèse 99

Bibliographie du Chapitre III 101

IV. Comportement mécanique en fluage isotherme 103

IV.1. Moyens d'essai et procédures 104

IV.1.1. Eprouvettes de fluage 104

IV.1.2. Bancs de fluage 105

a. Banc de fluage équipé d'un four à résistances (banc FR) 105
b. Banc de fluage équipé d'un four à lampes (banc FL) 107
c. Influence du moyen d'essai sur le comportement en fluage 109

IV.2. Comportement macroscopique 113

IV.2.1. Les essais de fluage à 1050°C / 140 MPa 114

a. Caractéristiques du comportement à 1050°C / 140 MPa 114
b. Dispersion matière 116

IV.2.2. Influence du niveau de charge et de la température 120

a. Influence du niveau de charge appliqué 120
b. Influence de la température 122

IV.3. Comportement microscopique à 1050°C / 140 MPa 123

IV.3.1. Evolution de la microstructure γ/γ' au cours du fluage à 1050°C / 140MPa 123

a. Microstructure après 50 heures 124
b. Microstructure après 100 heures 125
c. Microstructure après 200 heures 127
d. Microstructure après 400 heures 129
e. Microstructure à rupture 130
f. Récapitulatif 131

IV.3.2. Discussion sur les évolutions microstructurales observées 132

a. Mise en radeaux différée entre les dendrites et les interdendrites 132
b. Evolutions différentes des dendrites et des interdendrites après la mise en radeaux 137

IV.3.3. Influence des évolutions microstructurales sur le comportement macroscopique en fluage 143

IV.4. Synthèse 145

Bibliographie du Chapitre IV 147

V. Comportement mécanique en fluage anisotherme 151

V.1. Simulation d'une surchauffe OEI 152

V.1.1. Principe d'un essai anisotherme 152

V.1.2. Moyens d'essai pour chaque phase de l'essai anisotherme 153

a. Essai de préfluage : Banc FR 153
b. Surchauffe OEI : Banc Thalie 153
c. Essai de fluage résiduel : Banc FL 156

V.2. Etude des effets d'un OEI lors des essais de fluage anisotherme 157

V.2.1. Influence d'un OEI sur le comportement en fluage 157

a. Présentation générale d'un essai anisotherme 157
b. Hausse de la vitesse de déformation induite par un OEI 159

c. Influence d'un OEI sur le comportement macroscopique : comparaison à l'isotherme 161
d. Bilan sur les effets d'un OEI sur le comportement en fluage du MCNG 168

V.2.2. Influence d'un OEI sur la microstructure γ/γ' 169
a. OEI initial 150s 169
b. OEI après 100 heures de fluage 171
c. OEI après 200 heures de fluage 174
d. Conclusions 177

V.3. Discussion 177

V.4. Synthèse 181

Bibliographie du Chapitre V 183

VI. Modélisation du comportement en fluage isotherme et anisotherme 185

VI.1. Essais de traction 186

VI.2. Modélisation du fluage isotherme à 1050°C 187

VI.2.1. Loi de type Norton 187
a. Identification des paramètres n et K 190
b. Identification des paramètres r et A 191
c. Résultats 192

VI.2.2. Loi de comportement viscoplastique de type Chaboche couplée à l'endommagement 193
a. Présentation des équations du modèle 194
b. Identification des constantes du modèle 196
c. Résultats 198

VI.3. Modélisation du fluage anisotherme 201

VI.3.1. Modifications introduites par un OEI 201
a. Motivations du modèle 201
b. Modifications des équations du modèle 202

VI.3.2. Résultats de la modélisation anisotherme 204

VI.3.3. Commentaires sur les résultats du modèle anisotherme 207
a. Primaire résiduel 207
b. Prise en compte de la déstabilisation 207

VI.4. Conclusions 210

Bibliographie du Chapitre VI 212

Conclusion 213

Annexes 217

Introduction

Du fait des hautes températures atteintes, de la force centrifuge élevée et de l'environnement agressif, les conditions de fonctionnement des turbines haute pression (HP) des turbomoteurs sont extrêmement sévères. Les aubes des turbines HP doivent donc présenter des caractéristiques qui leur permettent de conjuguer une résistance élevée au fluage et à la fatigue thermomécanique, ainsi qu'une bonne tenue aux effets oxydants et corrosifs des gaz de combustion et de l'environnement. Jusqu'à aujourd'hui, les superalliages à base de nickel ont été privilégiés pour la fabrication des aubes, car ces matériaux présentent une excellente tenue mécanique dans le domaine des hautes températures, ainsi qu'une résistance à l'oxydation convenable.

L'un des objectifs des motoristes aéronautiques est d'augmenter la température des gaz à l'entrée des turbines HP afin d'optimiser le rendement moteur. Dans cette optique, l'optimisation de la composition chimique des superalliages a toujours constitué un axe de recherche important. Au cours des trente dernières années, les différents programmes de recherche internationaux (américains avec General Electric pour les alliages René N5 puis N6, l'élaborateur Cannon-Muskegon Corp. pour les CMSX, et Pratt et Whitney pour les alliages PWA, les programmes de recherches japonais avec les séries d'alliages TMS) ont conduit au développement de différentes générations de superalliages. Les améliorations apportées au fil du développement des différentes générations ont souvent consisté à augmenter la part des éléments réfractaires. En particulier, l'élément rhénium a progressivement été introduit. Si globalement, l'augmentation de la résistance mécanique à chaud a bien été obtenue avec l'apport croissant en éléments réfractaires, cela s'est fait au détriment de l'homogénéité chimique des superalliages.

Dans ce contexte concurrentiel, l'ONERA, qui avait participé à la mise au point des superalliages de première génération AM1 (moteur Snecma M88), AM3 et MC2 (alliages pour les turbomachines d'hélicoptères de Turboméca), a relancé dans les années 90 un programme de recherche avec le soutien financier de la DGA destiné à concevoir un nouvel alliage pour les plus hautes températures. Les différents travaux menés lors de ce programme de recherche ont conduit au développement du MCNG « MonoCristal Nouvelle Génération », qui pourrait ainsi constituer une alternative aux matériaux utilisés actuellement. Le MCNG est en fait un superalliage monocristallin de 4ème génération contenant 4% en masse de rhénium, ainsi que 4 % de ruthénium.

Outre l'amélioration des propriétés mécaniques des superalliages par la mise au point de nouvelles nuances, la tenue en température des aubes a également pu être optimisée par l'application de

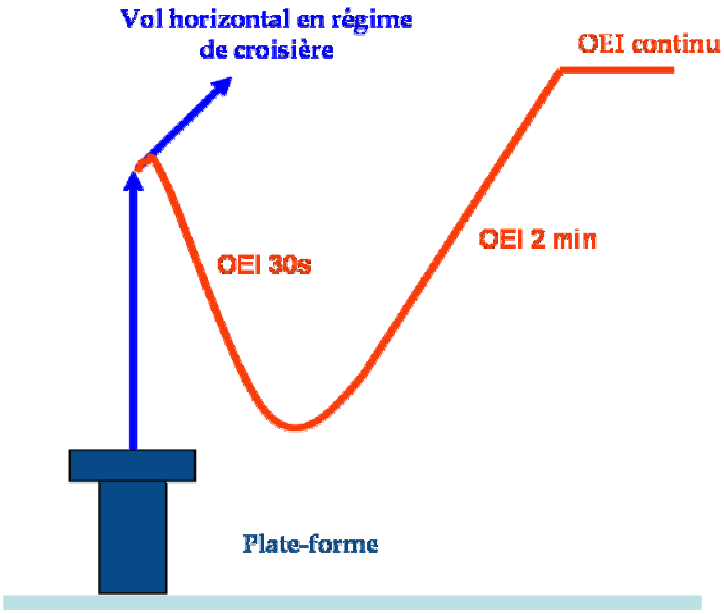
revêtements jouant le rôle de barrières thermiques ou par le refroidissement direct des aubes grâce à l'usinage de canaux internes de refroidissement. La mise en place de telles techniques a permis des écarts entre la température des gaz et celle des parois des aubes pouvant aller jusqu'à 500°C, supprimant presque totalement le fluage de ces pièces. Toutefois, du fait des dimensions réduites des turbomachines pour hélicoptères, les aubes, trop petites, ne peuvent être refroidies. Dans ces conditions, la tenue en fluage à haute température des superalliages reste une préoccupation de tout premier ordre pour un motoriste tel que Turboméca.

En particulier, le motoriste doit prendre en compte les impacts que peuvent avoir des régimes de fonctionnement extrême sur la tenue de ses moteurs. Le régime de fonctionnement OEI (« One Engine Inoperative ») est un régime d'urgence qui peut survenir sur un appareil biturbine lorsqu'un des moteurs vient à s'arrêter de fonctionner (Figure 1). Pour suppléer cet arrêt moteur, le second turbomoteur est sollicité en surrégime, il voit alors sa température de fonctionnement augmenter rapidement (passage de 1050°C à 1200°C en 4 à 5 secondes), sa vitesse de rotation augmente également provoquant une légère augmentation du chargement mécanique des aubes.

Un régime d'urgence OEI peut être décomposé en trois phases (Figure 1): (i) OEI 30s : c'est la phase du régime d'urgence la plus sévère. La turbine encore en fonctionnement doit fournir suffisamment de puissance pour palier la perte d'altitude provoquée par l'incident moteur. Pendant 30 secondes, la température de fonctionnement au niveau des aubes passe de 1050°C à environ 1200°C. (ii) OEI 2min : dès que l'appareil commence à reprendre de l'altitude, un régime OEI 2 minutes moins sévère est adopté pour atteindre l'altitude de croisière. Lors de cette phase du régime d'urgence, la température vue par les aubes est d'environ 1160°C. (iii) Enfin, une fois que l'altitude de croisière est atteinte, la phase d'OEI continu permet au pilote d'aller poser l'appareil. Cette ultime phase du régime d'urgence est la moins sévère puisque la température au niveau des aubes (1080°C) est presque revenue au niveau de celle en fonctionnement normal (1050°C).

A l'heure actuelle, l'aptitude d'un moteur à subir un régime OEI est évaluée au cours d'essais de certification spécifiques (essais AMT, essais 150 heures). Pour les hélicoptères en service, chaque turbine possède un compteur OEI et doit être démontée pour être révisée dès que son quota OEI est atteint.

La caractérisation de la tenue mécanique du matériau ayant subi un OEI constitue donc une problématique d'étude de premier ordre pour Turboméca, tant d'un point de vue matériel, car la bonne connaissance du comportement du matériau après un OEI permettrait de minimiser les révisions et l'immobilisation des appareils clients, que d'un point de vue recherche et développement, pour juger des améliorations apportées par de nouvelles technologies (matériau, géométrie..) sur la tenue à l'OEI.



La trajectoire bleue est celle suivie par l'hélicoptère lors d'un décollage normal où tous les moteurs fonctionnent. En revanche, si un des moteurs s'arrête lors du décollage, le pilote utilise les régimes OEI et l'hélicoptère suit la trajectoire rouge.

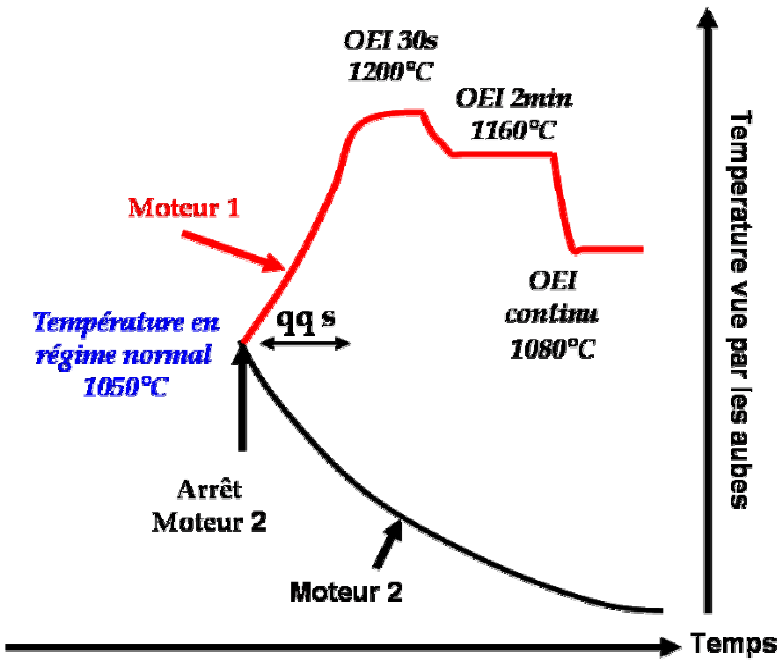


Figure 1: Présentation des régimes d'urgence OEI
a) Trajectoire de l'hélicoptère lors d'un régime d'urgence OEI
b) Niveaux de température vus par les aubes lors d'un régime d'urgence OEI

Une étude des effets de surchauffe simulant les régimes d'urgence OEI a déjà été réalisée à l'ENSMA concernant le superalliage de première génération MC2 (Thèse J. Cormier, 2006). Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans la continuité de ces travaux, puisqu'il traite de l'étude du comportement mécanique et de la durée de vie en fluage du MCNG suite à une surchauffe OEI. Dans le cadre de ces simulations en laboratoire des régimes d'urgence, la condition de vol standard est assimilée à un essai de fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa. Pour simuler un OEI qui interviendrait au cours d'un vol standard, un essai de fluage anisotherme est réalisé qui consiste à inclure une phase de fluage à 1200°C / 145 MPa de 30 à 150 secondes au cours d'un essai à 1050°C / 140 MPa.

Développé pour un fonctionnement optimisé à haute température par rapport aux superalliages de générations précédentes, le MCNG présente effectivement des durées de vie en fluage meilleures à 1150°C ainsi qu'à 950°C. En revanche, à 1050°C, les durées de vie obtenues pour le MCNG sont comparables à celles du MC2 par exemple.

Il est important d'établir si dans ces conditions de fluage anisotherme, intégrant une surchauffe à 1200°C, le MCNG bénéficie plutôt de sa « meilleure tenue » à 1200°C ou de sa « relative faiblesse » à 1050°C par rapport aux générations précédentes de superalliages.

Plus précisément, il s'agit de déterminer pour le MCNG :

→ Les répercussions d'une incursion à 1200°C au cours d'un essai à 1050°C sur le comportement du matériau lors du fluage résiduel post-OEI.

→ L'évolution de la durée de vie résiduelle du matériau en fonction de son histoire thermomécanique (durée d'exposition à la condition standard, durée de la surchauffe).

→ Les éventuels effets de la non-homogénéité de la répartition des éléments réfractaires sur le comportement mécanique du matériau à haute température.

Pour répondre à ces questions, le comportement en fluage isotherme et anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MCNG a été étudié.

Après un rappel des avancées qui ont marqué le développement des superalliages depuis les polycristaux jusqu'aux dernières générations de superalliages monocristallins, le chapitre I présente une caractérisation du MCNG après la séquence de traitements thermiques standard. En particulier, les

résultats de l'étude en EDSX de la répartition des éléments d'alliage au sein de la structure dendritique du matériau sont présentés. La microstructure initiale du superalliage est également décrite en terme de fraction de phase γ' et de taille de précipités.

Le chapitre II complète la caractérisation du MCNG débutée au Chapitre I. Il met en évidence les effets que peuvent avoir les ségrégations chimiques au travers de la détermination du désaccord paramétrique de maille et de la caractérisation de la répartition de la dureté dans la structure dendritique. La dureté a été mesurée par nano-indentation sous AFM et a permis de mettre en évidence, par mesure directe, une différence de propriétés mécaniques entre les dendrites et les interdendrites. La détermination du misfit dans la structure dendritique du MCNG a été réalisée à différentes températures, par le bais de différentes techniques (RX, dislocations d'interfaces, loi de Végard). Les résultats ainsi obtenus permettront d'interpréter le comportement mécanique du MCNG lors des différentes sollicitations thermo-mécaniques qui lui seront appliquées.

La caractérisation de la dissolution à très haute température de la phase γ' du superalliage MCNG est présentée dans le Chapitre III. L'analyse de la dissolution a été faite pour des temps d'exposition relativement courts afin de caractériser la cinétique de dissolution de la phase renforçante jusqu'à l'équilibre thermodynamique. En effet, du fait de sa courte durée, une surchauffe OEI est un régime transitoire au cours duquel la mise en solution de la phase γ' n'est que partielle.

Par ailleurs, les différents effets engendrés par les hétérogénéités de composition chimique dans la structure dendritique sont discutés de façon à expliquer les disparités de dissolution entre les dendrites et les interdendrites. Un modélisation simplifiée de l'évolution de l'interface des précipités γ' a permis de déterminer quel était l'effet prédominant des ségrégations chimiques sur la dissolution.

Le Chapitre IV est consacré au fluage isotherme du MCNG. Une attention toute particulière est portée à l'étude de la condition de fluage 1050°C / 140 MPa. Des essais interrompus ont notamment permis de décrire l'évolution de la microstructure γ/γ' dans la structure dendritique et de la relier au comportement macroscopique du MCNG à 1050°C / 140 MPa. Par ailleurs, l'étude de cette condition de fluage fournit des références en terme de durée de vie, de comportement et d'évolution de la microstructure qui serviront à caractériser les impacts d'une surchauffe OEI lors des essais anisothermes.

Le Chapitre V présente l'analyse du comportement en fluage anisotherme du matériau. L'influence de la durée de surchauffe (30s ou 150s) et du temps de pré-endommagement à 1050°C / 140 MPa sont étudiés. Les évolutions du comportement lors du retour en fluage à 1050°C sont discutées sur la base des

modifications microstructurales introduites par la surchauffe et de la comparaison de l'évolution de la microstructure γ/γ' avec la condition isotherme.

Enfin, dans le chapitre VI, une modélisation du comportement en fluage est proposée. En régime isotherme, la modélisation repose sur une loi de comportement de type viscoplastique à écrouissage isotrope couplée à une loi d'endommagement. Cette modélisation s'attache à traduire les phénomènes microstructuraux identifiés dans les chapitres expérimentaux comme étant responsables du comportement macroscopique du matériau. Ainsi, la loi de comportement viscoplastique a été identifiée à partir d'essais de traction à 1050°C, quant à l'endommagement, il a été identifié à partir des résultats d'essais de fluage à rupture à 1050°C et des évolutions microstructurales responsables du déclenchement du stade de fluage tertiaire. En fluage anisotherme, les équations du modèle isotherme sont modifiées en y introduisant les variables capables de décrire les évolutions du comportement observées lors du fluage post-OEI décrites au Chapitre V.

Chapitre I

Le MCNG, superalliage monocristallin à base de nickel de 4ème génération

I.1. Historique des superalliages à base de nickel 8

I.1.1. Evolutions des structures de solidification 9

I.1.2. Evolutions de la chimie des alliages monocristallins 9
a. Répartition des éléments d'alliage entre les phases γ et γ' 10
b. Evolution de la composition chimique des superalliages 10

I.1.3. Traitements thermiques et microstructures 12
a. Microstructure après solidification 12
b. Traitement de mise en solution de la phase γ' 14
c. Traitement de 1er revenu 15
d. Traitement de 2ème revenu (ou traitement de vieillissement) 16

I.2. Le MCNG : caractérisation du matériau après les traitements thermiques 16

I.2.1. Les lots de matière mis à disposition pour cette étude 17

I.2.2. Structure dendritique 18

I.2.3. Microstructure initiale 21
a. Résultats en terme de fraction surfacique de γ' 21
b. Résultats en terme de taille de précipités γ' 22

I.3. Conclusions 24

Bibliographie du Chapitre I 25

Ce chapitre rappelle les évolutions marquantes qui, depuis les superalliages polycristallins, ont conduit au développement des dernières générations de superalliages monocristallins à base de nickel. La deuxième partie du chapitre présente une caractérisation du MCNG après les traitements thermiques standards.

I.1. Historique des superalliages à base de nickel

Les superalliages à base de nickel doivent leurs excellentes propriétés à leur microstructure particulière. Ce sont des alliages biphasés, constitués d'une matrice austénitique cubique à faces centrées (cfc), solution solide à base de Ni (la phase γ), renforcée par des précipités cubiques de phase γ' ordonnée de type $L1_2$ (Figure I-1a et c). La phase γ', cohérente avec la matrice (Figure I-1b), peut être présente sous diverses formes et tailles (cubes, sphéroïdes, eutectiques, précipités de taille I, II ou III…) et coexiste avec la phase γ jusqu'à la température de solvus. Au-delà de cette température, la phase γ' est totalement dissoute dans la matrice. Le développement des superalliages s'est appuyé sur des innovations dans les domaines des procédés de fabrication ainsi que sur des évolutions de la composition chimique.

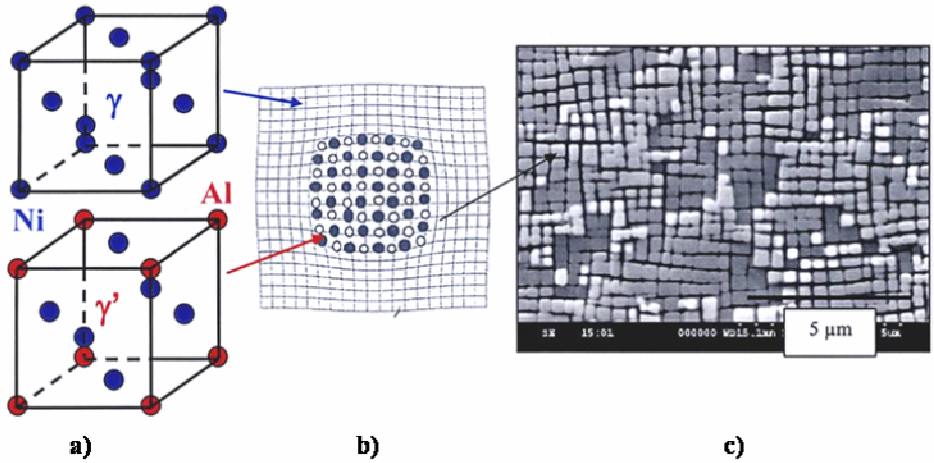


Figure I-1: microstructures d'un superalliage à différentes échelles
a) mailles cristallographiques
b) précipités cohérents
c) microstructure en cubes observée par microscopie électronique à balayage [1]

I.1.1. Evolutions des structures de solidification

L'amélioration des performances des turbomoteurs a très souvent été liée à des avancées sur les propriétés des matériaux employés. Les matériaux privilégiés pour la fabrication des aubes de turbines haute pression sont les superalliages à base de nickel. Au fil des décennies, l'évolution des techniques de solidification de ces matériaux a régulièrement permis une augmentation des températures de fonctionnement en entrée de turbine, conduisant à une augmentation du rendement moteur.

Les superalliages élaborés par fonderie conventionnelle se présentent sous la forme de polycristaux dont les joints des grains altéraient les propriétés mécaniques à haute température. L'utilisation des techniques de solidification unidirectionnelle a mené au développement de superalliages avec une structure à grains colonnaires. Une telle structure a permis un accroissement significatif de la ductilité et de la durée de vie en fluage, ainsi qu'une amélioration de la tenue à la fatigue thermique.

L'avènement de la technique de solidification monocristalline a marqué un pas décisif dans l'amélioration des performances des moteurs. Le procédé d'élaboration d'un monocristal est tel qu'après avoir fondu une coulée du superalliage polycristallin, il est possible de faire croître un « mono-grain » désigné abusivement par le terme de monocristal. Une telle structure de solidification a permis d'éliminer dans la composition chimique des superalliages toute une partie des éléments d'addition qui visaient à améliorer les propriétés des joints de grains dans les structures polycristallines. Ainsi, la suppression des éléments tels que le carbone (C), le bore (B), l'hafnium (Hf) et le zirconium (Zr) a permis d'améliorer grandement les performances en fluage des superalliages grâce à une augmentation de la température de fusion [2]. Une telle progression a accru les possibilités de traitement thermique optimisant les microstructures des superalliages et par là même leurs propriétés mécaniques. Des traitements thermiques appropriés ont ainsi permis de supprimer les phases eutectiques γ/γ' et d'optimiser les tailles de microstructure initiale [2, 3]. Les progrès apportés par la solidification monocristalline ont également ouvert de nouvelles perspectives d'évolution pour la composition chimique des superalliages.

I.1.2. Evolutions de la chimie des alliages monocristallins

Depuis le développement de la solidification monocristalline, de nombreuses recherches ont eu pour objet d'évaluer les avantages apportés par différentes nuances de composition chimique des superalliages. Les compositions chimiques d'un bon nombre de monocristaux commerciaux sont recensées dans le Tableau I-1.

	Alliage	Cr	Co	W	Mo	Re	Al	Ti	Ta	Hf	autres	densité (g/cm^3)
1° GENERATION	AM1	7,8	6,5	5,7	2	-	5,2	1,1	7,9	-	-	8,6
	Nasair 100	9	-	10,5	1	-	5,75	1,2	3,3	-	-	8,54
	CMSX-2	8	4,6	7,9	0,6	-	5,6	1	6	-	-	8,6
	CMSX-3	8	4,6	7,9	0,6	-	5,6	1	6	0,1	-	8,6
	TMS-1	5,5	7,5	16,6	-	-	5,2	-	5,1	-	-	9,1
	PWA 1480	10	5	4	-	-	5	1,5	12	-	-	8,7
	René N4	9	8	6	2	-	3,7	4,2	4	-	0,5 Nb	8,56
	SRR 99	8	5	10	-	-	5,5	2,2	3	-	-	8,56
	RR 2000	10	15	-	3	-	5,5	4	-	-	1 V	7,87
	CMSX-6	8	4,6	7,9	0,6	-	5,6	1	6	0,1	-	7,98
	AM3	8	5,5	5,7	2	-	6	2	3,5	-	-	8,25
	MC2	8	5	8	2	-	5	1,5	6	-	-	8,63
2° G	CMSX-4	6,5	9	6	0,6	3	5,6	1	6,5	0,1	-	8,7
	PWA 1484	5	10	6	2	3	5,6	-	8,7	0,1	-	8,95
	René N5	7	8	5	2	3	6,2	-	7	0,2	-	8,7
3° G	CMSX-10	2	3	5	0,4	6	5,7	0,2	8	0,03	0,1 Nb	9,05
	René N6	4,2	12,5	5,4	1,4	5,4	5,75	-	7,2	0,15	0,05 C	8,97
	TMS 75	3	12	6	2	5	6	-	6	0,1	-	-
4° G	MC-NG	4	-	5	1	4	6	0,5	5	0,1	4 Ru	8,75

Tableau I-1 : Compositions chimiques de différents superalliages (% mas.) [4]

a. Répartition des éléments d'alliage entre les phases γ et γ'

Si l'on retrouve l'ensemble des éléments d'alliage dans les deux phases γ et γ' des superalliages, chacun enrichit plus ou moins l'une ou l'autre des phases. Parmi les éléments d'alliage courants que l'on retrouve dans le Tableau I-1, le chrome (Cr), le cobalt (Co), le molybdène (Mo), le rhénium (Re) et le ruthénium (Ru) ont plutôt tendance à venir enrichir la matrice γ. Ce sont des éléments γ-gènes. Au contraire, l'aluminium (Al), le titane (Ti) et le tantale (Ta) sont des éléments γ'-gènes et vont se placer préférentiellement dans la maille γ'. Le tungstène (W) a plutôt tendance à se répartir à part égale entre les deux phases. Il faut garder à l'esprit que la composition même d'un superalliage, au travers des interactions entre les différents éléments, pourra modifier la propension d'un élément à partitionner dans l'une ou l'autre phase.

b. Evolution de la composition chimique des superalliages

Le terme « superalliage » peut s'interpréter de la façon suivante : « alliage » fait référence aux éléments autres que Ni et Al qui entrent dans la composition du matériau et « super » souligne le grand nombre d'éléments qui a été ajouté en vue d'obtenir la meilleure tenue de l'alliage à haute température.

Dans un premier temps, l'augmentation de la proportion d'Al ainsi que l'ajout de l'élément Cr ont permis d'accroître fortement la résistance à la corrosion et à l'oxydation par la formation de couches d'oxydes protectrices de Cr_2O_3 et de Al_2O_3.

Au fil des progressions des techniques d'élaboration, l'augmentation de la température de fusion et de la température de solvus, mais également, de l'écart entre ces deux températures a permis d'augmenter les teneurs en éléments γ'-gènes (Al, Ti, et Ta) tout en conservant une fenêtre de remise en solution suffisamment large pour redissoudre complètement la phase γ'. L'ajout d'éléments γ'-gènes stabilise la phase γ', et permet notamment de conserver une plus grande fraction volumique de précipités à haute température du fait de l'augmentation de la température de solvus [2, 3]. Dans ces conditions, les propriétés mécaniques à haute température des superalliages sont favorisées pour une fraction volumique de phase γ' élevée. En particulier, il a été montré qu'un pic de durée de vie en fluage existait pour une fraction de γ' voisine de 70% (Figure I-2).

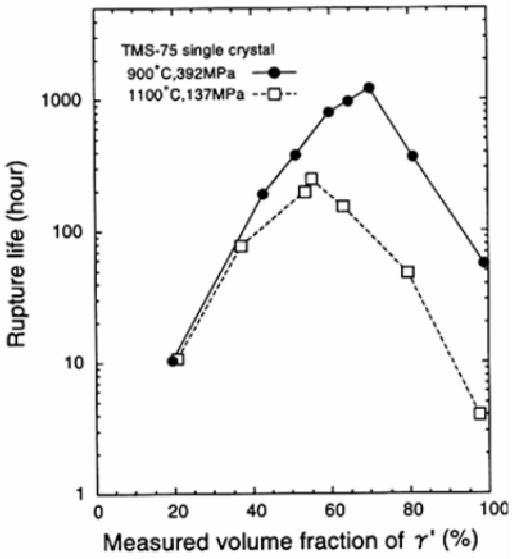


Figure I-2 : Influence du taux de γ' sur le temps à rupture pour deux conditions de température/contrainte sur le superalliage monocristallin TMS-75 [5]

Outre l'ajout d'éléments permettant d'augmenter la proportion de phase renforçante, le développement de la chimie des superalliages s'est également fait dans le sens d'un renforcement des teneurs en éléments réfractaires (Ta, Mo, W,…). De tels éléments sont assez volumineux et participent à l'amélioration des propriétés mécaniques des superalliages en jouant à la fois sur le durcissement par solution solide de la matrice γ, sur le durcissement des précipités γ' et sur le désaccord paramétrique entre ces deux phases (c'est-à-dire sur le niveau de cohérence entre les phases). Le terme de durcissement de la solution solide fait référence à différents effets possibles des éléments de soluté comme l'effet sur les modules d'élasticité, la modification de l'énergie de défaut d'empilement, de l'énergie des parois d'antiphase ou bien encore les effets sur les cinétiques de diffusion [6, 7].

Par la suite, les propriétés mécaniques des superalliages ont encore été augmentées par l'ajout de Re en substitution d'une partie des éléments réfractaires comme W ou Mo. Cela a marqué l'avènement des superalliages monocristallins de 2ème génération, contenant jusqu'à 3% de Re ; puis des alliages de 3ème

génération pouvant contenir jusqu'à 6% de Re. Dans la 4ème génération de superalliages, une partie du Re a été remplacée par du ruthénium (Ru). Aujourd'hui, les travaux de Harada et al. portent sur des superalliages monocristallins à base de nickel de 5ème et 6ème génération [8].

L'ajout des éléments d'alliage évoqué ci-dessus reste toutefois limité, dans la mesure où lorsqu'ils sont présents en quantité trop importante, les éléments lourds peuvent diminuer les propriétés mécaniques des superalliages. En effet, les éléments réfractaires (comme Cr, W, Mo et Re) augmentent considérablement la densité des alliages (Tableau I-1). Mais surtout, lors d'expositions longues aux températures élevées, ces éléments dépassent leur limite de solubilité et précipitent en Phases Topologiquement Compactes (PTC) [9]. La précipitation des PTC sera d'autant plus importante que les teneurs en éléments réfractaires seront grandes. Les PTC détériorent le comportement mécanique des superalliages car ce sont des phases fragiles qui favorisent l'initiation de microfissures et appauvrissent la phase γ en éléments réfractaires lorsqu'elles précipitent [10, 11].

Le meilleur comportement mécanique que l'on puisse obtenir avec un superalliage à base de nickel résulte donc du compromis à trouver dans les proportions d'éléments d'alliage. C'est dans cet esprit que le Ru substitue une partie du Re dans les alliages de 4ème génération : sa densité est moitié moins élevée que celle du Re et, de plus, il contribue à stabiliser le microstructure à haute température. En effet, il a été constaté que la présence de Ru diminuait la propension des superalliages à former des PTC [12-14]. Différents effets du Ru sont proposés dans la littérature pour expliquer les bénéfices apportés par l'addition de cet élément. Ru pourrait augmenter la limite de solubilité du Re dans γ, diminuant ainsi la précipitation des PTC contenant les plus hautes concentrations en Re [13, 14]. Il est également évoqué un effet possible du Ru sur la modification de la partition de Re entre γ et γ'. Cet effet de « reverse partitioning » diminuerait la ségrégation du Re dans γ à la faveur de la phase γ', ainsi la concentration critique en Re nécessaire pour former des PTC ne serait pas atteinte [12, 15, 16].

Toutefois, il peut exister des interactions complexes entre les éléments d'alliage. Il est ainsi difficile de prévoir indépendamment pour chaque élément une fourchette de teneur pour satisfaire de manière précise les critères de fraction volumique de phase γ'ou de propriétés physico-chimiques visés [15, 17, 18].

I.1.3. Traitements thermiques et microstructures

a. Microstructure après solidification

Les superalliages monocristallins sont élaborés par solidification dirigée. Lors du refroidissement, la solidification est hétérogène, donnant lieu à la formation d'une structure dendritique. Au sein de cette

structure, on distingue 2 régions : les dendrites, qui ont solidifié en premier, puis les espaces interdendritiques.

La direction naturelle de croissance des dendrites se fait suivant la direction <001>, formant les bras primaires. Les bras secondaires de dendrite poussent perpendiculairement aux bras primaires suivant les directions <100>. Des bras tertiaires peuvent également se développer perpendiculairement aux bras secondaires. La Figure I-3 présente une coupe normale à la direction de croissance <001> des bras primaires de dendrites ainsi qu'une coupe longitudinale suivant cette même direction de croissance. Le schéma Figure I-3c représente l'organisation des bras primaires et secondaires.

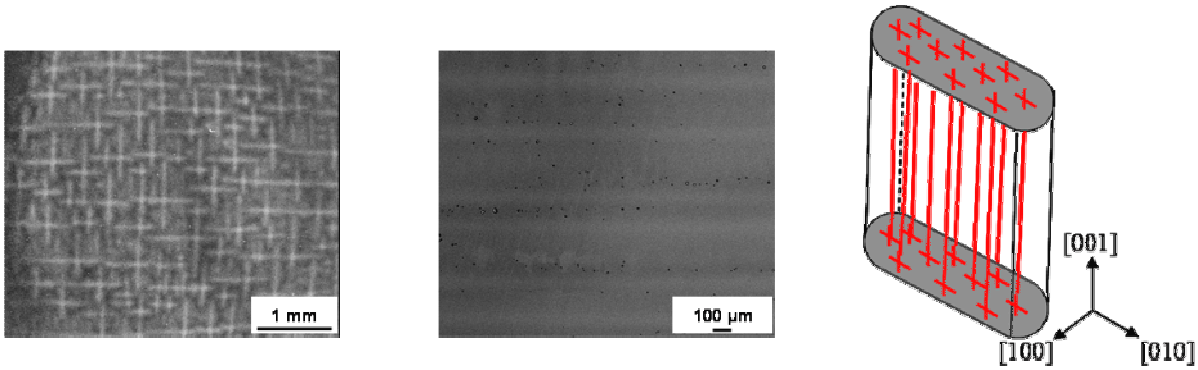


Figure I-3 : Image MEB en mode électrons rétrodiffusés du MCNG
a) coupe normale à la direction de croissance <001> des bras primaires
b) coupe longitudinale suivant l'axe de croissance des bras primaires
c) Schéma de la structure dendritique dans une éprouvette de fluage paroi mince (Cf. chapitre IV)

La distance entre les axes primaires de dendrites varie en fonction des conditions d'élaboration, en particulier en fonction du gradient thermique au niveau du front de solidification et de la vitesse de tirage de l'alliage en fusion. Faire varier la vitesse de tirage et le gradient de température change l'espacement entre les bras primaires et les bras secondaires de dendrites et affecte la ségrégation chimique. La vitesse de tirage présente des effets antagonistes sur l'homogénéisation et ne devrait pas avoir trop d'impact sur celle-ci. En effet, d'un coté, un accroissement de la vitesse de tirage augmente la ségrégation des éléments tels que Re et Mo dans les dendrites et devrait augmenter le temps requis pour une homogénéisation complète ; mais par ailleurs, l'augmentation de la vitesse de tirage, en réduisant la distance entre les bras de dendrites, devrait raccourcir les temps de diffusion [19].

Généralement, l'écart entre les bras primaires de dendrite s'étale entre 150 et 550 µm suivant les conditions d'élaboration du superalliage. Au sein d'un même échantillon, la distance entre les dendrites n'est pas constante ; des études ont néanmoins montré que l'espace moyen entre les dendrites ne semblait pas influencer le comportement en fluage à haute température des superalliages [19, 20].

Toutefois, l'accroissement de la taille des dendrites, et donc des distances interdendritiques, va de pair avec l'accroissement de la taille des pores, ce qui impacte négativement sur la durée de vie en fatigue.

Il existe une différence de composition chimique entre les dendrites et les interdendrites ainsi que de légères variations au niveau des phases en présence. Lors de la solidification, certains éléments ségrégent dans les dendrites, alors que d'autres éléments s'accumulent dans le liquide interdendritique puis solidifient en tant qu'interdendrites et eutectiques. Par exemples, Re et W ségrégent dans les dendrites alors que Ta, Al et Ti se répartissent plutôt dans les régions interdendritiques. Co, Cr et Mo ne présentent pas forcément de ségrégation particulière dans les dendrites ou les espaces interdendritiques [2, 21, 22]. Les espaces interdendritiques contiennent très souvent des amas eutectiques γ-γ', et présentent une précipitation de γ' plus grossière [17]. La fraction moyenne d'eutectique et de pores dans le matériau après solidification ne semble pas être systématiquement fonction de la vitesse de tirage. De manière générale, le degré de ségrégation décroît lorsque la vitesse de tirage décroît également [19].

Dans le but d'éliminer les hétérogénéités de composition chimique et d'optimiser les microstructures des alliages bruts de solidification, différents traitements thermiques leur sont appliqués. Ceux-ci sont présentés dans les paragraphes suivants.

b. Traitement de mise en solution de la phase γ'

Le traitement de mise en solution (ou d'homogénéisation) vise à remplir 3 objectifs : éliminer les eutectiques, dissoudre l'ensemble des précipités de γ' et enfin homogénéiser la composition chimique dans la structure dendritique.

Pour remettre en solution la phase γ' précipitée lors de la solidification, il faut dépasser la température de solvus de cette phase. Toutefois, la température de maintien lors du traitement thermique ne doit pas être trop élevée, c'est-à-dire trop proche de la température de solidus, pour ne pas risquer le phénomène de brûlure du superalliage. Ces impératifs conditionnent une fenêtre de température dans laquelle doit être réalisé le traitement de remise en solution.

Avec le passage aux monocristaux, le retrait des éléments d'alliage dédiés à la consolidation des joints de grains a permis d'accroître cette fenêtre grâce à l'augmentation de la température de solidus. Cela a permis le contrôle de la microstructure grâce à la dissolution complète de la phase γ' et des eutectiques. Après la remise en solution, les précipités γ' peuvent alors re-précipiter et grossir jusqu'à une taille optimale. Les monocristaux offrent donc une opportunité unique de pouvoir contrôler la taille et la morphologie des γ' pour obtenir les meilleures propriétés mécaniques.

Toutefois, avec l'augmentation de la part des éléments réfractaires, le traitement de remise en solution initialement prévu pour dissoudre la phase γ' et les eutectiques semble désormais être dicté par

la nécessité de réduire les ségrégations chimiques. En effet, l'augmentation de la part des éléments réfractaires conduit à une répartition des éléments d'alliage bien plus ségrégée après la solidification dendritique. Dans ces conditions, un traitement de mise en solution qui ne parvient pas à éliminer complètement les ségrégations chimiques peut favoriser la formation de phases PTC dans les dendrites et donc pénaliser le comportement du superalliage.

Une fois dépassée la température de solvus, si les eutectiques (riches en Al, Ti et Ta) et les précipités de γ' disparaissent assez vite (quelques minutes [23]), la redistribution des éléments lourds (W, Ta, Re…), qui intervient une fois la phase γ' remise en solution, nécessite beaucoup plus de temps. En effet, les éléments réfractaires ajoutés dans les dernières générations d'alliages présentent des cinétiques de diffusion faibles. L'accroissement de la part en ces éléments ralentit donc les mécanismes contrôlés par la diffusion et, en particulier, l'homogénéisation de leur répartition entre les dendrites et les interdendrites lors du traitement de remise en solution. Une homogénéisation complète des ségrégations chimiques passe donc par un accroissement de la température de remise en solution et / ou du temps d'exposition. Dans ses travaux sur le CMSX-10, Fuchs a montré que la ségrégation des éléments (Re, W, Al, Ta et Ti) est peu affectée pour les traitements jusqu'à 1 340°C. Entre 1 340°C et 1 352°C, une réduction significative des ségrégations en Al, Ta et Ni est observée, alors que peu de changements sont constatés pour Re et W. A 1 357°C, la ségrégation de W est réduite mais celle de Re a peu évolué. Une fois que les cycles à 1 360°C et au-delà sont effectués, la ségrégation en Re s'atténue mais reste mesurable.

De manière générale, à la fin du cycle de mise en solution, tous les éléments présentent une distribution bien plus uniforme, avec des variations de concentrations limitées. Toutefois, une homogénéisation complète des alliages de dernière génération est rarement obtenue. Pour que cette homogénéisation soit effective, cela nécessiterait des traitements d'homogénéisation menés à de trop fortes températures pendant des durées importantes, qui ne seraient pas en rapport avec les exigences économiques industrielles. Il n'est donc pas rare que les superalliages soient utilisés au niveau industriel dans un état non complètement homogénéisé chimiquement.

c. Traitement de 1er revenu

A la fin du traitement de mise en solution, le matériau est trempé à l'air. Lors de cette trempe, la phase γ' reprécipite sous forme de précipités secondaires dont la distribution en taille et l'organisation est très aléatoire.

Le 1er revenu, qui est réalisé après le traitement de mise en solution, vise à développer une microstructure γ' en cubes de taille homogène et optimale vis-à-vis du comportement en fluage [17, 23], mais aussi régulièrement alignée suivant les directions élastiquement molles du cube. La plage de

température généralement privilégiée pour les traitements de 1er revenu s'étend environ entre 1 050°C et 1 150°C pour des temps d'exposition pouvant aller jusqu'à une vingtaine d'heures.

d. Traitement de 2ème revenu (ou traitement de vieillissement)

Réalisé à une température aux alentours de 850°C-870°C, le 2ème revenu a pour but d'approcher une fraction de 70% en volume de phase γ'. Ceci est obtenu par mûrissement des cubes de γ' formés lors du traitement précédent et / ou par coalescence des petits précipités qui se sont formés lors de la trempe à l'air qui achève le 1er revenu. La coalescence des précipités résultants de la trempe se fait soit par agglomération de cette fine précipitation soit au profit de l'absorption des petits précipités par les gros cuboides [17]. Le traitement de vieillissement dure généralement une vingtaine d'heures ; s'il est trop long, la coalescence entre les gros cuboïdes peut s'amorcer. Une nouvelle trempe à l'air conclut le 2ème revenu.

I.2. Le MCNG : caractérisation du matériau après les traitements thermiques

Le MCNG est un superalliage monocristallin à base de nickel de 4ème génération. Il a été développé à la fin des années 1990 par l'ONERA dans le but d'améliorer les propriétés à hautes températures par rapport à l'alliage monocristallin MC2 utilisé actuellement. Le MCNG a été développé sur la base de la composition chimique des superalliages base nickel de générations précédentes, dont il se distingue non seulement par la présence de 4% mas. de Re mais aussi de 4% mas. de Ru (Tableau I-2).

Ni	Cr	W	Mo	Re	Al	Ti	Ta	Ru	Hf	Si
Bal.	4	5	1	4	6	0.5	5	4	0.1	0.1

Tableau I-2: Composition chimique nominale du MCNG (%mas.)

La séquence de traitements thermiques standard préconisée pour MCNG après qu'il ait été coulé est la suivante :

- Mise en solution (MS) : 1 310°C-3h + augmentation de 3°C/h pendant 10h jusqu'à 1 340°C, puis maintien de 3h + RA

[RA = refroidissement à l'air]

- Traitement de 1er revenu (R1) : 1100°C-4h + RA
- Traitement de 2ème revenu (R2) : 870°C-16h + RA

I.2.1. Les lots de matière mis à disposition pour cette étude

Au cours de ce travail, il nous a été fourni par Turboméca des éprouvettes provenant de 3 lots de matière de MCNG. Ces trois lots diffèrent par la séquence de traitements thermiques qu'ils ont subie :

- Lot 1 : MS+R2+R1+R2 + usinage des éprouvettes
- Lot 2 : R1+R2+ usinage des éprouvettes +MS+R1+R2
- Lot 3 : MS+R1+R2+ + usinage des éprouvettes

Seul le Lot 3 présente la séquence de traitements thermiques standard.

En ce qui concerne le premier lot de matière, le fait qu'un traitement R2 précède les traitements R1+R2 est supposé n'avoir que peu d'influence sur la microstructure. En effet, le traitement R1, qui suit, devrait gommer le premier R2, attendu que le traitement R1 est réalisé à bien plus haute température.

En revanche, le traitement subi par le second lot d'éprouvettes est plus problématique. En effet, les observations au microscope électronique à balayage (MEB) d'une pastille prélevée en bout de filetage d'une éprouvette de ce lot ont révélé la présence de zones de microstructure en cubes désorientées les unes par rapport aux autres proche de la surface des éprouvettes (Figure I-4). Ces zones d'orientations différentes s'apparentent à des grains recristallisés, qui pourraient résulter de la déformation plastique subie lors de l'usinage avant le traitement de mise en solution (MS). En effet, pendant MS, les zones écrouies lors de l'usinage des éprouvettes ont pu recristalliser différemment. Ces grains recristallisés risquent *a priori* d'affaiblir le comportement en fluage du matériau. Le lot 2 de matière a donc été écarté de l'étude.

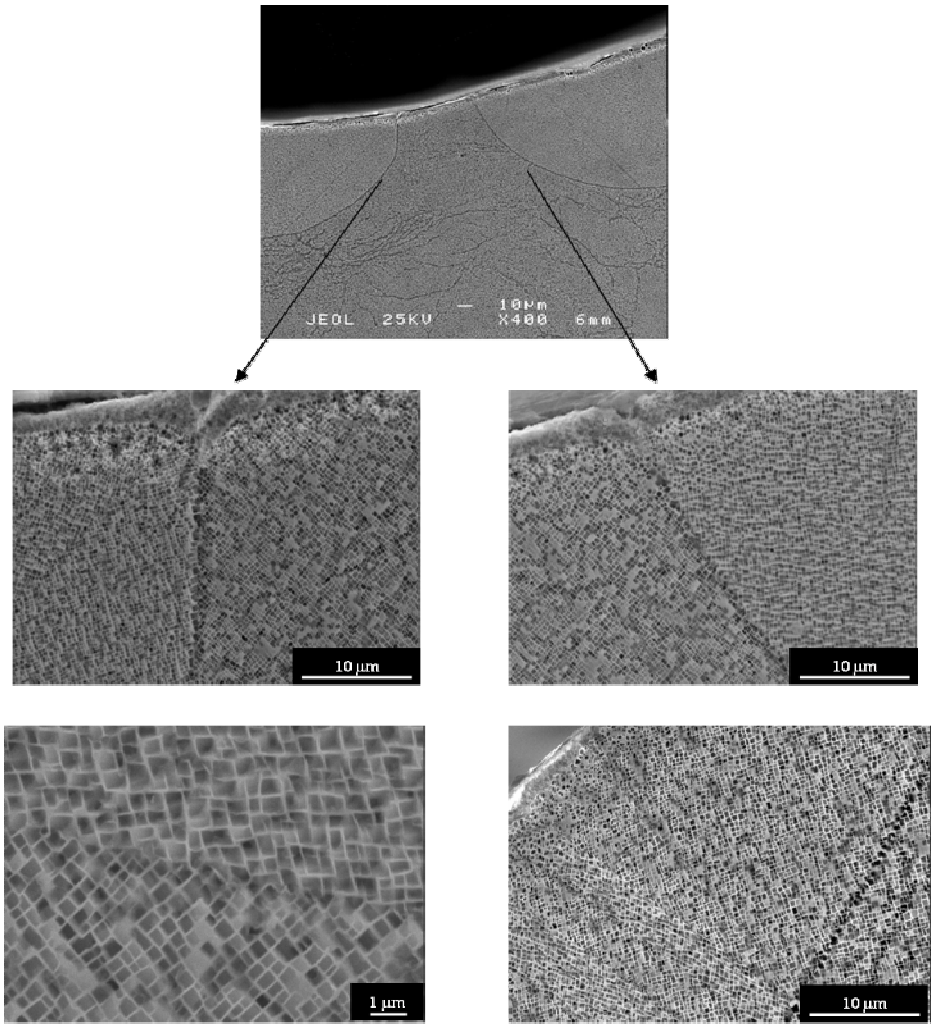


Figure I-4: Zones de microstructure désorientée dans les têtes d'éprouvettes du Lot 2

I.2.2. Structure dendritique

Malgré la séquence de traitements thermiques complète (MS+R1+R2) réalisée sur les lots 1 et 3, la structure dendritique dans MCNG reste toujours visible (Figure I-3). La distance entre les bras primaires de dendrites n'est pas constante au sein des échantillons. Les bras principaux de dendrites sont séparés de 150 à 350 µm. La largeur des bras primaires de dendrites s'échelonne, quant à elle, entre 70 et 100 µm.

Sous MEB en mode « électrons retrodiffusés », les éléments les plus lourds fournissent une plus grande intensité lumineuse. Le fait que l'on distingue assez nettement les bandes de dendrites plus claires par rapport aux interdendrites plus sombres sur les images de la Figure I-3 et de la Figure I-6 témoigne qu'il subsiste des hétérogénéités de composition chimique au sein du MCNG ayant subi la

séquence de traitements thermiques standards. Afin de s'assurer des disparités de compositions chimiques et de les quantifier, une étude de la répartition des éléments chimiques a été réalisée grâce à des analyses EDSX sous MEB.

La Figure I-5 présente le suivi des teneurs en éléments réfractaires Re, W et Ta le long de lignes de mesures EDSX que l'on a placées perpendiculairement à l'axe primaire de croissance des dendrites ou alignées suivant cet axe de croissance. Les premières de ces lignes interceptent tour à tour des Zones Dendritiques (ZD) et des Zones Interdendritiques (ZI) alors que les dernières suivent soit une dendrite soit une interdendrite. Les concentrations en Re et W sont maximales dans les dendrites alors que les concentrations en Ta y sont minimales. En revanche, les concentrations de ces éléments d'alliage varient beaucoup moins suivant l'axe longitudinal des dendrites ou des interdendrites.

Les résultats présentés à la Figure I-5 confirment bien que, malgré les traitements thermiques MS+R1+R2, des ségrégations chimiques persistent dans le MCNG de notre étude. Notons que de telles analyses ont également été pratiquées sur des échantillons préalablement flués à 1 050°C pendant plusieurs centaines d'heures et que les résultats obtenus montrent que les ségrégations chimiques dans la structure dendritique restent importantes malgré un temps d'exposition prolongé à haute température.

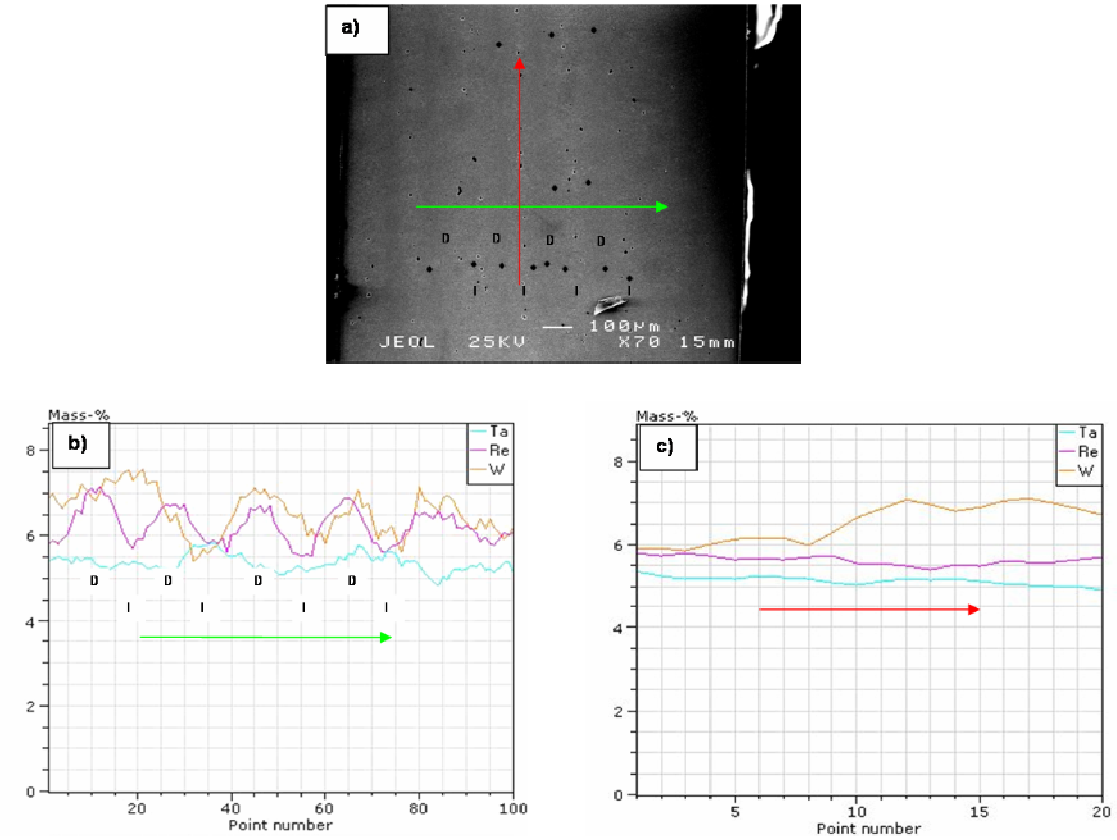
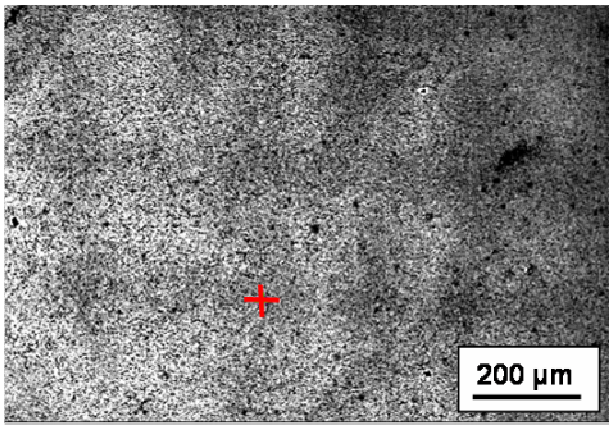


Figure I-5: Analyse EDSX de la structure dendritique
a) Section parallèle à l'axe <001>, repérage préalable des ZD et ZI par microindentation
b) Profils de concentration en Re, W et Ta perpendiculairement à l'axe primaire des ZD (% mas.)
c) Profils de concentration en Re, W et Ta le long d'une ZI (% mas.)

Par la suite, des mesures EDSX ponctuelles ont été réalisées dans différents cœurs de dendrites et dans les espaces interdendritiques adjacents. Pour chaque pointé, les concentrations massiques des différents éléments présents dans le MCNG ont été relevées (Figure I-6) et ont permis de quantifier la disparité de composition chimique dans la structure dendritique.



Elements	Concentration [wt.-%]
Nickel	74.51
Chromium	4.39
Molybdenum	0.65
Ruthenium	4.21
Tungsten	4.56
Rhenium	5.72
Tantalum	5.82
Aluminium	6
Titanium	0.5

Figure I-6 : Exemple de mesure EDSX ponctuelle dans une dendrite et composition chimique associée

Le Tableau I-3 ci-dessous présente les coefficients de partition entre les ZD et les ZI des différents éléments d'alliage du MCNG. Calculé à partir des mesures EDSX, ce coefficient est égal au rapport de la concentration en un élément dans une ZD sur la concentration en cet élément dans la ZI adjacente : $K=C_{ZD}/C_{ZI}$. Si K est supérieur à 1, il représente la propension d'un élément à ségréger dans les ZD ; s'il est inférieur à 1, l'élément ségrége dans les ZI. D'après le Tableau I-3, les éléments Al, Ti et Ta sont plutôt présents dans les interdendrites, alors que Cr, Mo, W, Ru et Re ségrégent dans les dendrites. Les valeurs du coefficient de partition K pour les différents éléments que nous avons pu déterminer à partir de nos mesures EDSX sont en accord avec les résultats obtenus dans [24] sur CMSX-4 avec une microsonde électronique (EPMA).

Al	Ti	Ta	Mo	Ru	Cr	W	Re
0.9	0.9	0.9	1.1	1.1	1.1	1.2	1.5

Tableau I-3: Coefficients de partition entre les ZD et les ZI ($K=C_{ZD}/C_{ZI}$)

Les températures et les temps des traitements thermiques préconisés pour MCNG ne parviennent donc pas totalement à homogénéiser la composition chimique au sein du matériau. Si l'objectif est presque atteint pour la majeure partie des éléments d'alliage, le Re est l'élément qui présente la plus grande disparité de répartition dans la structure dendritique (Tableau I-3). Les concentrations en Re les plus élevées sont clairement trouvées dans les dendrites. Les ZD présentent en moyenne 5,75 % en masse de Re alors que les ZI n'en contiennent en moyenne que 4 %. Le Re est vraisemblablement l'élément le plus ségrégé après les traitements thermiques car c'est l'élément d'alliage qui présente le coefficient de diffusion le plus faible [25].

I.2.3. Microstructure initiale

Après la séquence standard de traitements thermiques, la phase γ' se présente sous forme de cubes entourés par de fins couloirs de γ (Figure I-7). La microstructure de chaque lot de matière a été quantifiée par analyse d'image MEB, en terme de fraction surfacique de γ'et de distribution en taille des γ'. La morphologie des γ' et la régularité de la structure ont également été observées.

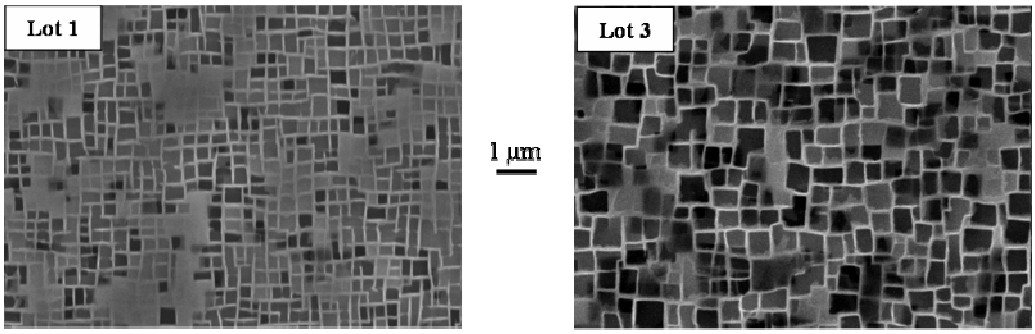


Figure I-7: Microstructure cubique initiale après les traitements thermiques standards dans les lots 1 et 3 (Images dans ZI)

a. Résultats en terme de fraction surfacique de γ'

Les quantifications de la phase γ' sont réalisées grâce au logiciel de traitement d'image Visilog®. Après un travail sur le contraste des images MEB, un seuillage est appliqué aux images pour les binariser. Les éventuelles fines particules de γ', précipitant lors du refroidissement du matériau à la température ambiante après les traitements thermiques sont éliminées par érosion car elles ne sont pas représentatives de la microstructure à haute température. Enfin, la fraction surfacique de phase γ' (Fsγ') est quantifiée. Dans un souci de représentativité des résultats, les quantifications sont moyennées sur 5 à 10 images. La dispersion de cette méthode de quantification est de l'ordre de +/- 3% [26].

Malgré les différences dans la séquence de traitement thermique, les trois lots de matière présentent une fraction surfacique de phase γ' similaire, proche de 76%. D'après [4], la fraction surfacique et la fraction volumique de phase γ' sont liées par la relation $fv_{\gamma'} = (fs_{\gamma'})^{(3/2)}$ lorsque les précipités sont en cubes. Pour chacun des lots de MCNG, la fraction volumique de précipités est donc voisine de 66%, une valeur conforme au taux volumique de 70% de γ' préconisé pour la bonne tenue mécanique à haute température des superalliages commerciaux.

Les résultats obtenus en terme de fraction surfacique de phase γ' sont une moyenne de la fraction de γ' sur la structure dendritique du MCNG. Malgré les différences de composition chimique entre les dendrites et les zones interdendritiques qui peuvent altérer les cinétiques de croissance de la phase γ',

aucune différence notable de fraction de phase γ' entre les dendrites et les espaces interdendritiques n'a pu être mesurée. Ce résultat est en accord avec ce qui a été obtenu pour des matériaux modèles de 3ème génération [22]. Mais il diffère des résultats obtenus sur le CMSX-4 [24], lequel présentait une fraction de phase γ' bien supérieure dans les zones interdendritiques du fait de la plus forte ségrégation en éléments γ'-gènes dans ces régions. Dans le cadre de notre étude, l'hypothèse sera donc faite que la fraction de phase γ' est la même dans les dendrites et dans les interdendrites, l'éventuelle variation entre les deux zones ne dépassant pas les 3% correspondant à la dispersion de la méthode de quantification.

Lot 1	Lot 2	Lot 3
$f_{s\,\gamma'} = 76.1$ %	$f_{s\,\gamma'} = 75{,}7$ %	$f_{s\,\gamma'} = 75.7$ %

Tableau I-4: Fractions surfaciques moyennes de γ' déterminés sur les divers lots de matière reçus

b. Résultats en terme de taille de précipités γ'

La taille des précipités de γ' est représentée par la valeur moyenne de la longueur d'arête des cubes. Les distributions statistiques présentées ci-dessous ont été obtenues en moyennant les longueurs de deux arêtes consécutives d'une centaine de cubes de γ' par lot de matière. Les distributions gaussiennes employées pour décrire la répartition des tailles de cubes fournissent à la fois une taille moyenne de cubes ainsi que l'écart type entre les différentes tailles de cubes mesurées dans l'échantillon.

Les mesures des arêtes de cubes ont été réalisées dans des dendrites et dans des espaces interdendritiques. La superposition des gaussiennes de répartition de la taille des cubes de chaque lot de matière (Figure I-8) aide à comparer l'état microstructural initial entre chaque lot ainsi qu'entre les dendrites et les espaces interdendritiques : on constate très clairement que la taille moyenne des précipités est plus importante dans le lot de matière n°3.

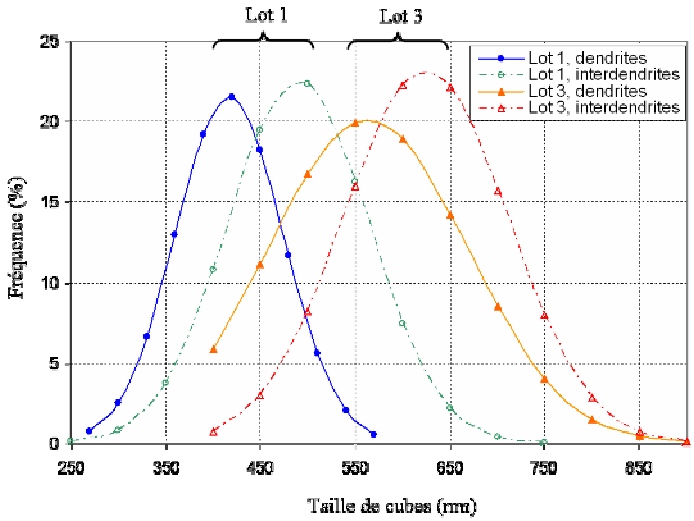


Figure I-8: Tailles des précipités cubiques dans les lots de matière 1 et 3

Quel que soit le lot de matière, les cubes de γ' sont toujours plus gros dans les espaces interdendritiques que dans les dendrites. La microstructure plus fine résulte de la vitesse de croissance plus rapide de la microstructure dans les dendrites qui solidifient en premier [19]. La distribution de la taille des γ' dépend donc de l'homogénéité chimique du matériau puisque la composition locale détermine les cinétiques de précipitation : la taille des γ' augmente depuis les dendrites vers les interdendrites car les éléments réfractaires, tels que Re, se concentrent dans les dendrites et diminuent la croissance des γ' [27]. De telles observations ont également étaient faites par Link et al. [28] dans le SRR-99 et Pyczak et al. dans les alliages IN792DS-Re, IN792DS-ReRu et IN792DS-ReIr [29].

Pour le lot de matière n° 1, la taille moyenne de l'arête des cubes de γ' dans les dendrites est de 417 ± 51 nm et de 490 ± 74 nm dans les espaces interdendritiques. Pour le lot n°3, la taille moyenne des précipités de γ' est évaluée à 560 ± 99 nm dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques les cubes γ' mesurent en moyenne 620 ± 84 nm. Malgré la nette supériorité de taille moyenne des précipités dans les zones interdendritiques par rapport aux zones dendritiques, les quantifications révèlent tout de même une dispersion importante de taille entre les précipités d'un même échantillon (dans les ZI ou les ZD). Les écarts-types importants que l'on constate témoignent de cette dispersion. Cette inhomogénéité de la taille des cubes de γ' se traduit par une microstructure dans laquelle les précipités de γ' ne sont pas rigoureusement alignés suivant les directions <001>, comme on peut l'observer à la Figure I-7. De ce fait, la microstructure initiale du MCNG après les traitements thermiques est très irrégulière (Figure I-7) et contraste avec les microstructures qui peuvent être observées dans des superalliages de génération précédente comme MC2 par exemple (Figure I-9).

Enfin, la largeur moyenne des couloirs de γ a été estimée à partir des tailles moyennes initiales des cubes et de la fraction de phase γ'. On trouve des couloirs de γ légèrement plus fins dans les dendrites que dans les interdendrites (60 nm dans les dendrites et 70 nm dans les interdendrites pour le MCNG du lot 1 et 80 nm dans les dendrites et 90 nm dans les interdendrites pour le MCNG du lot 3).

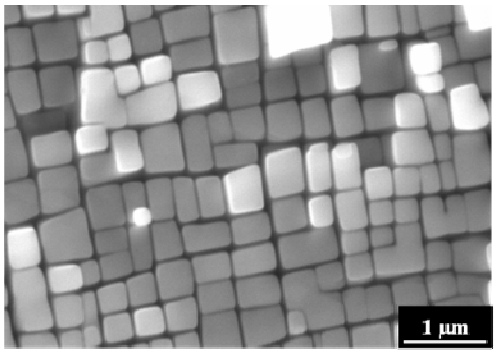


Figure I-9: Microstructure cubique initiale dans MC2 après MS [30]

I.3. Conclusions

Le MCNG est un alliage de 4ème génération qui se caractérise par sa teneur élevée en éléments réfractaires, dont Re et Ru.

Suite à la séquence de traitements thermiques standards, il persiste dans le MCNG des microségrégations chimiques entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques. En particulier, l'élément Re est l'élément qui présente la plus grande disparité de concentration ; il se concentre préférentiellement dans les zones dendritiques.

Au sortir des traitements thermiques standards, la microstructure du MCNG est constituée d'environ 70% en volume de cubes de précipités γ'. Cette microstructure γ/γ' est caractérisée par une dispersion importante des tailles de précipités qui produit un alignement assez irrégulier des cubes de γ'. Par ailleurs, les ségrégations chimiques produisent une précipitation γ' en moyenne plus petite dans les dendrites que dans les interdendrites de par leur effet sur la cinétique de solidification.

Un tel degré de ségrégation chimique comme celui observé après les traitements thermiques standards dans le MCNG n'est pas chose courante, en tout cas dans les superalliages de générations antérieures (AM1, AM3, MC2) pour lesquels les traitements d'homogénéisation sont très efficaces. Il est donc important d'évaluer les effets que pourraient engendrer les disparités de composition chimique sur la tenue mécanique du MCNG. Dans ce chapitre, des effets ont déjà été identifiés sur la taille de précipitation de la phase renforçante. On doit également s'interroger sur les effets des ségrégations chimiques sur les autres propriétés physiques ou mécaniques du matériau qui peuvent conditionner son comportement et sa durée de vie à haute température. Ainsi, dans le cadre de la problématique du fluage à haute ou très haute température, il sera nécessaire d'identifier les éventuelles répercussions des hétérogénéités dendrites/interdendrites sur le comportement du MCNG. Dans la suite de l'étude, une attention particulière sera donc systématiquement portée à l'observation des phénomènes de déformation et de vieillissement à la fois dans les zones dendritiques et les zones interdendritiques.

Bibliographie du Chapitre I

1. Dryepondt, S., *Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliage monocristallin MC2: effets de l'oxydation et de l'application d'un revêtement MCrAlY.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique, ENSIACET-CIRIMAT, Toulouse, 2004.
2. Fuchs, G.E., *Solution heat treatment response of a third generation single crystal Ni-base superalloy.* Materials Science and Engineering, 2001. A300: p. 52-60.
3. Nathal, M.V. and L.J. Ebert, *The influence of cobalt, tantalum, and tungsten on the microstructure of single crystal nickel-base superalloys.* Metallurgical Transactions A, 1985. 16A: p. 1849.
4. Diologent, F., *Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002.
5. Murakumo, T., et al., *Creep behaviour of Ni base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction.* Acta Materialia, 2004. 52: p. 3737-3744.
6. Mackay, R.A., M.V. Nathal, and D.D. Pearson, *Influence of molybdenum on the creep properties of nickel-base superalloy single crystals.* Metallurgical Transactions A, 1990. 21A: p. 381.
7. Nathal, M.V. and L.J. Ebert, *The influence of cobalt, tantalum, and tungsten on the elevated temperature mechanical properties of single crystal nickel base superalloys.* Met. Trans A, 1985. 16A: p. 1863.
8. Harada, H., *Superalloys: Evolution and revolution for the future.* TMS 2009, 138th Annual Meeting and Exhibition, 2009.
9. Acharya, M.V. and G.E. Fuchs, *The effect of stress on the microstructural stability of CMSX-10 single crystal Ni-base superalloys.* Scripta Materialia, 2006. 54: p. 61-64.
10. Pessah-Simonetti, M., *Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 1994.
11. Acharya, M.V. and G.E. Fuchs, *The effect of long-term thermal exposures on the microstructure and properties of CMSX-10 single crystal Ni-base superalloys.* Materials Science and Engineering, 2004. A381: p. 143-153.
12. OHara, K.S., et al., *US Patent, No. 5.482.789.* 1996.
13. Caron, P., *High γ' solvus new generation Ni based superalloys for single crystal turbine blade applications.* Superalloys 2000, ed. par T.M. Pollock et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2000: p. 737-746.
14. Sato, A., et al., *The effects of Ru on the phase stability of fourth generation Ni-base single crystal superalloys.* Scripta Materialia, 2006. 54: p. 1679-1684.
15. Carroll, L.J., et al., *Elemental partitioning in Ru-containing nickel-base single crystal superalloys.* Materials Science and Engineering, 2007. A457: p. 292-299.
16. Neumeier, S., F. Pyczak, and M. Goken, *The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the γand γ' phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behavior.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 109-119.
17. Fredholm, A., *Monocristaux d'alliages base nickel: relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1987.
18. Rowland, L.J., L. Feng, and T.M. Pollock, *Microstructural stability and creep of Ru-containing nickel-base superalloys.* Superalloys 2004, ed. par K.A. Green et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2004: p. 697-706.
19. Wilson, B.C., E.R. Cutler, and G.E. Fuchs, *Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10.* Materials Science and Engineering, 2008. A479: p. 356-364.
20. Khan, T. and P. Caron, *Effect of processing conditions and heat treatments on mechanical properties of single-crystal superalloy CMSX-2.* Mater. Sc. Tec., 1986. 2: p. 486-492.

21. Fuchs, G.E., *Improvement of creep strength of a third generation, single crystal Ni-base superalloy by solution heat treatment.* Journal of Materials Engineering and Performance, 2002. 11(1).
22. Fuchs, G.E. and B.A. Boutwell, *Modeling of the partitioning and phase transformation temperatures of an as-cast third generation single crystal Ni-base superalloy.* Materials Science and Engineering, 2002. A333(2002): p. 72-79.
23. Caron, P. and T. Khan, *Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment.* Materials Science and Engineering, 1983. 61: p. 173-184.
24. Reed, R.C., D.C. Cox, and C.M.F. Rae, *Kinetics of rafting in a single crystal superalloy: effects of residual microsegregation.* Materials Science and Technology, 2007. 23(8): p. 893-902.
25. Karunaratne, M.S.A., P. Carter, and R.C. Reed, *Interdiffusion in the face-centred cubic phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W systems between 900 and 1300°C.* Materials Science and Engineering, 2001. A281: p. 229-233.
26. Cormier, J., X. Milhet, and J. Mendez, *Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy.* Journal of Material Science, 2007. 42: p. 7780-7786.
27. Hazotte, A. and J. Lacaze, *Chemically oriented γ' plate development in a nickel base superalloy.* Scripta metallurgica, 1989. 23: p. 1877-1882.
28. Link, T., et al., *Increase of misfit during creep of superalloys and its correlation with deformation.* Acta Materialia, 2000. 48: p. 1981-1994.
29. Pyczak, F., et al., *The influence of different elements on the developement of the γ/γ' microstucture of Ni-base superalloys during high-temperature annealing and deformation.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 3879-3891.
30. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.

Chapitre II

Evaluation du misfit et de la dureté dans la structure dendritique du MCNG

II.1. Estimation du désaccord paramétrique de maille (ou misfit) 29

II.1.1. Quelques aspects du misfit abordés dans la littérature 30
a. Techniques de mesure du misfit 30
b. Influence du misfit sur la microstructure γ/γ' 32
c. Evolution du misfit avec la température 34
d. Effet de la composition chimique sur la valeur du misfit 36
e. Conclusions 39

II.1.2. Evaluation du misfit entre γ et γ' dans le MCNG 39
a. Estimation du misfit moyen par diffraction RX 40
b. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à partir des dislocations d'interfaces 44
c. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à l'aide de la composition chimique 47
d. Confrontations des différentes méthodes d'estimation du misfit dans le MCNG 49
e. Conclusions 51

II.2. Caractérisation locale de la dureté dans la structure dendritique par nano-indentation 52

II.2.1. La nano-indentation [59, 60] 53

II.2.2. Préparation de surface 54

II.2.3. Caractéristiques du réseau d'indentations 55

II.2.4. Cartographie de dureté du réseau d'indentations 56
a. Etude statistique des mesures de dureté 56
b. Cartographie de dureté par interpolation bicubique 57

II.2.5. Cartographie chimique du réseau d'indentations 59

II.2.6. Confrontation des cartographies chimique et de dureté du réseau d'indentations 60

II.2.7. Observations AFM des empreintes d'indentation 61

a. Remarques sur la plasticité autour des empreintes d'indentation 61
b. Quantification de la microstructure à partir des images AFM 64

II.2.8. Discussion 65

II.2.9. Conclusion 68

II.3. Synthèse 69

Bibliographie du Chapitre II 70

Ce second chapitre complète la caractérisation du MCNG. Avant d'aborder l'étude du fluage (Chapitres IV et V) qui constitue le cœur de ce travail, nous nous sommes intéressés aux variations de propriétés physiques ou mécaniques que pouvaient engendrer les ségrégations chimiques résiduelles mises en évidence dans la structure dendritique au Chapitre I. Cela requiert de sonder indépendamment les zones dendritiques et interdendritiques du matériau, ce que peu de techniques permettent. Dans ce contexte, deux grandeurs, l'écart paramétrique et la dureté, ont été retenues afin de caractériser chacune des zones de solidification du MCNG.

Ce chapitre s'attache donc à évaluer le niveau de désaccord paramétrique de maille et la dureté dans la structure dendritique. Les variations du désaccord paramétrique entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques ont été évaluées à différentes températures grâce à l'étude des dislocations d'interface et à l'utilisation de la loi de Végard. La détermination de l'écart paramétrique sera très utile pour la suite de l'étude car c'est un paramètre de tout premier ordre qui joue un rôle important dans le comportement des superalliages, notamment en fluage. L'évaluation de la dureté à travers la structure dendritique a été réalisée grâce à la nano-indentation et a permis une première mise en évidence de l'influence des ségrégations chimiques sur les propriétés mécaniques au sein du MCNG.

II.1. Estimation du désaccord paramétrique de maille (ou misfit)

Les petites différences de structure cristalline entre les deux phases γ et γ' se traduisent par un écart paramétrique de maille (ou misfit), noté δ. Du fait de la cohérence entre les précipités de γ' et la matrice γ, δ est à l'origine de contraintes internes élastiques appelées contraintes de misfit. L'écart paramétrique est défini comme la différence relative de paramètre cristallin entre la phase γ' ($a_{\gamma'}$) et la phase γ (a_{γ}) (Eq. II-1).

$$\delta = \frac{(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{0.5 \times (a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \qquad \textbf{Eq. II-1}$$

La différence entre le paramètre de maille de la phase γ et celui de la phase γ' est relativement faible, donc l'amplitude du misfit dans les superalliages est peu élevée, de l'ordre de 10^{-3}. La mesure d'écart paramétrique requiert donc des techniques fines. Néanmoins, malgré la faible amplitude du misfit dans les superalliages, l'influence de ce dernier sur le comportement mécanique des superalliages est indéniable et a fait l'objet de nombreuses études.

II.1.1. Quelques aspects du misfit abordés dans la littérature

a. Techniques de mesure du misfit

D'abord uniquement mesurée à la température ambiante, la valeur du misfit à haute température était ensuite extrapolée. La progression des techniques a permis la mesure du misfit en température jusqu'au-delà de 1 200°C. Le misfit a également pu être évalué sous sollicitation mécanique ou encore de manière très locale dans les cœurs de dendrites et les espaces interdendritiques.

i) Franges δ

Les déformations induites par la cohérence entre un précipité de γ' et la matrice γ peuvent donner lieu, lors de l'examen de lames minces sous MET, à l'observation de franges δ de contraste différent. Si des données quantitatives sur la valeur du misfit sont difficiles à obtenir par le biais de cette technique, le caractère sombre ou brillant des franges extrêmes permet toutefois de déterminer le signe de l'écart paramétrique [1, 2].

ii) Diffraction des rayons X

La méthode de diffraction des rayons X (RX) est l'une des premières techniques qui a permis la mesure du misfit en température [3]. Elle donne accès au paramètre cristallin de chaque phase avec une très bonne précision, le misfit étant ensuite obtenu en appliquant la relation Eq. II-1. Généralement, les données recueillies sont relativement « macroscopiques » dans le sens où elles sont représentatives de la valeur moyenne des paramètres de maille dans le volume du matériau. Toutefois, dans les études plus récentes, les progrès techniques en diffraction des rayons X ont permis de différencier le misfit dans les régions dendritiques et les espaces interdendritiques [4, 5].

L'utilisation d'une chambre maintenue sous vide, en limitant l'oxydation, permet des mesures en température jusque vers 1 000°C. Malgré tout, une légère couche d'oxyde apparaît sur le matériau, et la faible profondeur de pénétration des RX ne permet pas d'obtenir la valeur des paramètres de maille à des températures dépassant 1 000°C.

Dans un premier temps, les déterminations par diffraction RX des paramètres de maille des phases γ et γ' ont été réalisées sur les phases extraites [6, 7]. Toutefois, la mesure directe in situ des paramètres de maille des monocristaux présente de nombreux avantages [8] : (a) plus forte intensité des pics aux grands angles, (b) mesure simultanée des paramètres de maille des deux phases, (c) détermination directe du signe du misfit à partir des pics de surstructure, (d) détermination des paramètres de maille sur

des étendues plus grandes qu'avec les techniques faisant appel à la microscopie en transmission (e) mesure directe à haute température.

Malgré cela, la faible différence de paramètre de maille entre la phase γ et γ' fournit des pics de diffraction très proches qui se superposent. Il peut alors s'avérer difficile de déterminer les paramètres de maille de γ et γ' sur le même diffractogramme RX car il est impossible de séparer les pics de diffraction de chaque phase [6-8]. L'une des techniques suggérées est de déterminer l'écart paramétrique non contraint in situ du superalliage qui est obtenu après un vieillissement en température (quelques centaines d'heures à 1 000°C). Après un tel vieillissement, les interfaces γ/γ' deviennent semi-cohérentes et les pics de diffraction γ et γ' se séparent ; le misfit peut alors être déterminé [6-8]. Il a été montré que le misfit des structures semi-cohérentes était plus élevé que le misfit des échantillons initialement cohérents. La valeur du misfit contraint vaudrait alors 2/3 de celle du misfit non contraint [7-9]. Dans ces conditions, il est intéressant de pouvoir déterminer le misfit in situ d'un superalliage sans avoir à appliquer un traitement de vieillissement.

Lors des études plus récentes du misfit dans les superalliages, l'amélioration des techniques de dépouillement a permis de déconvoluer les pics des phases γ et γ' directement à partir du diffractogramme résultant de la superposition des pics des deux phases aux faibles températures. Grâce à cela les expérimentateurs ont pu s'affranchir de l'étape de vieillissement visant à perdre la cohérence entre les phases et ont pu obtenir la valeur du misfit contraint [9].

iii) RX de hautes énergies

La diffraction des RX de hautes énergies issus du rayonnement synchrotron permet de déterminer avec une très grande précision l'écart paramétrique en fonction de la température [10]. Des études ont également été menées sur la détermination du misfit au cours du fluage à haute température [11, 12]. Par rapport à la diffraction RX « simple » présentée précédemment, l'intensité du rayonnement synchrotron est bien plus énergétique et permet d'obtenir des mesures à cœur du matériau. Cette très grande profondeur de pénétration du rayonnement permet de s'affranchir totalement des effets d'oxydation de surface et d'obtenir une mesure du misfit jusqu'à très haute température (jusqu'à plus de 1 200°C).

iv) Diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED)

La technique de diffraction des électrons en faisceau convergent permet de déterminer le désaccord paramétrique de maille après interprétation des lignes de différents ordres des zones de Laue [2, 9]. A condition d'exploiter de manière correcte les données recueillies à partir des zones de Laue, cette technique donne des résultats comparables à ceux obtenus par diffraction des RX [2, 9]. La technique CBED présente une très bonne résolution latérale qui a permis de détecter les variations de misfit dans la structure dendritique en permettant d'estimer les paramètres de maille de chaque phase dans les dendrites et les espaces interdendritiques [13, 14]. Toutefois, la technique CBED, qui fait appel à la microscopie électronique en transmission (MET), fournit des mesures très locales qui peuvent donner lieu à des dispersions résultant des variations de composition chimique [2, 9]. Enfin, cette technique est essentiellement limitée à des mesures à la température ambiante, car l'augmentation de la diffusion thermique rend rapidement difficile l'observation des lignes des zones de Laue.

v) Dislocations d'interfaces

Lors de recuit de quelques centaines d'heures à une température suffisamment élevée (supérieure à 1 000°C), les contraintes de cohérence dans les superalliages sont relaxées. La coalescence et le grossissement des précipités de γ' s'accompagne alors de la formation de réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ'. Une trempe du matériau depuis la température de recuit fige la microstructure développée à cette température. L'espacement entre deux dislocations du réseau d'interface (d) est relié à la valeur de l'écart paramétrique (δ) par la formule de Brooks $\delta = \frac{|\vec{b}|}{d}$, où $\vec{b}$ est le vecteur de Burgers des dislocations ($|\vec{b}|$ ~0,254 nm).

La technique des dislocations d'interface est une technique simple qui permet d'accéder aux valeurs du misfit au-delà de 1 000°C. Cette technique complète donc bien la mesure du misfit par diffraction des RX et est moins lourde à mettre en œuvre que la technique des RX de hautes énergies. En revanche, les dislocations d'interfaces, généralement observées en MET, fournissent des informations très locales.

b. Influence du misfit sur la microstructure γ/γ'

Malgré une faible amplitude (~ 10^{-3}), le misfit joue un rôle essentiel sur la microstructure γ/γ' initiale et sur son évolution, que le matériau soit sous contrainte ou libre de toute sollicitation extérieure.

L'amplitude de misfit traduit le niveau de cohérence entre la phase γ et la phase γ', elle est donc représentative du niveau de contrainte interne dans le matériau. La morphologie des précipités γ' et leur

distribution peuvent être reliées à l'amplitude du δ de l'alliage. Une valeur de misfit élevée favorise une microstructure γ/γ' cohérente qui présente des précipités de γ' cubiques alors que dans les alliages de misfit faible (voire nul), les particules de phase γ' sont initialement présentes sous formes de sphéroïdes [15-21]. Un plus grand misfit contribue également à une plus grande régularité de la microstructure en développant des précipités de taille plus homogène et mieux alignés [6, 21, 22].

Les effets du misfit sur l'évolution de la microstructure γ/γ' ont été observés à de nombreuses reprises. Quelques résultats de ces observations sont présentés dans les lignes qui suivent.

En l'absence de contrainte extérieure appliquée, les précipités γ' peuvent tout de même coalescer lors de maintiens longs à haute température [21, 23, 24]. La coalescence peut se faire suivant les trois directions de la maille cristallographique sans que l'une d'elles ne soit privilégiée. Cette coalescence ne semble intervenir que lorsque le niveau de misfit est suffisamment élevé [23] et résulte de la relaxation des contraintes de misfit qui intervient lors du maintien [21].

Concernant le phénomène de mise en radeaux sous chargement mécanique, caractéristique des sollicitations de fluage, le misfit intervient sur plusieurs aspects de l'évolution des précipités de γ' isolés vers la structure coalescée en radeaux. A. Fredholm [2] considère d'ailleurs « le rôle de δ comme paramètre critique du mode de coalescence orientée ».

Tout d'abord, le signe du misfit intervient sur le mode de coalescence des précipités [2, 25]. La coalescence de type N conduit à la formation de plaquettes de γ' normales à la contrainte alors que celle de type P correspond au développement de bâtonnets de γ' parallèles à la contrainte appliquée [26-28]. L'inversion du sens de la contrainte produit pour un alliage de type N des morphologies de microstructures comparables à celle que connaît un alliage de type P sollicité en tension, et vice versa. La rigueur expérimentale des travaux de thèse de A. Fredholm [2] a permis de compléter les travaux de A. Pineau [29] et d'établir avec certitude la relation entre le type de coalescence (N ou P) et le signe du misfit. En traction (respectivement en compression), un superalliage avec un misfit négatif à la température d'essai considérée coalescera suivant le mode de type N (respectivement P). Au contraire, un alliage avec un misfit positif, à la température à laquelle se produit la coalescence, présentera une mise en radeaux de type P (respectivement N). L'écart paramétrique est considéré comme une des forces motrices qui influence la croissance directionnelle [29].

Par ailleurs, l'amplitude de misfit influence la vitesse de mise en radeaux dans les superalliages. A. Fredholm [2] a étudié le comportement en fluage à 1 050°C sous 140 MPa de deux alliages très proches en composition chimique, mais présentant des valeurs de misfit différentes (- 0,1 % et - 0,23 %). Il a ainsi montré que la mise en radeaux se faisait plus rapidement pour l'alliage présentant l'amplitude de

misfit la plus élevée. Les travaux de Nathal et al. [7] sur trois alliages de misfit différents ont également montré que les plus importantes valeurs de misfit conduisaient aux cinétiques de mise en radeaux les plus élevées en fluage à 982°C et 234 MPa. Pour Pyczak et al. [20], et Volek et al. [30], le misfit est un paramètre important qui contrôle la microstructure γ/γ' et particulièrement sa stabilité à haute température ; le misfit joue sur les contraintes de cohérence qui agissent comme force motrice dans la mise en radeaux de la phase γ' à haute température. En s'appuyant sur leur étude des alliages IN792DS-Re, IN792DS-ReRu et IN792DS-ReIr en fluage à 950°C / 270 MPa, ces auteurs attribuent la cinétique de mise en radeaux plus élevée dans les zones dendritiques à l'amplitude de misfit plus grande dans ces régions que dans les zones interdendritiques. Enfin, un misfit plus élevé dans les bras primaires que dans les bras secondaires de dendrites est également l'argument retenu par Epishin et al. [31] pour expliquer la mise en radeaux plus précoce dans les bras primaires de dendrites du SRR-99 lors du fluage à 980°C / 200 MPa.

Parmi toutes les études qui ont porté sur l'écart paramétrique dans les superalliages, certaines évoquent de possibles effets sur la résistance au fluage et les durées de vie en fluage. A. Fredholm [2] souligne le fait que l'alliage avec l'amplitude de misfit la plus grande est le plus résistant au fluage à 1 050°C. Pour Khan et Caron [6], ainsi que pour Nathal et al. [22, 23], une amplitude de misfit plus élevée, en produisant une microstructure initiale plus cubique et plus régulièrement alignée, conduit au développement d'une microstructure en radeaux plus régulière. Cette microstructure lamellaire régulière est favorable à une résistance significativement accrue en fluage. En effet, pour Nathal et al. [7, 22, 23] ce type de microstructure est moins enclin à l'épaississement de la phase γ', qui est relié au déclenchement du stade tertiaire du fluage. De plus, pour ce dernier auteur, l'influence majeure du misfit sur le comportement en fluage se fait surtout sentir par son effet sur la résistance des interfaces γ/γ'. En effet, un misfit plus élevé forme un réseau de dislocations plus fin qui produit une barrière plus efficace vis-à-vis des dislocations mobiles et favorise la résistance au fluage lors du stade tertiaire. C'est également l'argumentation développée par Zhang et al. [32-34] dans leurs travaux sur les différentes générations des alliages TMS.

c. Evolution du misfit avec la température

Grose et Ansell [3] ont été les premiers à étudier l'influence de la température sur l'écart paramétrique. Leur étude portait sur des alliages dont la fraction volumique de γ' n'excédait pas 30%. Par la suite, des études ont porté sur différents superalliages commerciaux ou expérimentaux dont les fractions de phase γ' étaient élevées et proches de la valeur conventionnelle de 70% [2, 7, 35, 36]. Le misfit d'un superalliage peut être négatif ou positif, mais toutes ces études ont mis en évidence une

décroissance algébrique de δ avec l'augmentation de température. En règle générale, l'écart paramétrique des superalliages commerciaux est toujours négatif. L'amplitude de cet écart paramétrique augmente donc en valeur absolue avec la température, ce qui dénote une augmentation des contraintes internes dans le matériau. De manière plus détaillée, la décroissance de l'écart paramétrique (ou augmentation en valeur absolue) avec la température suit la tendance suivante : l'écart paramétrique reste constant ou diminue légèrement de la température ambiante jusque vers 600-800°C puis son amplitude augmente nettement (en valeur absolue) pour les températures supérieures (Figure II-1).

Deux raisons sont invoquées pour expliquer la décroissance de l'écart paramétrique avec la température [2, 7, 35]. Tout d'abord, de la température ambiante jusque vers 900°C, la légère décroissance du misfit est reliée à la différence de coefficient de dilatation thermique entre les deux phases. En effet, le coefficient de dilatation de la phase γ étant plus élevé que celui de la phase γ', la différence ($a_{\gamma'} - a_{\gamma}$), qui intervient dans l'équation de l'écart paramétrique (Eq. II-1), devient de plus en plus négative avec l'augmentation de la température. Il est également fait part dans la littérature des effets de composition chimique sur les coefficients de dilatation [2]. Les hypothèses formulées stipulent que les additions de Mo et W diminuent le coefficient de dilatation de la phase γ, et celles de Ti et Ta réduisent le coefficient de dilatation de la phase γ'. Toutefois, il est probable que les différents constituants d'une phase interagissent et que la contribution d'un élément dont les atomes voisins sont d'une autre espèce diffère de celle correspondant à l'élément à l'état pur. Il est donc difficile de déterminer avec certitude l'effet des éléments d'addition.

L'autre phénomène susceptible de modifier la valeur de δ intervient lorsque les températures supérieures à 950°C sont atteintes et que la phase γ' commence à se dissoudre. Lorsque la fraction de phase γ' varie, la composition des deux phases varie également. Pour les températures supérieures à 950°C, F. Diologent [35] a constaté une corrélation importante entre l'écart paramétrique et la fraction volumique de la phase γ' (Figure II-1). L'augmentation en valeur absolue de l'écart paramétrique peut être due à une augmentation de a_{γ} et / ou à une diminution de $a_{\gamma'}$. La composition de la phase γ' évolue très peu lors de la dissolution. Il est considéré que le paramètre de maille de celle-ci n'est sensible qu'à l'agitation thermique (dilatation thermique). Par contre, lors de la dissolution, les éléments γ'-gènes mis en solution vont contribuer à augmenter le paramètre de maille de γ (l'influence des éléments γ-gènes, très peu présents dans γ', est peu importante). Au delà de 950°C, la variation du misfit est donc principalement liée à la remise en solution dans γ d'éléments γ'-gènes et non plus à la différence de coefficient de dilatation thermique [2, 35].

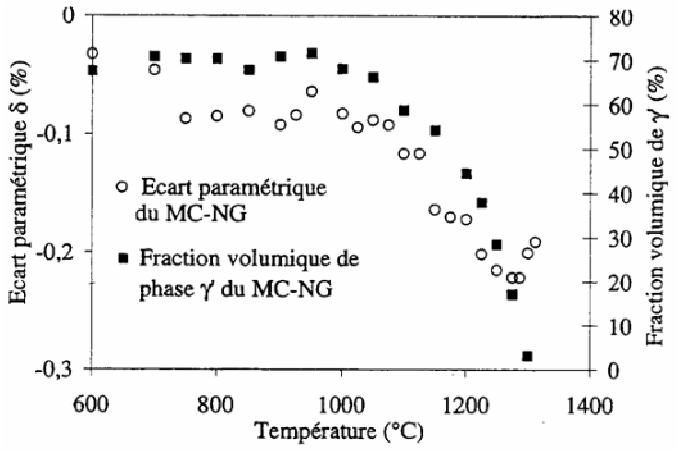


Figure II-1: Corrélation entre l'évolution de la fraction volumique de phase γ' et l'écart paramétrique du MCNG [35]

d. Effet de la composition chimique sur la valeur du misfit

D'après l'Eq. II.1, l'écart paramétrique (δ) se trouve modifié lorsque les paramètres de maille de la phase γ (a_γ) ou/et de la phase γ' ($a_{\gamma'}$) sont modifiés. La chimie de l'alliage va pouvoir directement influencer ces deux paramètres. L'influence d'un élément sur le misfit va dépendre de sa partition entre la phase γ et la phase γ' ($k_{\gamma/\gamma'}$), mais également, de son influence sur le paramètre de maille au travers de la valeur de son coefficient de Végard ($\frac{da}{dc}$). En effet, les éléments qui accroissent le paramètre de maille (fort coefficient de Végard), mais qui se répartissent à parts égales entre γ et γ' ($k_{\gamma/\gamma'}$~1), augmenteront le paramètre de maille moyen de l'alliage mais n'influenceront pas l'écart paramétrique. Par ailleurs, si un élément ségrège préférentiellement dans une phase mais possède un coefficient de Végard trop faible il n'aura que peu d'effet sur le misfit.

La Figure II-2 présente les coefficients de Végard des différents éléments d'alliage dans Ni et Ni_3Al. Parmi ces éléments, W, Mo et Re sont des éléments γ-gènes qui possèdent un coefficient de Végard élevé ; ils augmentent donc fortement a_γ. Ti et Ta sont des éléments γ'-gènes qui ont également un coefficient de Végard élevé. Ils vont donc augmenter de façon significative $a_{\gamma'}$, mais n'auront qu'une faible influence sur a_γ. Les coefficients de Végard de Co, Cr et Al confèrent à ces éléments une faible influence sur a_γ et aucune sur $a_{\gamma'}$. Le Ru est un élément γ-gène qui va grossir le paramètre de maille de la phase γ, mais il va également contribuer à un léger accroissement de $a_{\gamma'}$. En effet, la tendance du Ru à enrichir la phase γ n'est pas aussi prononcée que celle du Re, d'autant plus que Ru peut avoir tendance à inverser la partition du Re entre γ et γ' [15, 16, 37]. Cet effet diminue légèrement la quantité de Re dans la matrice et l'accroît dans la phase γ' avec les effets que l'on connaît sur les paramètres de maille.

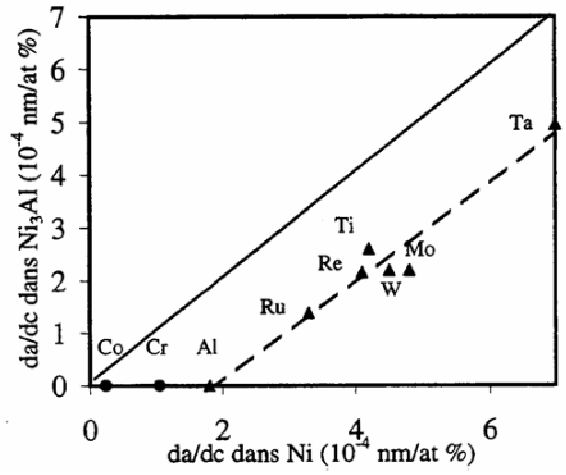


Figure II-2: coefficients de Végard des éléments des superalliages dans Ni et Ni_3Al [38-40]

Comme nous l'avons présenté au chapitre I, les concentrations en éléments réfractaires (Mo, Ta, W et Re) n'ont cessé d'augmenter lors du développement des générations successives de superalliages. L'amplitude du désaccord paramétrique de maille s'est donc accrue au fil du développement des derniers superalliages. Par exemple, les travaux de Brückner et al. [4, 5], mais aussi Feller-Kniepmeier et al. [13, 41], ont porté sur les superalliages SC-16, SRR-99 et CMSX-4 pour lesquels la somme (Mo+Ta+W+Re) ne fait qu'augmenter, valant respectivement 2.81, 3.97 et 5.63 at.%. Les mesures de misfit qui ont porté sur ces alliages ont révélé une décroissance du misfit minimum mesuré, depuis le SC-16 jusqu'au CMSX-4 (δ_{max}= 0.7, -0.18, -0.38, % respectivement) [4, 13].

Si les éléments réfractaires ont pour effet d'augmenter le misfit moyen des superalliages, ils jouent également sur l'homogénéité de la valeur du misfit au sein même du matériau. En effet, du fait de la faible diffusivité des éléments réfractaires, la répartition de ces éléments n'est pas homogène dans la structure dendritique des superalliages récents (Cf. Chapitre I). Dès lors, il est très souvent observé une forte variation du misfit suivant la position considérée dans la structure dendritique. L'inhomogénéité de misfit dans la structure dendritique est souvent caractérisée par une amplitude de misfit plus importante dans les dendrites que dans les interdendrites [4, 5, 41-44]. Ces variations sont généralement liées à la variation de a_γ, qui résulte essentiellement des ségrégations résiduelles de Re et W [4, 5, 13, 43, 45]. Une relation claire entre la concentration en Re et le paramètre de maille de γ a été trouvé dans CMSX-4 [4, 46]. Dans le SRR-99 et le CMSX-11B [45] le misfit plus élevé dans les dendrites est attribué aux concentrations en W plus élevées dans ces régions.

L'effet prépondérant du Re sur l'écart paramétrique est souvent souligné. Dans CMSX-4 notamment, l'effet du Re est estimé être plus important que celui du W car il est complètement concentré dans la phase γ [4]. Bien qu'ayant un coefficient de Végard similaire au W, l'effet du Re sur

le misfit $\left(\frac{d\delta}{dC_{\mathrm{Re}}} = -0.3\%/at.\%\right)$ est estimé être 3 fois plus important que celui du W $\left(\frac{d\delta}{dC_{W}} = -0.1\%/at.\%\right)$ du fait de son coefficient de partage γ/γ' plus important que W [46]. Le Re est également l'élément qui présente le coefficient de diffusion le plus faible et c'est donc l'élément le plus ségrégé dans les dendrites [5]. Enfin, dans [35], l'importante distribution d'écart paramétrique dans le MCNG est également reliée à la ségrégation résiduelle du Re dans le cœur des dendrites qui subsiste après les traitements thermiques. Selon l'auteur, le Re serait responsable aux 2/3 des différences d'écart paramétrique dans le MCNG ; le reste étant vraisemblablement imputable au Ta qui ségrége préférentiellement dans les interdendrites et au W qui est bien présent dans les cœurs de dendrites.

Le Tableau II-1 répertorie les valeurs de misfit dans les dendrites et les interdendrites, pour différents superalliages, issues de la bibliographie. Concernant le MCNG, les différentes études qui ont visé à déterminer son misfit font également état de variations de ce paramètre dans le matériau en rapport avec les ségrégations chimiques [35, 47]. Toutefois, il n'a jamais pu être attribué de valeurs du misfit propres aux dendrites ou aux interdendrites. Dans [35], l'écart paramétrique entre 20°C et 750°C présente des valeurs comprises entre -0.036% et -0.4%. La variation de misfit entre ces deux valeurs extrémes est semblable à ce qui a pu être observé dans les CMSX-4 [4]. Dans [47], deux valeurs de misfit dans le MCNG sont révélées par la diffraction X à 750°C δ_1 = - 0.05 % et δ_2 = - 0.44 %.

Alliages	**$\delta_{Dendrites}$**	**$\delta_{Interdendrites}$**	**Technique de mesure**
SC-16	0.7 % [4] 0.26 % [13]	0.7 % [4] 0.1 % [13]	RX CBED
SRR-99	- 0.18 % [4] - 0.26 % [13]	0 % [4] - 0.1 % [13]	RX CBED
CMSX-4	- 0.38 % [4] - 0.29 % [5] - 0.19 % [48] - 0.45 % [13]	0.04 % [4] 0.03 % [5] 0.02 % [48] 0.1 % [13]	RX RX RX CBED
CMSX-10	- 0.3 % [41]	- 0.12 % [41]	CBED
CMSX-11B	-0.15 % [45]	0.06 % [45]	CBED
MCNG	-0.24 % [49] (en moyenne dans la structure dendritique) -0.4% et -0.036% [35] (en moyenne dans la structure dendritique)		Calcul RX hautes énergies

Tableau II-1: Différences de misfit entre les dendrites et les interdendrites dans la littérature (temp. ambiante)

e. Conclusions

Le misfit est un paramètre important qui peut être corrélé à l'efficacité du renforcement du matériau par les précipités, car il contrôle la microstructure γ/γ' et particulièrement sa stabilité à haute température. Le misfit joue un rôle sur la taille, l'alignement, la régularité et la cohérence de la microstructure γ/γ' initiale. Il intervient également dans les évolutions morphologiques à haute température. Il influe sur les contraintes de cohérence qui agissent comme force motrice dans la mise en radeaux de γ' à haute température. Il influence également le mouvement des dislocations et peut vraisemblablement jouer sur le comportement en fluage.

Dans les recherches sur les propriétés mécaniques des superalliages, la caractérisation du misfit représente donc un enjeu important qui a suscité de nombreuses études. Toutefois, la mesure du misfit n'est pas une chose aisée. De nombreuses techniques ont été employées, différentes interprétations et dépouillements des résultats d'une même méthode ont été avancés. De nombreuses mesures et estimations de misfit sont donc reportées dans la littérature, celles-ci pouvant varier pour un même matériau. Retenons que la majeure partie des superalliages évoqués dans la littérature ont un misfit dont la valeur à la température ambiante est comprise dans l'intervalle + 1 % et - 0.6 %. De manière générale, l'amplitude du misfit d'un superalliage va augmenter avec la température. Cette évolution du misfit avec la température oblige à connaître la valeur du misfit d'un matériau à la température considérée lors de l'essai si l'on veut correctement interpréter l'influence de celui-ci. Les auteurs qui ont étudié le misfit des superalliages s'accordent également à dire que l'amplitude du misfit dans un matériau croit avec l'augmentation de la teneur en éléments réfractaires. Enfin, lorsque la teneur en éléments réfractaires est trop importante, les inhomogénéités de composition chimique dans les superalliages induisent des variations d'amplitudes de misfit au sein de la structure dendritique. L'élément Re est souvent pointé comme l'élément ayant le plus fort impact sur les variations de misfit.

II.1.2. Evaluation du misfit entre γ et γ' dans le MCNG

Les analyses EDSX-MEB, présentées au chapitre I, ont montré que des ségrégations chimiques persistaient dans le MCNG après les traitements thermiques standards. Le Re et le W (dans une moindre mesure) sont les éléments les moins bien homogénéisés, on les retrouve en majorité dans les dendrites.

Au vu des études menées sur le sujet, il est certain que l'amplitude de misfit est plus grande dans les dendrites du matériau. S'il est difficile de mesurer la valeur exacte du misfit dans les dendrites et les

interdendrites, cette partie s'attache, en tout cas, à définir la variation de l'amplitude du misfit entre les deux zones de solidification du matériau résultant des hétérogénéités de composition chimique.

Nous avons d'abord estimé l'amplitude moyenne de l'écart paramétrique dans le MCNG par le biais de la diffraction X. Ensuite, l'estimation des valeurs du misfit dans les dendrites et les interdendrites s'est faite par la méthode des dislocations d'interface. Enfin, nous avons utilisé la loi de Végard couplée aux quantifications EDSX de la ségrégation chimique dans le MCNG.

a. Estimation du misfit moyen par diffraction RX

Les essais de diffraction X ont été menés dans un diffractomètre conventionnel Bruker® D8 émettant des radiations CuKα. Le diffractomètre est équipé d'un dispositif de chauffage (HTK1200 Anton Paar) qui permet d'acquérir les rayonnements X depuis l'ambiante jusqu'à 1 200°C. Tout au long des essais, les échantillons ont été maintenus dans un vide de 5×10^{-6} mbar.

Deux pastilles de MCNG, coupées d'un barreau orienté suivant [001] et traité MS+R1+R2 (traitement standard), ont été analysées entre 25°C et 1 200°C. Les pics de plus haute intensité analysés étaient centrés autour de la position $2\theta=50°$, correspondant au pic de diffraction des plans (200).

Un exemple de profil de diffraction obtenu à 25°C est présenté à la Figure II-3. Les paramètres de mailles des deux phases étant très proches, les profils RX ne comportent souvent qu'un pic asymétrique. Cette asymétrie résulte de la superposition des pics de γ et γ' légèrement décalés. La courbe d'intensité décroît moins vite du coté des petits angles du fait du caractère négatif du misfit. Pour extraire les deux sous-pics correspondant aux phases γ et γ', le pic original est déconvolué avec deux fonctions de pseudo-Voigt, combinaisons d'une Gaussienne et d'une Lorentzienne.

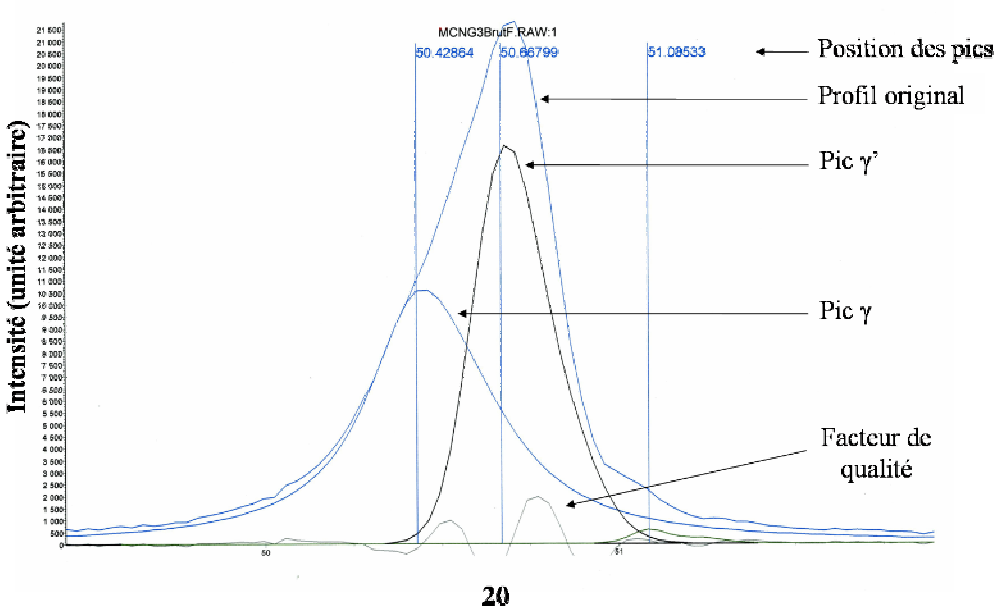


Figure II-3: Profil RX et déconvolution (T = 25°C)

Des profils RX ont été acquis à 25°C, 500°C, 600°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C…1 200°C, puis au refroidissement jusqu'à 900°C. Au fil du chauffage (Figure II-4), les profils de diffraction recueillis se décalent vers les petits angles, signe de l'accroissement des paramètres de maille des phases γ et γ' du fait de la dilatation thermique. De la température ambiante jusqu'à 700°C, les profils recueillis ne présentent qu'un pic (Figure II-4a). Au-delà de 700°C, suivant l'échantillon, un second pic peut apparaître sur la droite du profil de diffraction (Figure II-4b). A partir de 900°C, le pic supplémentaire se rapproche franchement du pic unique original, les deux pics étant complètement superposés à 1000°C (Figure II-4c). La nature de ce pic supplémentaire n'est pas claire, mais il est possible qu'il résulte de la formation d'un oxyde ou qu'il représente une deuxième contribution de la phase γ. En effet, dans l'état non déformé, les couloirs de matrice perpendiculaires et parallèles à la surface de l'échantillon peuvent contribuer de façon différente aux profils de réflexion, puisque les contraintes équivalentes de cohérence dans les deux types de canaux sont orthogonales entre elles [36, 37]. Enfin, cet épaulement supplémentaire pourrait être la marque de la variation d'écart paramétrique dans la structure dendritique.

L'exploitation des profils de diffraction est cohérente jusqu'à 950°C ; au-delà, la radiation X n'est pas assez puissante pour ne pas être influencée par la couche d'oxyde qui se forme à la surface de l'échantillon, malgré le fait d'opérer sous basse pression d'oxygène (5×10^{-6} mbar).

Notons que les profils obtenus au refroidissement ne se superposent pas aux profils obtenus lors du chauffage. Lors de la phase de chauffage, la phase γ' se dissout et au refroidissement une partie de la fraction dissoute reprécipite sous forme d'une fine population de γ'. Les profils RX effectués lors du refroidissement ne concernent donc pas les mêmes états microstructuraux, ce qui peut expliquer la non réversibilité des profils au chauffage et au refroidissement.

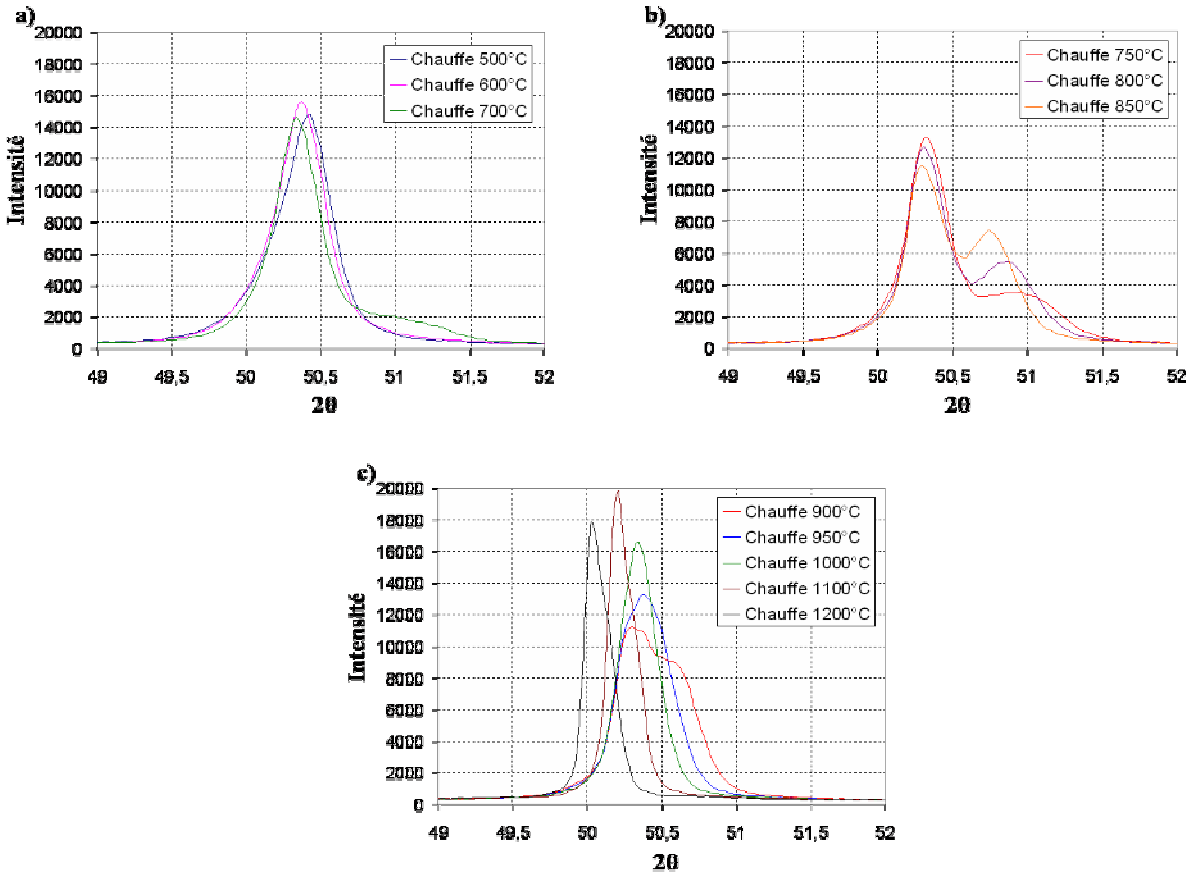


Figure II-4: Evolution des profils RX avec la température
a) de 500°C à 700°C
b) de 750°C à 850°C
c) de 900°C à 1 200°C

Les positions angulaires des pics relatifs aux phases γ et γ' permettent d'accéder aux valeurs des paramètres de maille de chaque phase grâce à la loi de Bragg (Eq.II-2). L'écart paramétrique aux différentes températures est ensuite obtenu en appliquant Eq.II-1 (Figure II-5).

$$d_{hkl} = \frac{\lambda_{Cu}}{2\sin\theta} \quad \text{et} \quad a = d_{hkl} \times \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \qquad \textbf{Eq. II-2}$$

Expérimentalement, les valeurs du misfit dans MCNG sont obtenues entre 25°C et 950°C (Figure II-5). Ces valeurs sont ensuite interpolées avec une fonction polynomiale de degré 3 (Figure II-5).

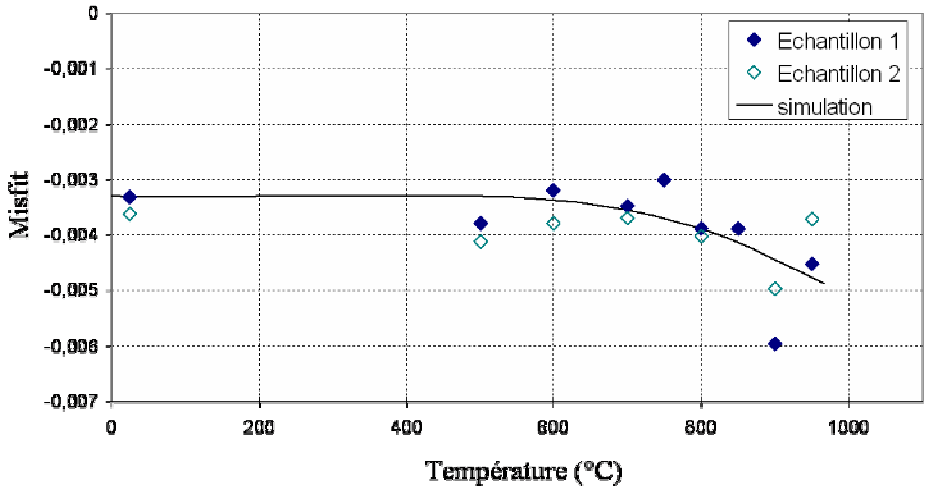


Figure II-5: Evolution du misfit avec la température

Entre la température ambiante et 600°C, le désaccord paramétrique évolue peu et la valeur moyenne du δ vaut environ -0.33 %. Cette valeur semble cohérente avec celles déjà trouvées pour MCNG dans [35, 49]. Au-delà de 600°C, le désaccord paramétrique chute rapidement avec la température, ce qui dénote une augmentation importante des contraintes internes avec la température. La valeur du misfit reste assez stable entre l'ambiante et 600°C car, sur cette plage de température, les coefficients de dilatation thermique des deux phases sont proches et varient linéairement avec la température suivant la même pente. Au-delà de 600°C, les coefficients de dilatation thermique des deux phases diffèrent et ne suivent plus la même évolution. De plus, au-delà de 900°C, la phase γ' commence à se dissoudre et les variations de composition chimique qui résultent de cette dissolution vont influencer à la fois les coefficients de dilatation thermique mais aussi les paramètres de maille des phases (surtout celui de la phase γ).

La méthode de diffraction des rayons X décrite dans ce paragraphe ne donne qu'une moyenne du désaccord paramétrique dans le volume du matériau. Les dispersions qui apparaissent dans les résultats décrits ci-dessus (« pic supplémentaire », dispersions à la Figure II-5) sont certainement liées au fait que le misfit est localement assez inhomogène dans le superalliage. Les résultats peuvent être influencés par des effets de mosaïcité [4], par les contributions des différents types de couloir de matrice, par les hétérogénéités chimiques. En particulier, les hétérogénéités de compositions chimiques, héritées de la solidification dendritique, sont à l'origine des différences de δ entre les dendrites et les interdendrites. Il est donc important de parvenir à estimer les valeurs du misfit dans les dendrites et les espaces interdendritiques afin de quantifier les différences de contraintes internes entre les deux types de régions du matériau.

b. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à partir des dislocations d'interfaces

La diffraction des RX n'a pu nous fournir des mesures effectives du misfit que jusqu'à 950°C. Si la décroissance du misfit semble s'amorcer aux hautes températures, il n'est pas certain que le taux de décroissance de notre simulation au delà de 950°C soit exact. Il parait important de déterminer l'amplitude du misfit dans le MCNG à haute température par d'autres méthodes pour confirmer ou infirmer la tendance de l'interpolation de la valeur du misfit.

Pour obtenir la valeur du misfit du MCNG à haute température, nous avons utilisé la technique des dislocations d'interface. Cette technique est la plus fiable et la plus simple à mettre en œuvre avec les moyens dont nous disposons au laboratoire. L'échantillon analysé a été vieilli pendant 1 700 heures à 1 100°C. Au terme de ce vieillissement, l'échantillon a été trempé de façon à figer la microstructure et notamment les réseaux de dislocations qui ont été développés. On peut voir sur la Figure II-6 qu'après le vieillissement, la microstructure γ/γ' est coalescée suivant les directions molles <001> du superalliage sans qu'une direction de coalescence ne soit privilégiée. Les structures coalescées sont tapissées de dislocations aux interfaces γ/γ'. Ces observations valent à la fois pour les zones dendritiques et les zones interdendritiques.

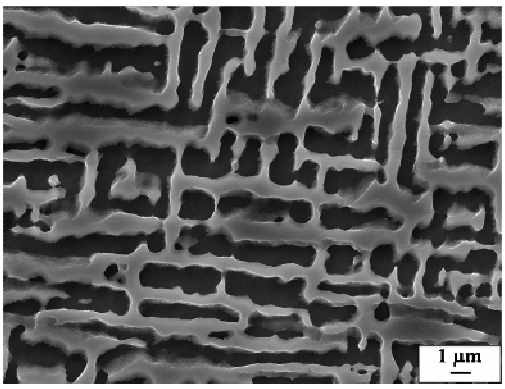


Figure II-6: Microstructure γ/γ' coalescée après 1 700 heures à 1 100°C

La mesure des distances entre les dislocations sur l'échantillon trempé est représentative de la valeur du misfit du MCNG à 1 100°C (formule de Brooks). L'exploitation des réseaux de dislocations a été menée à la fois sur des images MET mais aussi sur des images réalisées au MEB-FEG.

i) Mesure des tailles des réseaux à partir des images en MET

Les dislocations des réseaux d'interface ont été observées dans le plan d'axe de zone (001). Dans ces conditions, lorsque les dislocations glissent dans les plans {111}, elles sont arrêtées aux interfaces γ/γ' et l'espacement entre les dislocations peut directement être mesuré [50].

La Figure II-7 montre l'exemple d'une image MET d'une interface γ/γ'. On distingue très bien sur cette image un précipité de phase γ' (en bas) ; la phase γ parsemée d'une fine reprécipitation de γ' formée lors de la trempe (en haut) ; et entre ces deux zones, à l'interface, un réseau de dislocations.

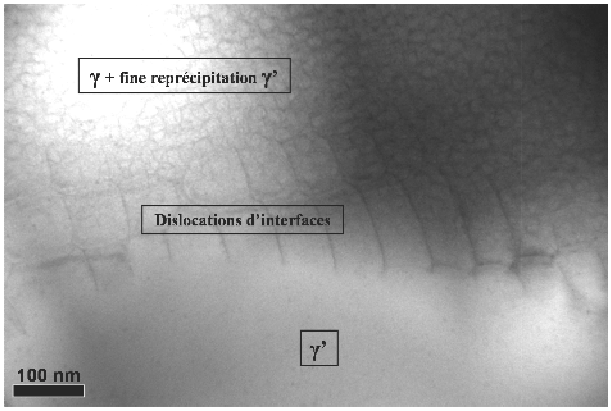


Figure II-7: Réseaux de dislocations à l'interface γ/γ' sous MET (axe de zone (001), image suivant [100])

Sur les différentes lames minces issues de l'échantillon vieilli à 1 100°C et qui ont pu être exploitées, 94 espaces entre dislocations ont été mesurés. La distance moyenne entre deux dislocations successives (d) est de l'ordre de d = 59 ± 18 nm. Ce qui correspond, en prenant $\left|\vec{b}\right|$ ~0,254 nm, à une amplitude de misfit $\left|\delta_{1100°C}\right|$ ~ 0.43 %.

Parmi la dizaine de plages de dislocations quantifiées, deux types de plages sont distingués suivant l'espace moyen entre les dislocations qu'elles contiennent. Le premier type de plage présente un espace moyen entre dislocations d_{type1} = 42 ± 7 nm, ce qui correspond à un misfit $\left|\delta_{1100°C}\right|_{type1}$ ~ 0.60 %. Le deuxième type de plage de dislocations observé présente un espace moyen entre dislocations d_{type2} = 64 ± 17 nm, correspondant à un misfit $\left|\delta_{1100°C}\right|_{type2}$ ~ 0.40 %. Les plages d'observation de type 1 comptabilisent 22 mesures d'espaces entre dislocations et celles de type 2 en comptabilisent, donc, 72.

Nous savons que les ségrégations chimiques favorisent un misfit plus élevé dans les dendrites et que selon les observations expérimentales de A. Epishin [51], les plages observables en MET sont le plus souvent situées dans les espaces interdendritiques. La variation de valeur du misfit observée au MET au sein du MCNG représente vraisemblablement la variation du misfit entre les dendrites et les interdendrites. On considère donc que $|\delta_{1100°C}|_{Dendrites} \sim 0.60$ % et que $|\delta_{1100°C}|_{Interdendrites} \sim 0.40$ %.

ii) Mesure des tailles des réseaux à partir des images en MEB-FEG

Le canon à émission de champ associé à la technologie de microscopie à balayage offre une très bonne résolution d'image aux forts grandissements.

A haute température, la pression exercée par les dislocations d'interface fait qu'elles laissent leurs empreintes aux interfaces γ/γ' [51, 52]. Après une attaque chimique négative (retrait de la phase γ') de l'échantillon vieilli à 1 100°C, les empreintes laissées par les réseaux de dislocations ont pu être observées au MEB-FEG (Figure II-8).

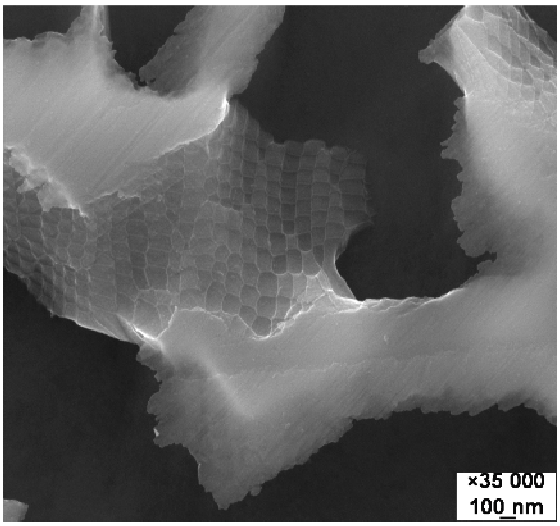


Figure II-8: Réseaux de dislocations à l'interface γ/γ' sous MEB-FEG

Si la microscopie en transmission est la technique privilégiée pour l'observation des dislocations et leur identification (détermination des vecteurs de Burgers), la très bonne résolution des images obtenues au FEG autorise tout de même l'observation des dislocations par microscopie à balayage. L'observation des réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' s'est avérée être complémentaire de la microscopie en transmission et a permis d'obtenir des résultats représentatifs et assez détaillés [51]. En particulier, dans le contexte de notre étude, la microscopie à balayage FEG a permis de facilement distinguer les zones dendritiques des zones interdendritiques grâce à la localisation des pores d'élaboration ou à l'utilisation du mode électrons rétrodiffusés.

Quelles que soient les régions du matériau sondées, les motifs des réseaux de dislocations sont majoritairement hexagonaux bien que quelques motifs carrés puissent parfois être observés.

Concernant les quantifications des tailles de réseaux, plus de 400 cellules ont été mesurées, 259 dans les dendrites et 169 dans les interdendrites. Dans les dendrites, la taille moyenne d'une cellule dans un réseau d'interface vaut $d_{dendrites}$ = 72 ± 13 nm, ce qui correspond à une amplitude de misfit dans ces régions à 1 100°C de $\left|\delta_{1100°C}\right|_{Dendrites}$ ~ 0.35 %. Dans les interdendrites, la taille moyenne d'une cellule vaut $d_{interdendrites}$ = 93 ± 14 nm, soit une amplitude de misfit dans ces régions à 1 100°C de $\left|\delta_{1100°C}\right|_{Interdendrites}$ ~ 0.27 %.

Ces résultats révèlent bien que l'amplitude du misfit est supérieure dans les dendrites. En revanche, les amplitudes de misfit mesurées par le biais de cette méthode sont plus faibles que celles fournies par les quantifications sur images MET. Ces variations de résultats seront discutées dans le § II.1.2.d.

c. Estimation du misfit dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques à l'aide de la composition chimique

Dans ce qui suit, le désaccord paramétrique entre les mailles γ et γ' dans les dendrites et les espaces interdendritiques est estimé de façon simple en utilisant la loi de Végard couplée aux quantifications des disparités de composition chimique au sein du matériau.

Parmi les éléments d'alliage du MCNG, le Re est l'élément le plus ségrégé entre les dendrites et les espaces interdendritiques (EDSX). De plus, parmi les éléments réfractaires, Re est celui qui a la plus forte tendance à enrichir la matrice et il présente également un rayon atomique parmi les plus importants. Pour toutes ces raisons, de nombreux travaux [4, 35] ont pointé le Re comme étant l'élément ayant le plus fort impact sur les variations de misfit. Dans ces conditions, les disparités de composition chimique entre les dendrites et les interdendrites considérées dans le calcul de misfit ci-dessous ne concernent que l'élément Re. Les valeurs de concentration en Re utilisées sont directement tirées des quantifications EDSX qui ont été présentées au chapitre I.

Lorsqu'un atome étranger pénètre dans un réseau de métal pur, il provoque en général une variation des paramètres cristallographiques qui se traduit par une expansion ou une contraction du réseau cristallin en fonction de la taille des atomes. La loi de Végard permet de décrire l'évolution du paramètre cristallographique d'une solution solide dans laquelle un élément d'alliage est ajouté. Pour une solution solide constituée d'un solvant A et d'un soluté B, la loi de Végard est donnée par l'équation Eq.II-3.

$$a = a_0 + a_0 * (\frac{r_B - r_A}{r_A}) * x_B \qquad \textbf{Eq. II-3}$$

Où a est le paramètre de maille de la solution solide, a_0 le paramètre de maille du métal pur A, x_B est la concentration atomique en soluté B, r_A le rayon atomique du solvant A et r_B celui du soluté B.

Dans notre cas, attendu que seule l'influence du Re sur les paramètres de maille est considérée, nous avons choisi de prendre pour a_0 le paramètre de maille du SRR-99, un superalliage de 1ère génération ne contenant pas de Re, mais quasiment tous les autres éléments qui entrent dans la composition du MCNG. De plus, pour cet alliage, les paramètres des mailles γ et γ' sont connus à la fois dans les dendrites et les interdendrites [4].

Grâce à cette simplification, l'hypothèse est faite que le paramètre de maille de la phase γ dans MCNG est tirée de l'équation Eq.II-3 suivant Eq.II-4.

$$a_\gamma = a_{SRR-99_\gamma} + a_{SRR-99_\gamma} * (\frac{r_{\mathrm{Re}} - r_{Ni}}{r_{Ni}}) * x_{\mathrm{Re}} \qquad \textbf{Eq. II-4}$$

Dans Eq.II-4, a_γ représente le paramètre de maille de la phase γ du MCNG, $a_{SRR-99\gamma}$ est le paramètre de la maille de la phase γ dans SRR-99, r_{Ni} est le rayon atomique du nickel dans la phase γ (considérée équivalente à une solution solide de Ni), r_{Re} est le rayon atomique de Re et x_{Re} est la concentration atomique en Re dans la phase γ (Tableau II-2).

De la même façon que pour la phase γ, le paramètre de maille de la phase γ' dans le MCNG est donnée par Eq.II-5.

$$a_{\gamma'} = a_{SRR-99_{\gamma'}} + a_{SRR-99_{\gamma'}} * (\frac{r_{\mathrm{Re}} - r_{Ni_3Al}}{r_{Ni_3Al}}) * x'_{\mathrm{Re}} \qquad \textbf{Eq. II-5}$$

Où, $a_{\gamma'}$ représente le paramètre de maille de la phase γ' du MCNG, $a_{SRR-99\gamma'}$ est le paramètre de la maille la phase γ' dans SRR-99, r_{Ni3Al} est le rayon atomique du nickel dans la phase γ' (considérée équivalente à Ni_3Al), r_{Re} est le rayon atomique de Re et x'_{Re} est la concentration atomique en Re dans la phase γ' (Tableau II-2).

Dans les équations Eq.II-4 et Eq.II-5, les concentrations atomiques en Re de chaque phase sont estimées en utilisant les coefficients de partition entre γ et γ' donnés dans [45]. Comme nous avons les concentrations en Re dans les dendrites et les interdendrites grâce aux analyses EDSX, les paramètres de mailles, donnés par les équations Eq.II-4 et Eq.II-5, peuvent être estimés dans chacune des zones de solidification du MCNG. Nous obtenons ainsi une estimation de l'écart paramétrique entre les phases γ et γ' dans les dendrites et les interdendrites en utilisant Eq.II-1.

A 25°C, on trouve donc :

$$\begin{cases} \delta_{D\text{-}25°C} = -0{,}32\ \% \\ \delta_{I\text{-}25°C} = -0{,}10\ \% \end{cases}$$

L'évolution du misfit avec la température est simulée en considérant uniquement les coefficients de dilatation thermique de chaque phase ainsi que celui de l'élément Re (Tableau II-2). A 1 100°C, on trouve :

$$\begin{cases} \delta_{D\text{-}1100°C} = -0{,}51\ \% \\ \delta_{I\text{-}1100°C} = -0{,}30\ \% \end{cases}$$

La méthode de calcul d'écart paramétrique employée ici ne donne pas forcément une valeur exacte du δ du matériau, mais permet d'estimer l'influence d'une variation du taux de Re sur la valeur de δ dans les dendrites et les espaces interdendritiques. Cette méthode simple montre que les variations de concentrations en Re dans le MCNG (36%) sont à l'origine d'une variation significative du désaccord paramétrique de maille entre les dendrites et les espaces interdendritiques (50%).

Par ailleurs, nous avons estimé que les dendrites représentaient 56% du volume du matériau. En considérant les valeurs de misfit données par la loi de Végard à 25°C dans les dendrites et les interdendrites, on trouve un misfit moyen de -0.22% dans le MCNG. Cette valeur du misfit est proche de celle estimée par les RX à 25°C (-0.33%) ainsi que de celle donnée dans [49] (-0.24%).

	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma}$	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma'}$	r_{Re}	r_{Ni}	r_{Ni3Al}	x_{Re}	x'_{Re}	α_{Re}	$\alpha_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma}$	$\alpha_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma'}$
ZD	0.359 nm [4]	0.3584 nm [4]	0.138 nm	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma}*(\sqrt{2}/4)$	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma'}*(\sqrt{2}/4)$	EDSX (Chap. II) + [45]	EDSX (Chap. II) + [45]	7.3×10^{-6} K^{-1}	1.66×10^{-5} K^{-1} [53]	1.46×10^{-5} K^{-1} [53]
ZI	0.3584 nm [4]	0.3584 nm [4]	0,138 nm	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma}*(\sqrt{2}/4)$	$a_{SRR\text{-}99\text{-}\gamma'}*(\sqrt{2}/4)$	EDSX (Chap. II) + [45]	EDSX (Chap. II) + [45]	7.3×10^{-6} K^{-1}	1.66×10^{-5} K^{-1} [53]	1.46×10^{-5} K^{-1} [53]

Tableau II-2 : Paramètres des lois de Végard

d. Confrontations des différentes méthodes d'estimation du misfit dans le MCNG

La Figure II-9 recense les résultats des différentes méthodes que nous avons utilisées pour estimer l'amplitude du misfit dans le MCNG.

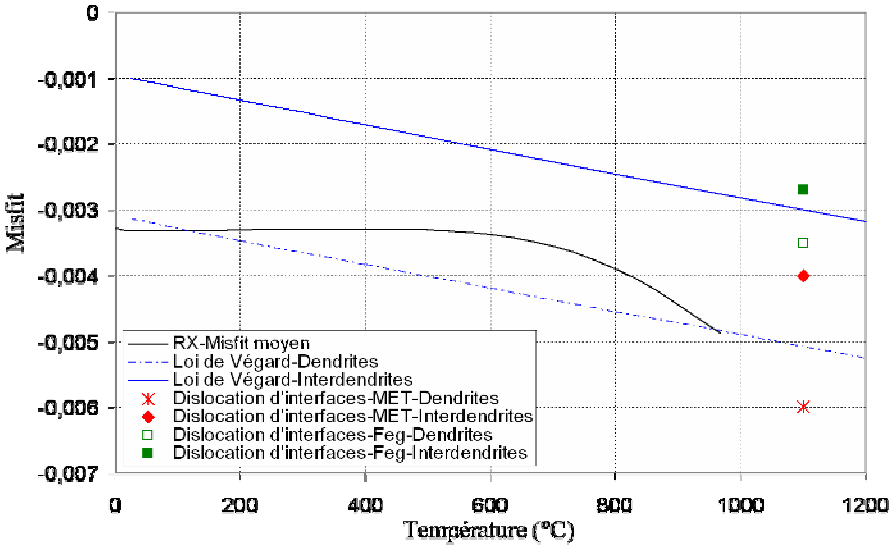


Figure II-9 : Comparaison des méthodes de détermination du misfit dans MCNG

L'exploitation de la diffraction des Rayons X fournit une estimation du misfit moyen dans le matériau, alors que les dislocations d'interface ou la loi de Végard permettent d'estimer localement la valeur du misfit dans les dendrites et les interdendrites du MCNG.

La diffraction des rayons X et la loi de Végard décrivent toutes deux une décroissance du misfit (croissance en valeur absolue) avec l'augmentation de la température. Toutefois, les caractéristiques de ces décroissances diffèrent quelque peu entre les deux méthodes. En particulier, le caractère linéaire de la décroissance du misfit donné par la loi de Végard n'est pas réaliste. Il tient au fait que l'évolution des paramètres de maille avec la température n'est prise en compte qu'au travers des coefficients de dilation thermique. Toutefois, les estimations du misfit dans les dendrites et les interdendrites par la loi de Végard donnent un bon encadrement de la tendance donnée par les RX et cela sur une large plage de température (Figure II-9), ce qui confirme que les RX évaluent le misfit moyen dans le MCNG.

Les deux méthodes qui ont permis de distinguer les dendrites et les interdendrites (dislocations d'interface, loi de Végard) ont systématiquement révélé une amplitude de misfit supérieure dans les dendrites, confirmant l'effet des ségrégations chimiques résiduelles et en particulier l'effet du Re.

L'exploitation des dislocations d'interface par le biais des images en MET ou au FEG ne donnent pas les mêmes valeurs de misfit bien que les images aient été réalisées sur le même échantillon. Plusieurs raisons peuvent expliquer cette disparité. Tout d'abord, les zones exploitées au FEG sont beaucoup plus étendues que celles qui ont été exploitées en MET, la statistique n'est donc pas équivalente avec les deux techniques (400 mesures au FEG, 94 au MET). Si la statistique joue en faveur

des quantifications sur les images en balayage, la précision des mesures est favorable à la microscopie en transmission. En effet, les mesures des cellules des réseaux de dislocations à partir des images FEG sont vraisemblablement perturbées par le relief des images : l'inclinaison des interfaces γ/γ' par rapport au plan d'observation des images au FEG intervient de façon certaine dans la mesure des réseaux.

Il faut retenir que l'exploitation des réseaux de dislocations d'interface à partir des images FEG est une technique facile en mettre en œuvre. La préparation des échantillons à observer est plutôt simple et rapide. De plus, la distinction entre les zones dendritiques et interdendritiques est facilitée par rapport à la transmission du fait que, les zones de matériau balayées sont très étendues et qu'il est assez simple de distinguer les zones dendritiques des zones interdendritiques (positionnement par rapport aux pores de solidification, mode électrons rétrodiffusés). Enfin, l'observation des dislocations d'interface par le biais de la microscopie à balayage FEG permet une bonne description qualitative des réseaux de dislocations : l'étendue des plages d'observation permet de décrire la géométrie des réseaux et, si l'exploitation des réseaux de dislocation les moins inclinés par rapport au plan de l'image est privilégiées, les disparités d'amplitude de misfit au sein du matériau peuvent être perçues. Pour toutes ces raisons, le FEG est un très bon complément à la microscopie en transmission pour l'étude des superalliages.

Enfin, à 1100°C, si la loi de Végard mésestime l'amplitude du misfit par rapport à la méthode des dislocations d'interface observées sous MET, les deux techniques de détermination du misfit évaluent une différence de δ entre les dendrites et les interdendrites comparable (Figure II-9) et permettent d'évaluer l'influence des disparités de composition chimique dans la structure dendritique sur la valeur du misfit. Les ségrégations chimiques entre les dendrites et les interdendrites, qui présentent une variation relative de 36 % de la concentration en Re, conduisent à une variation relative de misfit de l'ordre de 40 à 50% entre les deux zones de solidification du matériau.

e. Conclusions

En définitive, comme cela a pu être observé dans la littérature, il est difficile d'obtenir les mêmes valeurs du misfit par des méthodes de détermination différentes. Il faut cependant retenir des estimations de l'écart paramétrique du MCNG qui viennent d'être présentées, que les amplitudes de misfit déterminées sont assez proches de celles généralement observées pour les superalliages commerciaux mais aussi des estimations qui ont déjà été réalisées sur le même matériau. [4, 5, 13, 14, 35, 44-46, 49].

La décroissance du misfit (la croissance en valeur absolue) avec l'augmentation de température a bien été appréhendée par les différentes techniques de détermination.

Les différentes méthodes employées ont également bien montré l'effet des ségrégations chimiques sur l'amplitude du misfit dans la structure dendritique. Les disparités de concentrations en Re dans le MCNG sont à l'origine d'une variation significative du désaccord paramétrique de maille entre les dendrites et les espaces interdendritiques. Si les valeurs exactes du misfit n'ont pas été déterminées avec précision, l'écart relatif entre les valeurs déterminées pour les dendrites et les interdendrites est en revanche tout à fait fiable.

La mise en évidence de la variation du misfit au sein de la structure dendritique du MCNG est intéressante dans la mesure où le désaccord paramétrique de maille est un paramètre qui joue un rôle majeur dans le comportement mécanique des superalliages. La partie qui suit présente une caractérisation de la structure dendritique du MCNG au travers de mesures de dureté. Il sera notamment intéressant de voir quels peuvent être les effets des hétérogénéités de la composition chimique et du misfit sur cette caractéristique mécanique.

II.2. Caractérisation locale de la dureté dans la structure dendritique par nano-indentation

Les propriétés mécaniques des dendrites et des interdendrites sont rarement appréhendées de manière directe. Grâce aux faibles forces appliquées (de 10^{-7} à 0.1 N) et aux faibles profondeurs de pénétration de l'indenteur qui permettent de sonder de petits volumes de matière, la nano-indentation est une technique qui permet de décorréler les niveaux de dureté des dendrites et des interdendrites.

Trois études ont appliqué la technique de nano-indentation aux superalliages. Dans une première étude, Göken et Kempf [54] ont mesuré directement la dureté et le module d'élasticité des phases γ et γ' dans le CMSX-6 par nano-indentation couplée à un microscope à force atomique (AFM). Cette étude, à température ambiante, a montré que la dureté de la phase γ' est nettement supérieure à celle de la phase γ alors que les modules d'élasticité des deux phases diffèrent peu. Ces auteurs ont également tiré parti la résolution de l'ordre du nanomètre de l'AFM pour estimer la fraction volumique et la distribution des tailles de la phase γ'. Dans une étude plus récente, Durst et Göken [55] ont utilisé la nano-indentation pour caractériser l'influence du Re sur la dureté et le module d'élasticité des phases γ et γ' dans les alliages CMSX-6, CMSX-4 et CMSX-10. La dureté de la matrice, ainsi que la valeur du module d'élasticité, augmentent avec la concentration en élément réfractaire, alors qu'une faible influence de l'élément est observé sur la dureté de la phase γ'. Le rapport entre la dureté de la phase γ' et de la phase γ décroît significativement avec l'accroissement du taux de Re de 1.6 pour le CMSX-6 à 1.4 pour le

CMSX-4 et 1.3 pour le CMSX-10. Toutes les indentations réalisées dans cette étude ont été menées dans des régions interdendritiques.

Enfin, Sawant et Tin [56] ont mesuré les variations de dureté et de module d'élasticité du CMSX-4 en fonction de la température sur l'intervalle de température 303 – 673 K. La taille d'empreinte utilisée, couvrant un volume comprenant à la fois la phase γ et la phase γ', était suffisamment grande pour obtenir des mesures représentatives des propriétés mécaniques de la structure γ/γ'. Les auteurs ont montré que le module d'élasticité du CMSX-4 décroît avec l'augmentation de température alors que la dureté augmente. L'accroissement de la dureté avec la température est typique des intermétalliques ordonnés Ll_2 et des superalliages base nickel présentant une importante fraction de précipités γ'. Il résulte du glissement dévié, thermiquement activé, des coeurs de dislocations dans la phase γ' qui conduit à la formation de verrous de Kear-Wilsdorf lesquels réduisent la mobilité des dislocations dans les systèmes de glissement <110> {111}. Le durcissement du matériau avec la température se poursuit jusqu'à ce que le glissement cubique suivant les systèmes <110> {001} soit activé [57, 58].

II.2.1. La nano-indentation [59, 60]

La dureté (H) en nano-indentation est égale à la pression moyenne de contact exercée par l'indenteur ; elle correspond à la dureté Meyer, et est définie comme suit (Eq. II-6) :

$$H = \frac{F_{\max}}{A(h_c)} \qquad \textbf{Eq. II-6}$$

F_{max} est la contrainte maximum appliquée et $A(h_c)$ est l'aire de contact projetée à la charge maximum.

Cette définition de la dureté est différente de celle évaluée lors des tests classiques de microdureté, comme la dureté Vickers. En microdureté, la dureté est calculée à partir de la taille de l'aire de l'empreinte résiduelle, la relaxation à la décharge n'est donc pas considérée. En nano-indentation, les propriétés mécaniques sont calculées à partir de courbes Charge-Déplacement enregistrées lors de l'indentation. L'aire de contact $A(h_c)$ est fonction de la profondeur de pénétration h_c. C'est cette profondeur de pénétration de l'indenteur qui est enregistrée lors d'un cycle charge-décharge. On obtient ainsi une courbe Charge-Déplacement telle que celle présentée à la Figure II-10. L'analyse de cette courbe se fait par la méthode de Woirgard et Dargenton [61, 62]. La courbe de décharge, supposée correspondre à un comportement élastique, permet de remonter à la dureté du matériau ainsi qu'au module d'indentation. Cette courbe de décharge correspond à la profondeur sous contact à la charge maximale (h_c). On remonte à l'aire de contact $A(h_c)$ si l'on connaît la forme exacte de l'indenteur.

L'indenteur utilisé est de type Berkovich (pyramide à base triangulaire). Un étalonnage préalable de l'appareil est nécessaire afin de compenser la forme imparfaite de l'indenteur. Cela se fait par une série d'indentations dans un matériau dont les caractéristiques mécaniques (module d'Young et coefficient de Poisson) sont bien connues. L'étalonnage permet d'avoir la forme réelle de la pointe et de prendre en compte les défauts toujours présents à son extrémité.

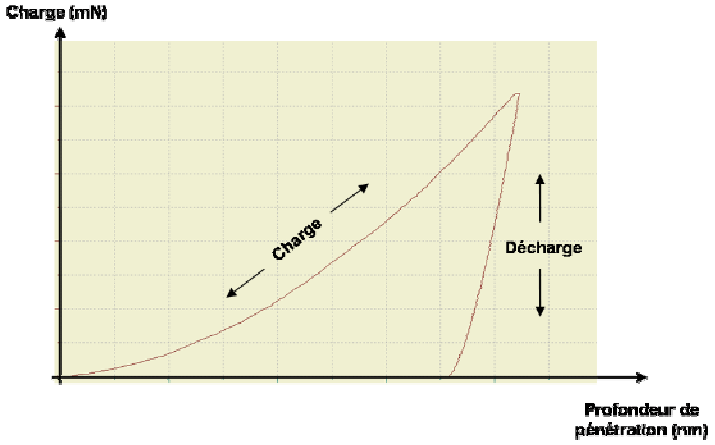


Figure II-10: Courbe charge – déplacement d'un pointé de nano-indentation

Les essais de nano-indentation et l'exploitation de ceux-ci ont été réalisés par Christophe Tromas, Maître de conférence au laboratoire du Phymat de l'Université de Poitiers (UMR CNRS 6630). Les essais ont été effectués à la température ambiante avec un nano-indenteur NHT (CSM Instruments).

II.2.2. Préparation de surface

Afin d'obtenir des résultats fiables avec la technique de nano-indentation employée, une attention toute particulière a été apportée à la préparation de surface des échantillons testés. Un protocole de polissage mécano-chimique spécifique à la silice colloïdale a été mis en place afin d'obtenir un état de surface très faiblement écroui, présentant une rugosité minime. A la suite de cette préparation, les cubes de γ' n'émergent que de 2 nm par rapport aux couloirs de matrice γ et la rugosité à la surface des cubes n'est que de quelques dixièmes de nanomètre. Notons que le polissage mécano-chimique employé permet de révéler plus ou moins la microstructure γ/γ'. Ainsi, après polissage, les cubes de γ' peuvent émerger jusqu'à 30 nm. Un tel état de surface permet l'étude de la microstructure γ/γ' par AFM (§ II.2.7.b).

II.2.3. Caractéristiques du réseau d'indentations

Les essais de nano-indentation ont été réalisés sur une surface de MCNG contenant l'axe des bras primaires de dendrite. Ils ont eu pour but d'obtenir une caractérisation locale des propriétés mécaniques de la structure dendritique. La représentativité des résultats nécessitait que les mesures ne soient pas influencées par la double échelle de microstructure présente dans le MCNG. En effet, les mesures de dureté des dendrites et des interdendrites ne devaient pas être perturbées par la structure biphasée γ/γ'. Pour palier cette difficulté, les caractéristiques du réseau d'indentations ont été déterminées avec soin.

Le réseau d'empreintes réalisé à la surface de l'échantillon est caractérisé par la taille de ses empreintes et le pas entre deux empreintes successives. Pour un matériau donné, la taille d'empreinte d'indentation est directement fonction de la charge appliquée par l'indenteur.

Afin de couvrir une surface représentative de la structure dendritique du matériau, il a été réalisé un réseau d'indentations étendu, comportant un grand nombre d'indentations pour obtenir une bonne statistique. Le réseau d'indentations comporte donc 1 000 empreintes réalisées à charge constante sur une surface de 400µm × 1mm (Figure II-11).

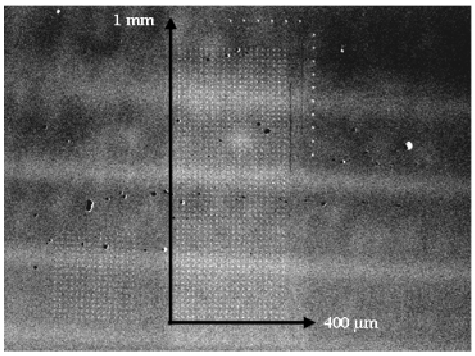


Figure II-11: Aperçu (MEB) d'un réseau d'indentations étendu sur la structure dendritique

La taille des empreintes doit être bien supérieure à la taille des cubes de γ' (qui est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres) afin que la mesure de dureté recueillie corresponde à une réponse globale de la structure γ/γ'. De plus, la taille de l'empreinte de l'indenteur doit être significativement plus petite que la largeur des bras de dendrites ou d'interdendrites qui sont de l'ordre de quelques centaines de micromètre. Les indentations ont donc été réalisées à la charge constante de 50 mN, qui produit des empreintes d'environ 600 nm de profondeur, d'un diamètre équivalent d'environ 4 µm.

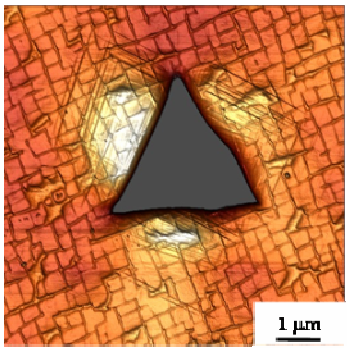


Figure II-12: Image AFM d'une empreinte d'indentation sur MCNG

Le pas du réseau d'empreintes doit nécessairement être plus grand que la taille des empreintes de façon à éviter le phénomène de recouvrement. Il doit également être bien plus petit que la largeur des bras de dendrites ou d'interdendrites afin d'obtenir une bonne statistique sur les deux zones de solidification de la structure dendritique. Un pas de réseau de 20 µm a donc été choisi.

II.2.4. Cartographie de dureté du réseau d'indentations

a. Etude statistique des mesures de dureté

Une étude statistique des 1 000 mesures de dureté a donc été entreprise : l'ensemble des valeurs de dureté a été déconvolué sur la base d'une distribution gaussienne bimodale, avec l'idée que la contribution des dendrites et des espaces interdendritiques serait différente du fait des différences observées entre les deux zones au chapitre I.

Plutôt que d'exploiter directement l'histogramme répertoriant les mesures de dureté (Figure II-13), avec le risque que les résultats soient faussés par le choix des intervalles de classes (effets de répartition), la déconvolution a été faite à partir des probabilités cumulées (Figure II-14a) [63]. De cette manière, l'occurrence de chaque valeur de dureté mesurée est prise en compte au travers de la variable CDF (« Cumulative Distribution Fonction ») (Figure II-14a) [63]. La fonction de répartition qui résulte de l'ensemble des mesures de dureté est déconvoluée en deux distributions, sensées représenter les zones dendritiques et les zones interdendritiques (Figure II-14a). Enfin, l'intégration de ces fonctions permet d'obtenir les gausiennes représentatives de la distribution de la dureté (Figure II-14b).

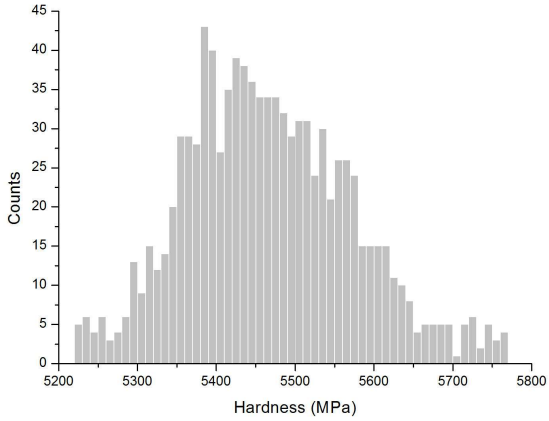


Figure II-13: Histogramme des 1 000 mesures de dureté du réseau d'indentations

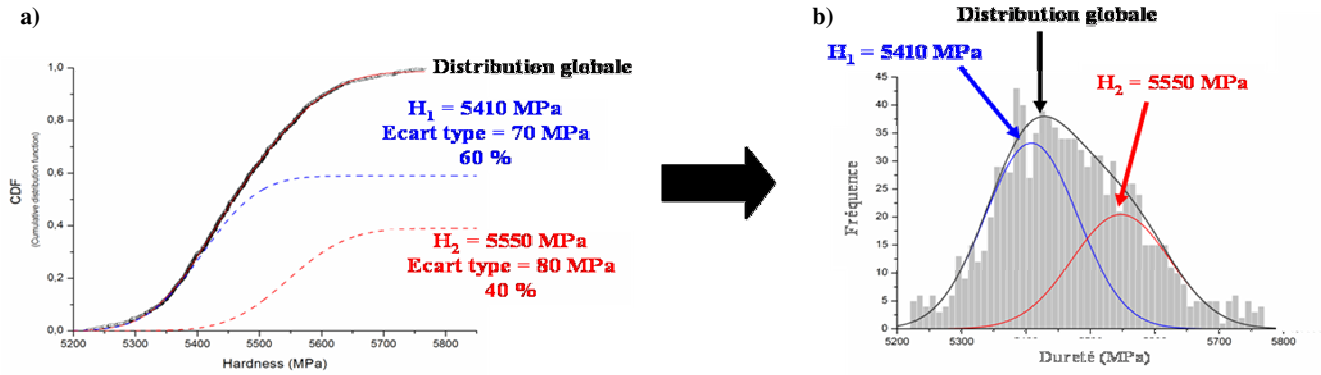


Figure II-14: a) Déconvolution de la densité de probabilité cumulée des mesures d'indentations
b) Report des déconvolutions sur l'histogramme des mesures de dureté

Deux pics de dureté ont donc été déconvolués. L'un est centré sur la valeur H_1 ~ 5410 ± 70 MPa et l'autre sur la valeur H_2 ~ 5550 ± 80 MPa (Figure II-14). Les deux pics de dureté déconvolués sont très proches, ils ne différent que de 130 MPa. Un écart si ténu approche la limite de résolution de la nano-indentation. L'analyse des valeurs de dureté recueillies a donc été poussée plus avant avec l'analyse de la répartition surfacique des valeurs de dureté.

b. Cartographie de dureté par interpolation bicubique

Pour mettre en évidence la répartition surfacique des mesures de dureté, il a été réalisé une cartographie de dureté du réseau d'indentations. Un niveau de couleur est associé à chaque valeur du réseau 2D de dureté (Figure II-11). Une interpolation bicubique des valeurs de dureté du réseau est ensuite appliquée afin d'améliorer le rendu visuel de la cartographie de dureté. Par rapport à une

interpolation par plus proche voisin, l'interpolation bicubique évite le phénomène de mosaïcité. Elle présente aussi, par rapport à une interpolation bilinéaire, l'avantage d'être dérivable et fournit donc un rendu moins géométrique et lissé (Figure II-15).

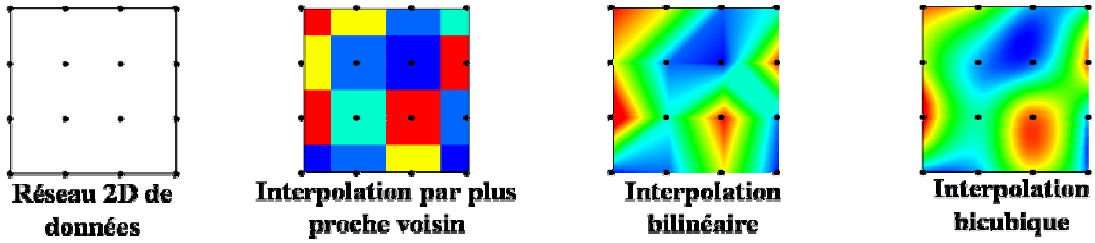


Figure II-15: Illustration des différents types d'interpolations des données

La cartographie de dureté du réseau d'indentations à la surface du MCNG est présentée à la Figure II-16. La cartographie met en évidence deux types de zones de dureté distincte : les zones de dureté plus élevée en rouge-orangé et les zones de dureté moins élevée en bleu-vert. Les résultats de l'analyse statistique reportés sur l'échelle des duretés confirment la correspondance entre les deux pics de dureté déconvolués et les deux types de zones apparues sur la cartographie de dureté.

Notons que les halots blancs, qui apparaissent par endroits sur la cartographie de dureté, correspondent à des indentations coïncidant avec un pore. La dureté mesurée est donc quasi nulle et un phénomène de saturation fait apparaître un code de couleur blanche que l'on ne retrouve pas dans l'échelle de dureté de la cartographie.

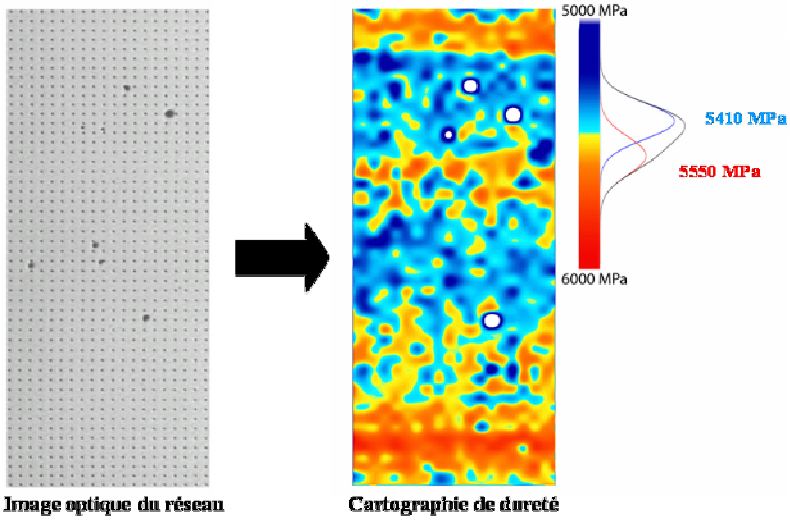


Figure II-16: Cartographie de dureté du réseau d'indentations

II.2.5. Cartographie chimique du réseau d'indentations

En parallèle de la cartographie de dureté, une cartographie chimique de la zone indentée a été réalisée afin de révéler la structure dendritique sous le réseau d'indentations. La structure dendritique du matériau est mise en évidence grâce au mode d'acquisition en électrons retrodiffusés du Microscope Electronique à Balayage (MEB), mode qui révèle les contrastes dus aux différences de composition chimique. Les contrastes ont été améliorés par lissage et conversion de l'échelle des niveaux de gris de l'image électrons rétrodiffusés en échelle de couleur (Figure II-17).

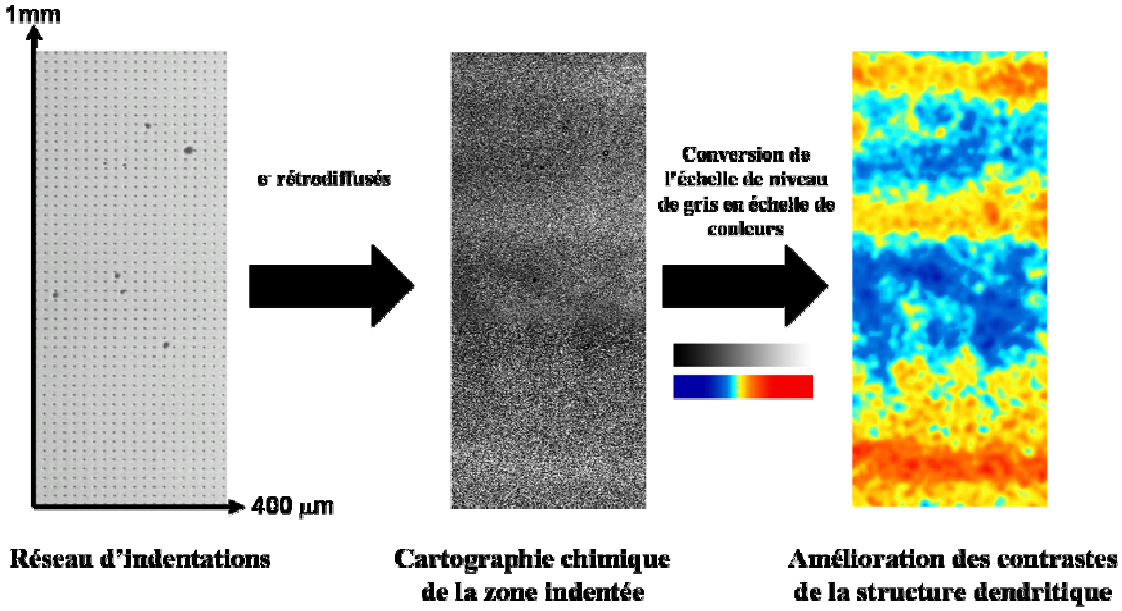


Figure II-17: Cartographie chimique du réseau d'indentations

Il est intéressant de constater que le réseau d'indentations couvre bien une zone caractéristique de la structure dendritique longitudinale du MCNG, puisque la cartographie chimique du réseau révèle 3 bras primaires de dendrites (en jaune-orangé), 2 zones interdendritiques (en bleu-vert) et l'on distingue même en bas de la cartographie chimique des bras secondaires de dendrite, perpendiculaires aux axes primaires.

II.2.6. Confrontation des cartographies chimique et de dureté du réseau d'indentations

Les cartographies chimique et de dureté de la zone indentée sont confrontées à la Figure II-18. Précisons que les légères divergences qui peuvent apparaître entre les cartographies proviennent du fait que l'analyse MEB en électrons rétrodiffusés donne une information essentiellement de surface alors que l'indenteur pénètre plus en profondeur dans le matériau. Des divergences peuvent alors apparaître si la surface de l'échantillon est trop proche d'une transition dendrite/interdendrite ou d'un pore.

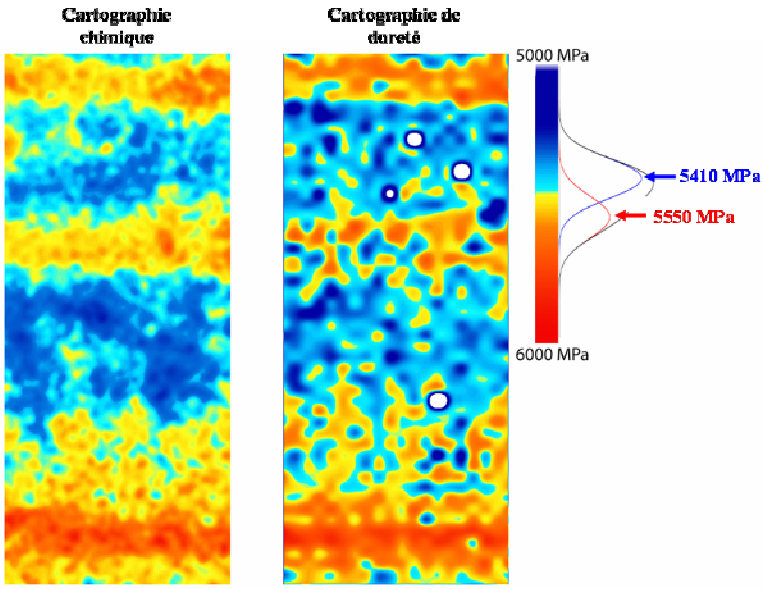


Figure II-18: Confrontation de la cartographie chimique et de la cartographie de dureté

On constate une excellente corrélation entre les deux cartographies, ce qui valide les résultats de la déconvolution des mesures de dureté. La nano-indentation permet donc de démontrer par mesures directes que les zones dendritiques du MCNG ont une dureté plus élevée que les zones interdendritiques. Cette méthode présente une très bonne sensibilité puisque la cartographie de dureté révèle même les bras secondaires de dendrites.

II.2.7. Observations AFM des empreintes d'indentation

Nous avons réalisé des images en microscopie par force atomique (AFM) de cinq indentations du réseau. Trois de ces empreintes étaient situées dans des zones dendritiques, les deux dernières dans des espaces interdendritiques. Des images ont également été réalisées aux abords du réseau d'indentations pour quantifier la microstructure γ/γ'.

a. Remarques sur la plasticité autour des empreintes d'indentation

Quel que soit le type de zone de solidification dans lequel ont été observées les empreintes, les images AFM présentent des caractéristiques similaires et comparables à ce qui est illustré par la Figure II-19.

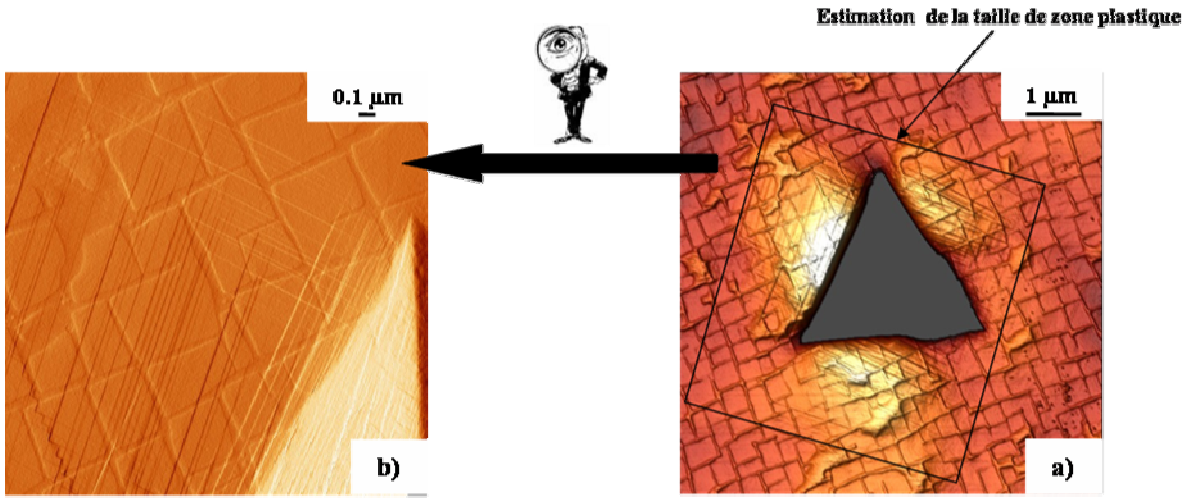
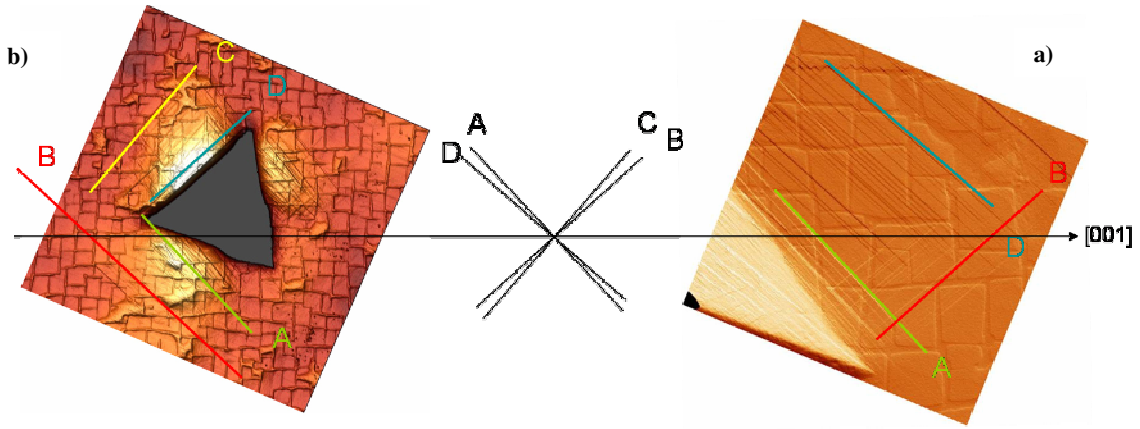


Figure II-19: a) Image AFM d'une indentation, b) Zoom d'un bord de l'indentation

Autour de chaque empreinte d'indentation, plusieurs systèmes de lignes de glissement sont ressortis à la surface de l'échantillon. On distingue quatre directions pour ces lignes de glissement : deux sont proches d'être à 45° d'une famille d'arêtes des cubes de γ' et deux autres proches des 45° par rapport à l'autre famille d'arêtes des cubes (arêtes perpendiculaires aux précédentes). On constate également que les lignes de glissement, quelles qu'elles soient, traversent à la fois les précipités γ' et les couloirs γ.

La surface de l'échantillon de MCNG, sur lequel ont été réalisés les essais de nano-indentation, a été orientée par EBSD. Après avoir constaté que le cristal était désorienté de 1° par rapport à l'axe [001], les plans correspondant aux traces de glissement autour des indentations ont pu être indexés (Figure II-20).



A	B	C	D
(-1 1 -1)	(1 1 1)	(-1 -1 1)	(1 -1 1)

Figure II-20: Orientations des plans de glissement autour des empreintes d'indentation

Les observations faites sur les traces de glissement autour des empreintes d'indentation sont compatibles avec l'activation de systèmes de glissement octaédriques (plans de type {111}) et avec la description des mécanismes de déformation classiquement observés dans les superalliages lors des premiers stades des essais de traction ou de fluage aux températures faibles ou modérées [64-66]. Ces mécanismes de déformation sont présentés dans les lignes qui suivent.

Dans le cas d'une sollicitation selon une direction de type <001> le facteur de Schmid est nul pour les plans de glissement cubiques et égal à $1/\sqrt{6}$ pour 2 des 3 systèmes de glissement octaédriques (il est nul pour le troisième). On ne doit donc observer que du glissement sur des plans octaédriques. A basse température (entre l'ambiante et 650°C) le cisaillement de la phase γ' peut se faire par 2 modes de dissociation d'une superdislocation de vecteur de Burgers a<110>. Les deux modes de dissociation sont les suivants :

Mode I : a [-1 0 1] → a/2 [-1 0 1] + P.A. + a/2 [-1 0 1]
(P.A. = Paroi d'Antiphase)

Mode II : a [-1 0 1] → a/3 [-2 1 1] + F.E.I.S. + a/3 [-1 -1 2]
(F.E.I.S = Faute d'Empilement Intrinsèque de Surstructure)

En traction suivant <001> ente 25°C et 650°C, Caron et Khan [65] ont observé dans le CMSX-2 l'apparition de bandes de déformation à la surface de l'échantillon. La déformation est concentrée dans ces bandes de glissement octaédriques en dehors desquelles le cristal n'est pas déformé plastiquement. A

l'intérieur des bandes de glissement, les précipités sont cisaillés par des paires de dislocations vis a/2<110> séparées par une paroi d'antiphase. Des observations identiques ont été faites par Miner et al. en 1986 dans le René N4 [67], dans lequel la déformation était localisée dans des bandes correspondant aux différents systèmes de glissement octaédrique et dans lesquelles les précipités étaient cisaillés par des superdislocations dissociées suivant le mode I. Dans un cas d'étude sur le PWA 1480 entre 20 et 200°C (Milligan et Antolovich [68]), un mécanisme de type II a été observé : ce mécanisme laisse des débris de dislocations à l'intérieur des précipités de γ', constitués de boucles a/3<112> entourant des fautes d'empilement. Dans la thèse Pessah-Simonetti sur MC2 [64], en traction à 25°C, après 2% de déformation plastique, la déformation est localisée dans des bandes réparties régulièrement le long du fût de l'éprouvette. Plusieurs systèmes de glissement octaédriques sont activés. A l'intérieur de ces bandes, les précipités γ' sont cisaillés par des superdislocations de type <110> dissociées en deux super Shockleys 1/3<112> séparées par une faute d'empilement intrinsèque de surstructure. Quelques événements de cisaillement des précipités par des superdislocations <110> qui se sont dissociées en deux superpartielles 1/2<110> séparées par une paroi d'antiphase ont également été observés. Enfin, lors du fluage primaire du CMSX-4 à 750°C, Rae et al. [66] ont observé que la déformation se faisait principalement par le mouvement de rubans de dislocations a<112> dans les plans {111} à travers la microstructure γ/γ'. Ces dislocations se dissocient en superpartielles séparées par des fautes intrinsèques et extrinsèques.

Tous les mécanismes présentés ci-dessus sont compatibles avec les caractéristiques des traces de glissement apparues autour des empreintes d'indentation. Les traces de glissement autour des empreintes d'indentation ayant les mêmes caractéristiques (orientations, traversée de γ et γ',…) dans les dendrites et les interdendrites, on peut imaginer que les mécanismes de déformation entre les deux zones de solidification du matériau sont les mêmes.

Pour tâcher de différencier dendrites et interdendrites, nous avons estimé la taille de la zone plastifiée autour des indentations. Pour cela, l'aire de la zone plastifiée a été assimilée à l'aire d'un rectangle dont les cotés consécutifs sont parallèles aux directions des traces de glissement et sont confondus avec la dernière trace de glissement en s'éloignant de l'indentation (Figure II-19a). Il a été constaté que l'aire de la zone plastifiée autour des indentations situées dans les interdendrites était plus étendue que dans les zones dendritiques (20% supérieure). Une telle observation est bien en accord avec les mesures de nano-indentation qui ont révélé une dureté plus faible des interdendrites par rapport aux dendrites. Il apparaît ici le lien entre la dureté et la limite d'élasticité.

En ce sens, les travaux de D. Tabor ont montré que la mesure de la dureté pouvait être utilisée comme une mesure de la limite d'élasticité. En effet, cet auteur a démontré que la dureté Vickers de différents métalliques (aluminium, cuivre, aciers doux) est proportionnelle à la limite d'élasticité (Eq. II-7) [69, 70].

$$\sigma_y = k \times H_v \qquad \textbf{Eq. II-7}$$

σ_y représente la limite d'élasticité en MPa, H_v la dureté Vickers en (kg/mm^2) et k la constante de proportionnalité est proche de 3 (expérimentalement et analytiquement).

La relation donnée par Eq.II-7 a par la suite été acceptée pour les essais de nano-indentation par indenteur Berkovich [71]. Plus récemment, les travaux de Busby et al. [72] ont confirmé la relation entre la dureté et la limite d'élasticité pour les aciers austénitiques et ferritiques en faisant la synthèse de nombreuses études sur le sujet. Les travaux de Cheng et Cheng [73] ont pour leur part identifié une constante de proportionnalité autour de 2.75 pour les matériaux hautement plastiques. En définitive, la relation de Tabor semble pouvoir être généralisée à l'ensemble des métalliques, et dans le cadre de notre étude, nous pouvons affirmer que la limite d'élasticité dans les zones interdendritiques du MCNG est plus faible que dans les zones dendritiques.

b. Quantification de la microstructure à partir des images AFM

Les observations AFM des empreintes d'indentation ont été l'occasion de réaliser quelques images de la microstructure en cubes du MCNG après les traitements thermiques standards. L'AFM fournit des images très bien définies de la microstructure cubique γ/γ' (Figure II-21), qui ont été quantifiées en terme de fraction surfacique de phase γ' et de taille de précipités. Des images ont été réalisées aux abords du réseau d'indentations dans des zones dendritiques (respectivement interdendritiques) en se plaçant proche d'indentations identifiées comme étant situées dans une zone dendritique (respectivement interdendritique) à partir de la cartographie de dureté (Figure II-16).

La taille moyenne des cubes de γ' mesurée à partir des images AFM est voisine de 335 nm dans les zones dendritiques et d'environ 407 nm dans les zones interdendritiques. La fraction surfacique de phase γ' est estimé être de 66% dans les zones dendritiques et de 65% dans les zones interdendritiques.

Comparativement aux quantifications de microstructure réalisées à partir d'images MEB (Cf. Chapitre I), les tailles de précipités et les fractions de phase γ' mesurées à partir des images AFM sont bien plus faibles. Toutefois, il faut retenir que les deux méthodes de quantification montrent que la taille moyenne des précipités γ' est plus petite dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques alors que la fraction de phase renforçante est similaire dans les deux zones de solidification du matériau.

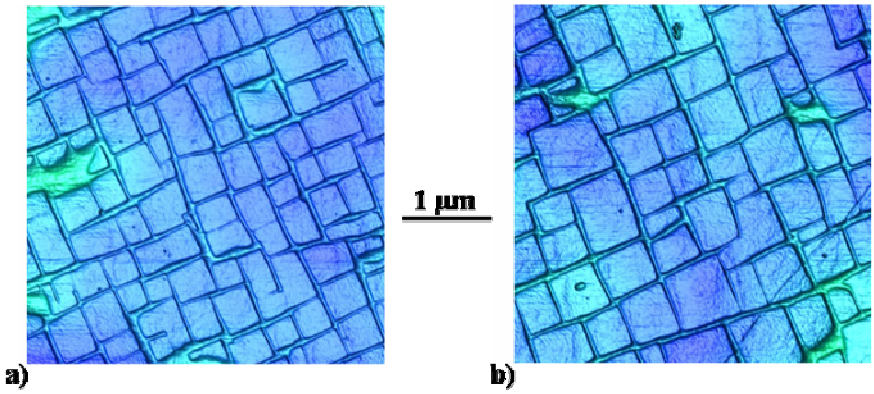


Figure II-21: Microstructure initiale du MCNG sous AFM
a) Zone dendritique, b) Zone interdendritique

Les écarts de valeurs entre les deux méthodes de quantification peuvent avoir différentes raisons.

D'une part, les techniques employées pour révéler la microstructure sont différentes : en microscopie à balayage, les échantillons subissent une simple attaque chimique alors que pour les observations AFM, la microstructure est révélée par un polissage mécano-chimique. Pour révéler la microstructure, chacune de ces deux techniques va préférentiellement retirer l'une ou l'autre des deux phases du superalliage (la matrice pour l'attaque mécano-chimique, la phase γ' pour l'attaque chimique à l'eau régale). Néanmoins, chacune de ces techniques va aussi plus ou moins éliminer l'autre phase. Il en résulte que la transition entre la phase attaquée et la phase non attaquée n'est jamais très nette ce qui conduit à des mésestimations ou surestimations des quantifications de la microstructure. De plus, les profondeurs d'attaque diffèrent entre le polissage mécano-chimique et l'attaque chimique. Ces variations contribuent également à la dispersion des quantifications entre les images MEB et les images AFM.

D'autre part, la taille des zones observées (et donc quantifiées) est différente entre les images AFM et les images MEB : la taille des images sous AFM (4×4 μm^2) est bien plus petite que celle sous MEB (> à 100 μm^2).De plus, le nombre d'images MEB réalisées est nettement supérieur au nombre d'images AFM. De ce fait, la statistique sur laquelle a été quantifiée la taille moyenne des cubes de γ' à partir des images AFM est bien plus petite que celle à partir des images MEB. La plus faible statistique du nombre de mesures, couplée à l'irrégularité des précipités dans MCNG, contribue donc sans doute aux écarts de tailles de γ' entre les mesures sur images AFM et les mesures sur images MEB.

II.2.8. Discussion

Les comportements des dendrites et des interdendrites lors des indentations sont très comparables. Les mécanismes élémentaires de déformation identifiés semblent être les mêmes : glissement de dislocations a/2<110> dans la matrice γ et cisaillement des précipités par des superdislocations a<110>,

soit dissociées avec création d'une paroi d'antiphase, soit dissociées avec création d'un défaut d'empilement de surstructure. Toutefois, il existe une différence sensible entre les niveaux de dureté et donc entre les niveaux de limite élastique entre les deux zones du matériau. Pour interpréter cette différence de limite élastique, il faut donc chercher en quoi les caractéristiques spécifiques de chacune de ces zones du MCNG (composition chimique, microstructure, misfit) influent sur les mécanismes qui contrôlent leur plasticité.

L'effet de la taille de la microstructure a été mis en évidence dans de nombreuses études. L'étude bibliographique de la thèse Pessah-Simonetti [64] sur l'effet de la morphologie des précipités γ' sur les propriétés en traction des superalliages montre, qu'en règle générale, le grossissement des précipités γ' conduit à une baisse de la limite d'élasticité des superalliages en traction dans un large domaine de température (20 à 1 000°C selon l'alliage étudié). Dans ses travaux sur AM1 et MCNG, F. Diologent [35] montre que la limite élastique est d'autant plus élevée que la taille moyenne des précipités de phase γ' est petite. Ces remarques vont dans le sens d'une dureté mesurée moins élevée dans les interdendrites, là où les cubes de γ' sont les plus gros (Cf. Chapitre I). En effet, à volume de phase renforçante égal dans les dendrites et les interdendrites, la plus petite taille des particules de γ' dans les dendrites implique des couloirs de matrice plus étroits ($L_{\gamma\text{-}ZD}$ ~ 80 nm, $L_{\gamma\text{-}ZI}$ ~ 90 nm). La contrainte d'Orowan plus élevée dans les dendrites ($\sigma_{Orowan\text{-}ZD}$ ~ 94 MPa, $\sigma_{Orowan\text{-}ZI}$ ~ 83 MPa) qui en résulte, diminue la mobilité des dislocations parfaites dans γ entre les précipités de γ' et retarde ainsi le déclenchement de la plasticité. Notons que la différence de contrainte d'Orowan entre les dendrites et les interdendrites n'est pas très élevée, au même titre que la différence de niveau de dureté entre les deux zones de solidification.

L'élément Re influe vraisemblablement sur la mobilité des dislocations. En effet, il a été observé que le Re s'accumulait, sous forme de cluster, au devant les interfaces γ/γ' [74-77]. Un tel comportement serait à l'origine d'un durcissement de la matrice au voisinage immédiat des γ' puisque de tels amas de Re peuvent gêner le franchissement des interfaces par les dislocations. Ainsi, le niveau de concentration en Re plus élevé dans les dendrites, en favorisant le durcissement de la solution solide de γ, doit contribuer à l'accroissement des propriétés mécaniques des dendrites par rapport aux interdendrites. Toutefois les travaux de Diologent et Caron [35, 78] aurait tendance à montrer que des teneurs trop élevées en Re et W, éléments qui renforcent principalement la matrice γ, ne sont pas favorables à une limite élastique élevée. L'idée émise étant qu'une résistance trop élevée à la propagation des dislocations dans la matrice peut favoriser en retour le cisaillement des précipités de γ' et donc conduire à une réduction de la limite d'élasticité macroscopique, toute chose égale par ailleurs.

Toujours dans [35], les auteurs ont établi la corrélation entre la limite d'élasticité à 0.2% et le rapport des sommes de concentrations atomiques de Ti et Ta sur la concentration atomique en Al. Quel que soit le mode de dissociation des superdislocations au cœur des précipités (mode I ou II), le franchissement de l'interface γ/γ' est conditionné par l'énergie de paroi d'antiphase (EPA). Ta et Ti qui se substituent à Al dans Ni_3Al sont susceptibles d'augmenter l'EPA puisqu'il apparaît que la résistance à l'entrée et à la propagation des dislocations <110> dans les γ' augmente avec les concentrations en Ti et Ta dans les alliages. Le rapport (Ti+Ta)/Al peut donc donner une bonne estimation de l'augmentation relative de l'EPA ou du durcissement en solution solide, et donc, il peut rendre compte de l'augmentation de la limite d'élasticité dans les superalliages. En ce sens, les auteurs ont pu expliquer le niveau de limite d'élasticité plus élevé dans AM1 que dans MCNG. Si l'on considère ce critère pour MCNG, du fait de la répartition privilégiée de Ti et Ta dans les interdendrites, on trouve un rapport (Ti+Ta)/Al légèrement plus élevé dans les interdendrites (1.054) que dans les dendrites (1.053). La différence entre les rapports (Ti+Ta)/Al des deux zones oeuvrerait pour une dureté (et donc une limite d'élasticité) plus élevée dans les zones interdendritiques. Une telle remarque ne correspond pas à la tendance révélée par la nano-indentation. Cela tient probablement au fait que la différence entre les rapports (Ti+Ta)/Al est très faible entre les deux zones de solidification du MCNG. Un autre paramètre doit donc prendre le pas sur le niveau d'énergie de paroi d'antiphase pour expliquer les différences de limites élastiques entre les dendrites et les interdendrites.

Des études ont pris en compte les différences d'écart paramétrique pour expliquer les variations de limite élastique entre différents alliages [3, 79, 80]. Ces études ont toutes mis en avant une augmentation de la limite d'élasticité avec l'augmentation (en valeur absolue) du niveau d'écart paramétrique. En particulier, les travaux Ansell et al. [3, 79] comparent les effets du misfit entre γ et γ', du ratio Ti/Al et de la fraction de phase γ' sur la limite élastique d'alliages Ni-15Cr-Al-Ti-Mo (Figure II-22). Les auteurs montrent que la fraction de phase renforçante est le facteur qui influence au premier ordre la contrainte d'écoulement. Toutefois, à fraction de phase γ' égale, les effets de l'augmentation de l'EPA associée à l'accroissement du ratio Ti/Al sur la limite d'élasticité sont moins significatifs que ceux de l'écart paramétrique (Figure II-22b). Dans le cas du MCNG, nous montrons dans le paragraphe précédent (§ II.1.) que la ségrégation prépondérante des éléments réfractaires W et surtout Re dans les dendrites augmente le niveau de désaccord paramétrique entre les dendrites et les interdendrites. Si l'on suit les constations établies par Ansell et al., cet écart de misfit (plus marqué que les différences entre les ratio (Ti+Ta)/Al) agit en faveur d'une limite d'élasticité plus élevée dans les zones dendritiques.

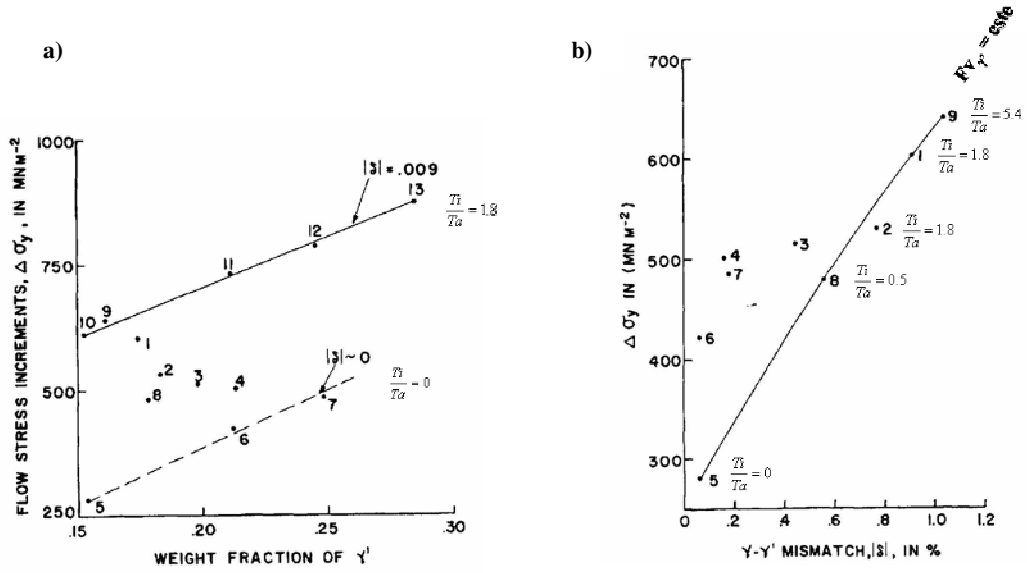


Figure II-22: Etude de l'influence de la fraction de γ', du misfit entre γ et γ' et du ration Ti/Al
a) Influence de la fraction de γ', b) Influence du misfit [79]

Enfin, la partition du Ru dans la structure dendritique peut également contribuer à expliquer le niveau de dureté plus élevé dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques. Dans [81], les effets du Ru sur la nucléation des rubans des déformation {111} <112> lors du fluage à 750°C et 750 MPa ont été étudiés. Il est montré que l'addition de Ru inhibe les mouvements de dislocations en réduisant la fréquence de nucléation des rubans de fautes d'empilement déjà observés dans [66]. En conséquence, l'activité des glissements {111} <112> est réduite, et la résistance au fluage est améliorée à température intermédiaire et sous forte contrainte. Dans le cas du MCNG, la propension du Ru à ségréger dans les zones dendritiques peut donc contribuer à l'augmentation du niveau de dureté de ces régions par rapport aux zones interdendritiques.

II.2.9. Conclusion

La réalisation d'un réseau d'indentations étendu, couvrant une zone caractéristique de la structure dendritique, a permis de mettre en évidence un niveau de dureté plus élevé dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques. La nano-indentation, associée aux cartographies de dureté, s'est révélée être une technique de mesure très précise des propriétés mécaniques du matériau à une échelle mésoscopique (structure dendritique) en parvenant à s'affranchir de l'échelle microscopique (microstructure γ/γ').

Sans qu'une étude très approfondie des mécanismes de déformation intervenant lors des indentations ait été menée, les images AFM des indentations ont permis d'avoir une idée des mécanismes mis en jeu et de montrer que ces mécanismes sont similaires dans les dendrites et les interdendrites. Ces mécanismes rappellent ceux classiquement observés dans les superalliages aux basses températures (entre 20°C et 800°C) lors des premiers instants des sollicitations en traction et en fluage. La variation d'ampleur de ces mécanismes de déformation entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques tient aux différences de composition chimique, de microstructure et de misfit entre ces zones.

II.3. Synthèse

Ce chapitre donne l'exemple des effets que peuvent avoir les ségrégations chimiques résiduelles sur les propriétés physique et mécanique du MCNG. Il a ainsi été mis en évidence une différence de misfit et de niveau de dureté entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques du matériau.

Les régions dendritiques du MCNG présentent une amplitude de désaccord paramétrique de maille bien supérieure à celle des espaces interdendritiques, et ce, à tous les niveaux de température. Les zones dendritiques présentent également un niveau de dureté plus élevé. Selon toute vraisemblance, les différences de propriétés identifiées sont le résultat des ségrégations chimiques résiduelles dans la structure dendritique et notamment de la plus forte concentration de l'élément Re dans les dendrites.

La prise en compte de ces disparités au sein du MCNG pourra se révéler intéressante lors de l'interprétation du comportement de la structure dendritique au cours des différentes sollicitations thermo-mécaniques présentées dans la suite de l'étude. En effet, de nombreuses études ont démontré le rôle essentiel que joue le niveau de misfit lors d'expositions à haute température des superalliages. Par ailleurs, au même titre que les différences de misfit entre les dendrites et les interdendrites sont conservées avec l'augmentation de la température, l'hypothèse peut être faite que les différences de dureté révélées à la température ambiante seront encore présentes à haute température attendu que les disparités de composition chimique sont encore observées après plusieurs centaines d'heures de fluage à 1 050°C [82]. Dès lors, la différence de limite d'élasticité qui est révélée par la différence de dureté (modèle de Tabor) pourra également influencer le comportement mécanique de la structure dendritique lors de la sollicitation en fluage du MCNG. (Cette hypothèse doit être confirmée par des essais de micro-indentation en température, car, à 1050°C, les mécanismes de déformation et les effets des éléments d'alliage peuvent varier par rapport à la température ambiante.)

Bibliographie du Chapitre II

1. Ardell, A.J., Philos. Mag., 1967. 16: p. 147.
2. Fredholm, A., *Monocristaux d'alliages base nickel: relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1987.
3. Grose, D.A. and G.S. Ansell, *The influence of coherency strain on the elevated temperature tensile behavior of Ni-15Cr-Al-Ti-Mo alloys.* Metallurgical Transactions A, 1981. 12A: p. 1631-1645.
4. Bruckner, U., A. Epishin, and T. Link, *Local X-ray diffraction analysis of the structure of dendrites in single crystal nickel-base superalloys.* Acta Materialia, 1997. 45: p. 5223-5231.
5. Bruckner, U., et al., *The influence of the dendritic structure on the γ/γ'-lattice misfit in the single-crystal nickel-base superalloy CMSX-4.* Materials Science and Engineering, 1998. A247: p. 23-31.
6. Caron, P. and T. Khan, *Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment.* Materials Science and Engineering, 1983. 61: p. 173-184.
7. Nathal, M.V., R.A. Mackay, and R.G. Garlick, *Temperature dependence of γ–γ' lattice mismatch in nickel-base superalloys.* Materials Science and Engineering, 1985. 75: p. 195-205.
8. Nathal, M.V., R.A. Mackay, and R.G. Garlick, *Lattice parameter variations during aging in nickel-base superalloys.* Scripta Materialia, 1988. 22: p. 1421-1424.
9. Lahrman, D.F., et al., *Investigation of techniques for measuring lattice mismatch in a rhenium containing nickel base superalloy.* Acta Metallurgica, 1988. 36(5): p. 1309-1320.
10. Royer, A. and P. Bastie, *A non destructive technique for the microstructural investigation of nickel base single crystal superlloys: High resolution of High energy synchrotron radiation.* Scripta Materialia, 1997. 36: p. 1151-1159.
11. Diologent, F., et al., *The γ/γ' mismatch in Ni based superalloys: In situ measurements during creep test.* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 2003. B 200: p. 346-351.
12. Jacques, A., F. Diologent, and P. Bastie, *In situ measurement of the lattice parameter of a Ni-base single-crystalline superalloy under variable stress.* Materials Science and Engineering, 2004. A 387-389: p. 944-949.
13. Volkl, R., U. Glatzel, and M. Feller-Kniepmeier, *Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR-99 and SC16 by convergent beam electron diffraction.* Acta Materialia, 1998. 46(12): p. 4395-4404.
14. Volkl, R., U. Glatzel, and M. Feller-Kniepmeier, *Measurement of the unconstrained misfit in the nickel-base superalloy CMSX-4 with CBED.* Scripta Metallurgica and Materialia, 1998. 38(6): p. 893-900.
15. Carroll, L.J., et al., *Elemental partitioning in Ru-containing nickel-base single crystal superalloys.* Materials science and engineering, 2007. A457: p. 292-299.
16. Carroll, L.J., et al., *High refractory, low misfit Ru-containing single-crystal superalloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2006. 37: p. 2927-2938.
17. Grosdidier, T., A. Hazotte, and A. Simon, *On the dissolution mechanisms of the γ' precipitates in nickel-based superalloys.* Scripta Materialia, 1994. 30(10): p. 1257-1262.
18. Rowland, L.J., L. Feng, and T.M. Pollock, *Microstructural stability and creep of Ru-containing nickel-base superalloys.* Superalloys 2004, ed. par K.A. Green et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2004: p. 697-706.
19. Fahrmann, M., et al., *Influence of coherency stress on microstructural evolution in model Ni-Al-Mo alloys.* Acta Metallurgica Materialia, 1995. 43(3): p. 1007-1022.
20. Pyczak, F., et al., *The influence of different elements on the developement of the γ/γ' microstucture of Ni-base superalloys during high-temperature annealing and deformation.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 3879-3891.
21. Mackay, R.A. and M.V. Nathal, *γ' coarsening in high volume fraction nickel-base alloys.* Acta Metallurgica Materialia, 1990. 38(6): p. 993-1005.

22. Nathal, M.V. and R.A. Mackay, *The stability of lamellar γ–γ′ structures.* Materials Science and Engineering, 1987. 85: p. 127-138.
23. Nathal, M.V., *Effect of initial gamma prime size on the elevated temperature creep properties of single crystal nickel base superalloys.* Met. Trans A, 1987. 18: p. 1961.
24. Hazotte, A. and J. Lacaze, *Chemically oriented γ′ plate development in a nickel base superalloy.* Scripta metallurgica, 1989. 23: p. 1877-1882.
25. Mughrabi, H. and U. Tetzlaff, *Microstructure and high-temperature strength of monocrystalline nickel-base superalloys.* Advanced Engineering Materials, 2000. 2(6): p. 319-326.
26. Tien, J.K. and S.M. Copley, *The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals.* Met. Trans., 1971. 2: p. 215-219.
27. Tien, J.K. and S.M. Copley, *The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals.* Met. Trans., 1971. 2: p. 543-553.
28. Carry, C., Thèse de doctorat, ENSMP, 1976.
29. Pineau, A., *Influence of Uniaxial Stress on the Morphology of Coherent Precipitates During Coarsening--Elastic Energy Considerations.* Acta Metallurgica, 1976. 24(6): p. 559-564.
30. Volek, A., et al., *Partitionning of Re between γand γ′ phase in nickel-base superalloys.* Scripta Materialia, 2005. 52: p. 141-145.
31. Epishin, A., et al., *Kinetics of the topological inversion of the γ′/γ microstructure during creep of a nickel-based superalloy.* Acta Materialia, 2001. 49: p. 4017-4023.
32. Zhang, J.X., et al., *Dependence of creep strengh on the dislocations in a fourth generation SC superalloy TMS-138.* Scripta Materialia, 2003. 48: p. 287-293.
33. Zhang, J.X., et al., *Interfacial dislocation networks strengthening a fourth generation single-crytal TMS-138 superalloy.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2002. 33A.
34. Zhang, J.X., et al., *The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 4623-4633.
35. Diologent, F., *Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002.
36. Kuhn, H.A., et al., *An X-ray study of creep deformation induced changes of the lattice mismatch in the γ′-hardened monocrystalline nickel-base superalloy SRR-99.* Acta Metallurgica Materialia, 1991. 39(11): p. 2783-2794.
37. Pyczak, F., S. Neumeier, and M. Goken, *Influence of the lattice misfit on the internal stress and strain states before and after creep investigated in nickel-base superalloys containing rhenium and ruthenium.* Materials Science and Engineering, 2009. A 510-511: p. 295-300.
38. Nash, A. and P. Nash, *Ni-Re (nickel-rhenium) system.* Bull. Alloy Phase Diagrams, 1985. 6: p. 348-350.
39. Nash, P., *Ni-Ru (nickel-ruthenium) system.* Bull. Alloy Phase Diagrams, 1986. 7: p. 130-133.
40. Mishima, Y., S. Ochiai, and T. Suzuki, *Lattice parameters of Ni(γ), Ni3Al(γ′) and Ni3Ga(γ′) solid solutions with additions of transition and B-subgroup elements.* Acta Metallurgica, 1985. 33(6): p. 1161-1169.
41. Schulze, C. and F.-K. M, *Transmission electron microscopy of phase composition and lattice misfit in the Re-containing Ni-base superalloy CMSX-10.* Materials Science and Engineering, 2000. A281: p. 204-212.
42. Bruckner, U., A. Epishin, and G. Nolze, *Determination of the sign of the γ′/γ-misfit in nickel-base superalloys by use of spectral impure Cu(Cr) radiaton.* Scripta Materialia, 1997. 36(11): p. 1279-1282.
43. Wanderka, N. and U. Glatzel, *Chemical composition measurements of a nickel-base superalloy by atom probe field microscopy.* Materials Science and Engineering, 1995. A 203: p. 69-74.
44. Feller-Kniepmeier, M. and T. Link, *Dislocation structures in γ-γ′ interfaces of the single-crystal superalloy SRR 99 after annealing and high temperature creep.* Materials Science and Engineering, 1989. A113: p. 191-195.

45. Schulze, C. and M. Feller-Kniepmeier, *Phase compositions and lattice misfit in CMSX-11B partition coefficients in single crystal nickel base superalloys.* Scripta Materialia, 2001. 44: p. 731-736.
46. Epishin, A., et al., *Influence of small rhenium additions on the lattice spacing of nickel solid solution.* Scripta Materialia, 2003. 48: p. 455-459.
47. Diologent, F. and P. Caron, *On the creep behavior at 1033K of new generation single-crystal superalloys.* Materials Science and Engineering, 2004. A385: p. 245-257.
48. Epishin, A., et al., *Effects of segregation in nickel-base superalloys: dendritic stresses.* Superalloys 2004, ed. par K.A. Green et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2004: p. 537-543.
49. Caron, P., *High γ' solvus new generation Ni based superalloys for single crystal turbine blade applications.* Superalloys 2000, ed. par T.M. Pollock et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2000: p. 737-746.
50. Carroll, L.J., L. Feng, and T.M. Pollock, *Interfacial dislocation networks and creep in directional coarsened Ru-containing nickel-base single-crystal superalloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2008. 39: p. 1290.
51. Epishin, A., T. Link, and G. Nolze, *SEM investigation of interfacial dislocations in mickel-base superalloys.* Journal of Microscopy, 2007. 228: p. 110-117.
52. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
53. Muller, L., T. Link, and M. Feller-Kniepmeier, *Temperature dependence of the thermal lattice mismatch in a single crystal nickel-base superalloy measured by neutron diffraction.* Scripta Metallurgica and Materialia, 1992. 26: p. 1297-1302.
54. Göken, M. and M. Kempf, *Microstructural properties of superalloys investigated by nanoindentations in an atomic force microscope.* Acta Materialia, 1999. 47(3): p. 1043-1052.
55. Durst, K. and M. Göken, *Micromechanical characterisation of the influence of rhenium on the mechanical properties in nickel-base superalloys.* Materials Science and Engineering, 2004. A 387-389: p. 312-316.
56. Sawant, A. and S. Tin, *High temperature nanoindentation of a Re-bearing single crystal Ni-base superalloy.* Scripta Materialia, 2008. 58: p. 275-278.
57. Veyssière, P., *Yield stress anomalies in ordered alloys: a review of microstructural findings and related hypotheses.* Materials Science and Engineering, 2001. A309-310: p. 44-48.
58. Veyssière, P. and G. Saada, *The peak of flow stress in the L12 structure and the elimination of Kear-Wilsdorf locks.* Materials Science and Engineering, 1993. A164: p. 281-285.
59. Woirgard, J., et al., *A new technology for nanohardness measurements: principle and applications.* Surface and Coatings Technology, 1998. 100-101: p. 103-109.
60. Woirgard, J., et al., *Study of the mechanical properties of ceramic materials by the nanoindentation technique.* Journal of the European Ceramic Society, 1998. 18: p. 2297-2305.
61. Woirgard, J. and J.C. Dargenton, *An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation measurements.* Journal of Matererials Research, 1997. 12: p. 2455-2458.
62. Pharr, G.M. and A. Bolshakov, *Understanding nanoindentation unloading curves.* Journal of Matererials Research, 2002. 17: p. 2660.
63. Ulm, F.J., et al., *Statistical indentation techniques for hydrated nanocompsites: concrete, bone, and shale.* J. Am. Soc., 2007. 90(9): p. 2677-2692.
64. Pessah-Simonetti, M., *Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 1994.
65. Caron, P., T. Khan, and P. Veyssière, *On the shearing by superlattice stacking faults in superalloys.* Phil. Mag. A, 1988. 57(6): p. 859-875.
66. Rae, C.M.F. and R.C. Reed, *Primary creep in single crystal superalloys:Origins, mechanisms and effects.* Acta Materialia, 2007. 55: p. 1067-1081.
67. Miner, R.V., et al., *Orientation and temperature dependence of some mechanical prperties of the single crystal nickel-base superalloy rené N4: Part I. Tensile behavior.* Met. Trans A, 1986. 17: p. 491-496.

68. Milligan, W.W. and S.D. Antolovich, *The mechanisms and temperatue dependence of superlattice stacking fault formation in the single-crystal superalloy PWA 1480.* Met. Trans A, 1991. 22: p. 2309-2318.
69. Tabor, D., *The physical meaning of indentation and scratch hardness.* Brit. J. Appl. Phys., 1956. 7: p. 159.
70. Tabor, D., *Hardness of metals.* Oxford:Oxford University Press, 1951.
71. Larsson, P.-L., *Investigation of sharp contact at rigid-plastic conditions.* International Journal of Mechanical Sciences, 2001. 43: p. 895-920.
72. Busby, J.T., M.C. Hash, and G.S. Was, *The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels.* Journal of Nuclear Materials, 2005. 336: p. 267-278.
73. Cheng, Y.-T. and C.-M. cheng, *Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids.* International Journal of solids and Structures, 1999. 36: p. 1231-1243.
74. Blavette, D., P. Caron, and T. Khan, *An atom probe investigation of the role of rhenium additions in improving creep resistance of Ni-base superalloys.* Scripta Metallurgica Materialia, 1986. 20: p. 1395-1400.
75. Blavette, D., P. Caron, and T. Khan, *An atom-probe study of some fine-scale microstructural features in Ni-based single crystal superalloys.* Superalloys 1988, 1988: p. 305-314.
76. Warren, P.J., A. Cerezo, and G.D.W. Smith, *An atome probe study of the distribution of rhenium in a nickel-based superalloy.* Materials science and Engineering, 1998. A250: p. 88-92.
77. Rusing, j., et al., *Rhenium distribution in the matrix and near the particle-matrix interface in a model Ni-Al-Ta-Re superalloy.* Scripta Materialia, 2002. 46: p. 235-240.
78. Diologent, F. and P. Caron, *Creep behaviour at 760°C of two nickel-based single crystal superalloys.* Materials Science Forum, 2003. 426-432.
79. Miller, R.F. and G.S. Ansell, *Low temperature mechanical behavior of Ni-15Cr-Al-Ti-Mo alloys.* Metallurgical Transactions A, 1977. 8A: p. 1979-1991.
80. Miner, R.V., *The effects of composition and γ/γlattice parameter mismatch on the critical on the critical resolved shear stresses for Octahedral and cube slip in NiAlCrX alloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 1997. 28A: p. 1011-1020.
81. Tsuno, N., et al., *Effect of ruthenium on creep strength of Ni-base single-crystal superalloys at 750°c and 750 MPa.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2009. 40: p. 269-272.
82. Neumeier, S., F. Pyczak, and M. Goken, *The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the γand γ′ phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behavior.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 109-119.

Chapitre III

Dissolution de la phase γ' à très haute température : caractérisation et modélisation

III.1. Données bibliographiques 76

III.2. Essais de dissolution de la phase γ' à 1 200°C et 1 250°C 78

III.2.1. Méthodes expérimentales 78
a. Maintiens en température 78
b. Quantification de la fraction de précipités γ' 79

III.2.2. Microstructures de dissolution 79
a. Evolutions de la phase γ' lors des maintiens à 1 200°C et 1 250°C 79
b. Différences de comportement entre les dendrites et les interdendrites 83

III.2.3. Evolution de la fraction de γ' 85

III.3. Discussion sur la dissolution hétérogène dans la structure dendritique 88

III.3.1. Effets des ségrégations chimiques et relations avec la dissolution de γ' 88
a. Effets sur le diagramme d'équilibre et relations avec la dissolution de γ' 88
b. Effets sur la cinétique de diffusion et relations avec la dissolution de γ' 89
c. Effets sur les champs de contrainte élastique et relations avec la dissolution de γ' 90
d. Effets sur la morphologie des précipités de γ' et relations avec la dissolution de γ' 91

III.3.2. Modélisation de la dissolution 91
a. Description du modèle de dissolution 92
b. Interprétation des résultats du modèle de dissolution 94
c. Conclusions 98

III.4. Synthèse 99

Bibliographie du Chapitre III 101

Les simulations des régimes d'urgence OEI, qui seront étudiés au chapitre V, consistent à inclure une surchauffe à 1 200°C au cours d'un essai de fluage à 1 050°C. Le passage à 1 200°C induit une décroissance de la fraction de phase γ' (dissolution) qu'il est essentiel de quantifier pour pouvoir interpréter et modéliser le comportement du MCNG après la surchauffe. L'évolution avec la température de la fraction volumique de phase γ' à l'équilibre thermodynamique a fait l'objet de nombreux travaux. Toutefois, la durée des surchauffes OEI est très courte, elle n'excède pas 150 secondes. Une surchauffe OEI est typiquement un transitoire thermique au cours duquel la fraction d'équilibre de phase γ' à 1 200°C n'est pas atteinte.

Ce chapitre décrit donc les résultats de maintiens courts à 1 200°C et 1 250°C, qui ont été réalisés de façon à obtenir la cinétique d'évolution de la fraction de phase γ' jusqu'à l'équilibre thermodynamique. La dissolution lors des différents essais de maintien en température est caractérisée en terme de fraction de phase γ' et de morphologie des précipités. Une modélisation de la dissolution est également proposée afin d'évaluer l'influence respective des différents (nombreux) paramètres qui interviennent dans le mécanisme de dissolution des précipités.

III.1. Données bibliographiques

En l'absence de chargement mécanique, lorsqu'un superalliage à base de nickel est exposé à une température supérieure à 950°C, la phase γ' se dissout et la fraction de phase γ' peut éventuellement atteindre 0 si la température atteint la température de solvus. La dissolution de la phase γ' dans les superalliages est donc inévitable aux niveaux de température rencontrés en fonctionnement dans les turbines haute pression. Dans un souci d'interprétation du comportement et de prédiction des durées de vie, il est donc important de déterminer dans quel état de précipitation se trouve un superalliage pour une température et un temps d'exposition donnés.

De nombreuses études ont établi, pour différents superalliages, les courbes de dissolution de la phase γ' à l'équilibre thermodynamique entre la température ambiante et la température de solvus [1-7] (Figure III-1). Les points de ces courbes sont obtenus après de longs temps de maintien aux différentes températures de façon à ce que puisse être atteint l'équilibre thermodynamique. De telles courbes ne sont pas suffisantes pour caractériser la dissolution des précipités ($\gamma' \rightarrow \gamma$) pendant les régimes OEI, puisqu'une surchauffe OEI ne dure que quelques secondes (de 30 à 150s) ; le phénomène de dissolution est alors dans une phase transitoire loin de l'équilibre thermodynamique.

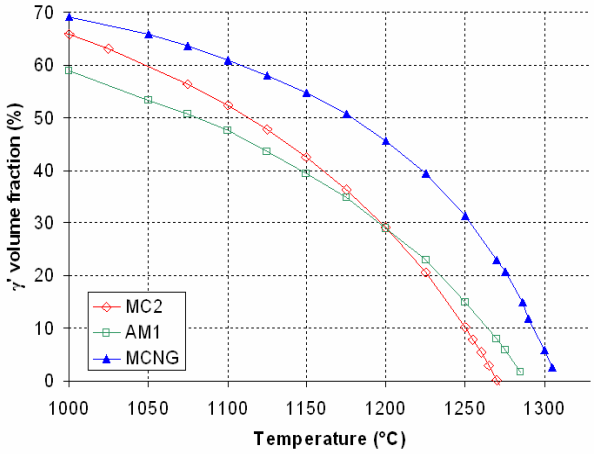


Figure III-1: Evolution de $Fv_{\gamma'}$ à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température de maintien dans AM1, MC2 et MCNG [3]

Peu d'études ont porté sur les régimes transitoires de l'évolution de la fraction de phase γ'. Grosdidier et al. [8, 9] ont notamment observé l'évolution de la phase γ' et les mécanismes de cette évolution en trempant AM1 et CMSX-2 au cours de chauffes au-delà de 1 100°C ou lors de maintiens de 80 à 90 min à 1 240°C. Les auteurs ont pu constater que la dissolution des précipités de γ' ne consiste pas en un amincissement continu du contour de chaque précipité, mais que les précipités se dissolvent par paquets : alors que dans certaines zones les précipités se sont dissous, dans d'autres, les précipités restent stables, bien alignés et totalement cohérents avec la matrice. La sélection des précipités qui se dissolvent en premier est attribuée à des différences de stabilité locale associées aux interactions élastiques dans le matériau. Lorsque la trempe intervient après quelques dizaines de minutes à 1 240°C, les contraintes de cohérence, induites par le misfit entre les deux phases du matériau, sont relaxées par les dislocations d'interface (1/2 <011>). Les précipités ont alors perdu leur cohérence et sont sphériques. La perte de cohérence des précipités qui se fait par accrochage de dislocations aux interfaces γ/γ' produit une forte décroissance de l'énergie élastique par relaxation élastique. Cette perte de cohérence, qui requiert le mouvement de dislocations, intervient donc préférentiellement à haute température et/ou pour de long temps de traitement. Ce processus est fortement accentué (et assisté) par l'application d'une contrainte extérieure [3, 8, 10].

Lors de sa thèse sur l'étude des régimes d'urgence OEI sur l'alliage MC2, J. Cormier [3, 11] a précisément étudié l'effet de maintiens courts à très haute température sur la fraction de phase γ'. Il a en particulier déterminé les cinétiques de dissolution des précipités de γ' jusqu'à l'équilibre thermodynamique à différentes températures (1 100, 1 150 et 1 200°C) avec ou sans chargement mécanique appliqué. Il est ressorti de cette étude que les cinétiques de dissolution sont d'autant plus

rapides que la température et le chargement mécanique sont élevés : la dissolution de la phase γ' est donc thermiquement activée et accélérée par l'application d'une contrainte mécanique. Le chargement mécanique semble impliquer une modification de l'équilibre thermodynamique, attendu que, pour une température donnée, la fraction de phase γ' à l'équilibre thermodynamique est plus faible lorsqu'un chargement mécanique est appliqué.

Les essais de dissolution qui ont été menés sur MCNG et qui sont décrits dans les paragraphes qui suivent reprennent la méthodologie expérimentale employée dans [3].

III.2. Essais de dissolution de la phase γ' à 1 200°C et 1 250°C

Afin de caractériser la dissolution de la phase γ' jusqu'à l'équilibre thermodynamique, des maintiens courts à très haute température, 1 200°C et 1 250°C, ont été réalisés pour des temps allant de 5 à 90 minutes. Les essais de dissolution ont tous été réalisés sur des échantillons de MCNG issus du lot 1.

III.2.1. Méthodes expérimentales

a. Maintiens en température

Les maintiens en température sont effectués dans un four à lampes qui fournit des vitesses de montée aux températures d'essai relativement rapides, limitant l'évolution de la phase γ' pendant le temps nécessaire pour atteindre la température cible.

La procédure de montée en température est la suivante :

- → Saut en température de l'ambiante à 800°C
- → Montée en température de 800°C jusqu'à la température cible suivant une rampe à 50°C/min
- → Maintien à la température cible pendant 5 à 90 minutes
- → Refroidissement en éteignant les lampes (de l'ordre de $10°C.s^{-1}$)

La régulation thermique est directement effectuée sur l'échantillon dans lequel un alésage de 1 mm a été usiné pour y positionner le thermocouple de régulation.

b. Quantification de la fraction de précipités γ'

Une fois refroidis, les échantillons de MCNG sont polis mécaniquement jusqu'au spray diamanté 1 µm. La microstructure γ/γ' est ensuite révélée par une attaque chimique à l'eau régale (66 % de HCl et 33 % de HNO_3). Cette attaque chimique dissout la phase γ' pour ne laisser visible que les couloirs de matrice γ: c'est une attaque chimique dite négative.

La quantification de la dissolution des précipités de γ' a été réalisée par analyse d'images. Le taux surfacique $Fs_{\gamma'}$ en précipités de phase γ' est déterminé, puis la fraction volumique $Fv_{\gamma'}$ est calculée, pour les structures cubiques, à l'aide de la relation $Fs_{\gamma'} = Fv_{\gamma'}^{2/3}$ [1].

Les fractions surfaciques de phase γ' ont été déterminées à l'aide du logiciel d'analyse d'images Visilog®. La séquence de traitement des images a été la suivante :

- → Lissage des contours
- → Inversion des contrastes (pour compenser l'attaque négative)
- → Accentuation des contrastes
- → Seuillage semi-manuel et binarisation de l'image
- → Erosion et reconstruction de l'image afin d'éliminer les petits précipités des couloirs de matrice, précipités qui se forment lors du refroidissement depuis la matrice sursaturée en éléments γ'-gènes [8, 9, 11]
- → Quantification de la fraction de phase γ'

Dans le but d'obtenir une bonne statistique, 5 à 10 images ont été analysées pour chacune des conditions de sollicitation. Les valeurs de fraction surfacique (ou volumique) données sont donc les moyennes de ces observations, l'incertitude étant représentée par l'écart entre la moyenne et la valeur extrémale mesurée dans une condition d'essai. L'erreur sur les fractions de γ' liée à la méthode de quantification a été estimée à +/- 3% [11].

III.2.2. Microstructures de dissolution

a. Evolutions de la phase γ' lors des maintiens à 1 200°C et 1 250°C

Les microstructures obtenues pour les différents temps de maintien sont présentées sur la Figure III-3 pour la température 1 200°C et sur la Figure III-4 pour la température 1 250°C. Ces microstructures sont à comparer avec la microstructure initiale du matériau (Figure III-2).

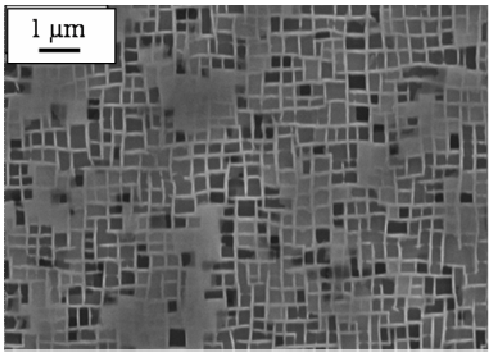


Figure III-2: Microstructure initiale (Lot 1)

Pour de faibles temps de maintien, la dissolution des précipités de γ' s'amorce aux coins des précipités, initialement cubiques (Figure III-3a, Figure III-4a). Ceci est lié aux déformations élastiques du réseau cristallin qui résultent du désaccord paramétrique entre les deux phases du matériau. En effet, les angles des précipités sont les zones présentant les niveaux de contrainte interne les plus élevés [12-14]. Aux températures considérées, ces contraintes internes sont rapidement relaxées par l'introduction de dislocations de misfit [8]. Les dislocations viennent d'abord se développer aux coins des γ' (Figure III-5), puis elles s'arrangent en réseaux et couvrent toute l'interface γ/γ' (Figure III-6). Au fur et à mesure que ces réseaux de dislocations d'interfaces se développent, les précipités perdent leur cohérence avec la matrice et deviennent sphériques (Figure III-3b, Figure III-4c et d, Figure III-6b).

Malgré tout, la dissolution des précipités ne se fait pas de manière homogène par un amincissement uniforme du contour de tous les γ' mais par une dissolution préférentielle de certains précipités (Figure III-4b, c et d, flèches en trait plein).

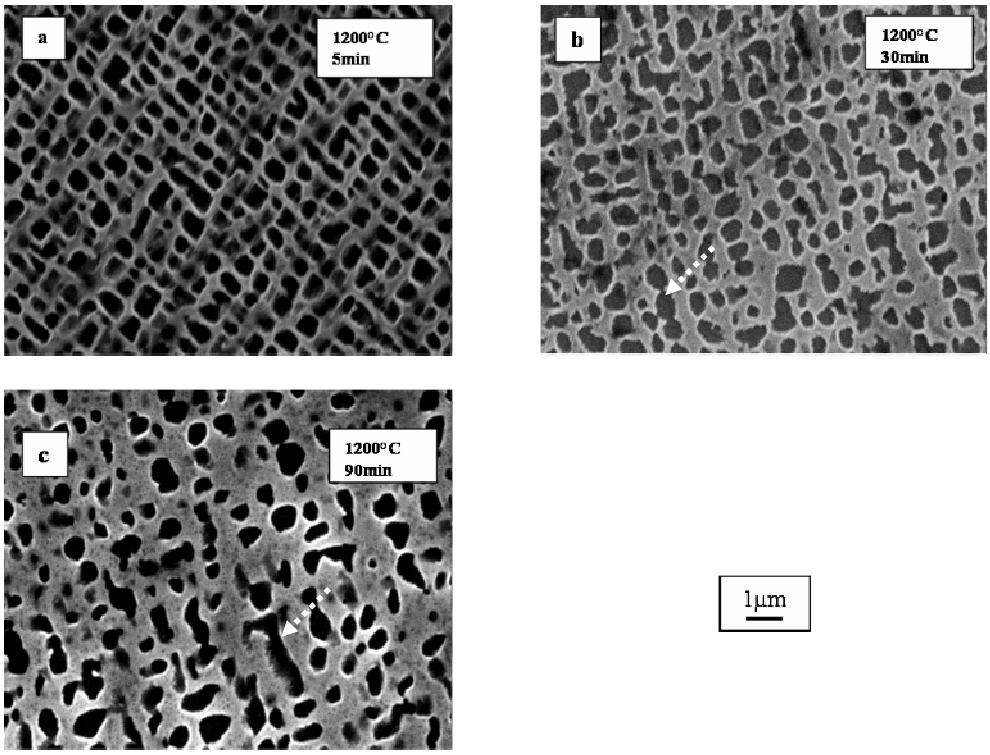


Figure III-3 : Microstructures pour différents temps de maintiens à 1 200°C
a - 5 min; b - 15 min; c - 90 min (γ en gris clair, Flèches pointillées = coalescence)

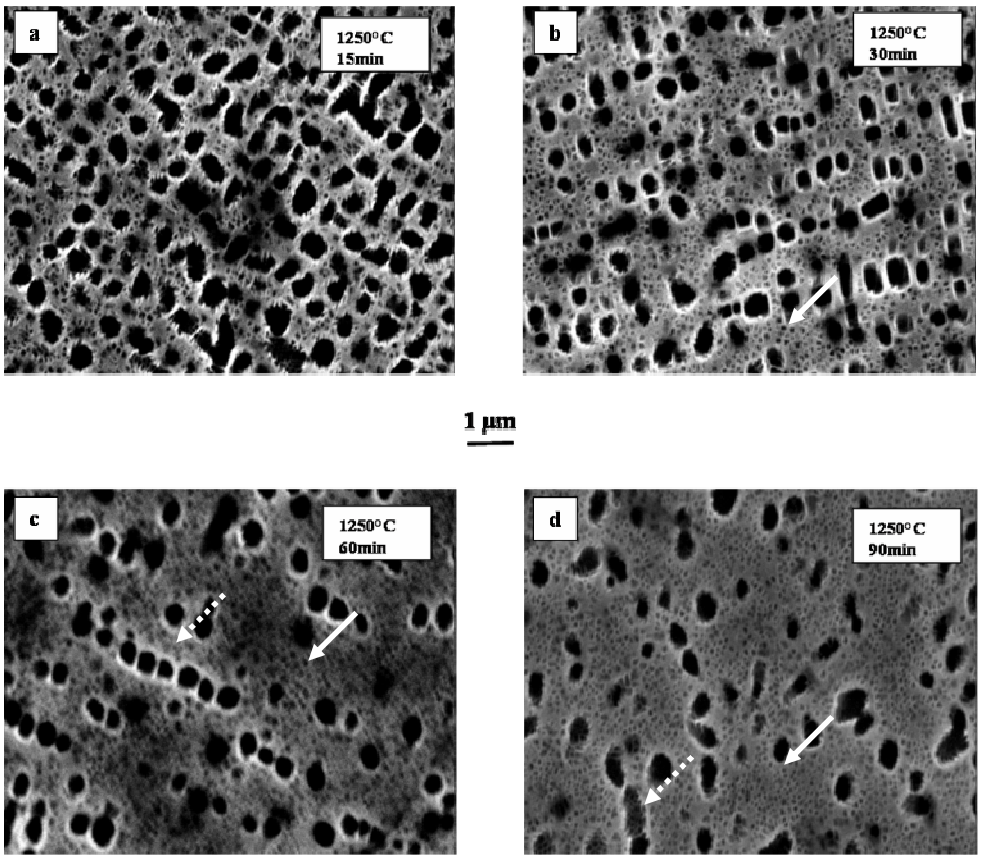


Figure III-4 : Microstructures pour différents temps de maintiens à 1 250°C
a – 15 min, b – 30 min, c – 60 min, d – 90 min
(γ en gris clair, Flèches pointillées = coalescence, Flèches continues = zones dissoutes)

Une coalescence des précipités peut aussi être observée (Figure III-3b et c, et Figure III-4c et d, flèches en trait pointillé). En l'absence de chargement, la coalescence entre des cubes voisins se fait suivant les directions cristallographiques « molles » <001> du matériau, sans que l'une d'elles ne soit à priori privilégiée. Ce type de coalescence a déjà été observé dans différents superalliages et résulte, en l'absence de chargement mécanique, de la relaxation du désaccord paramétrique entre γ et γ' [3, 15-17].

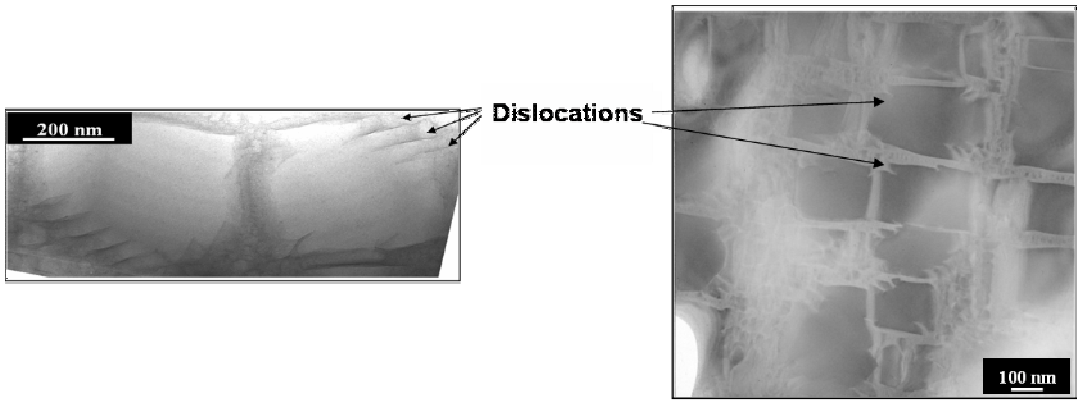


Figure III-5: Empreintes des dislocations de misfit autour des précipités de γ' après 30 min à 1 250°C : les dislocations sont un court-circuit de diffusion et favorisent la dissolution des précipités (MET)

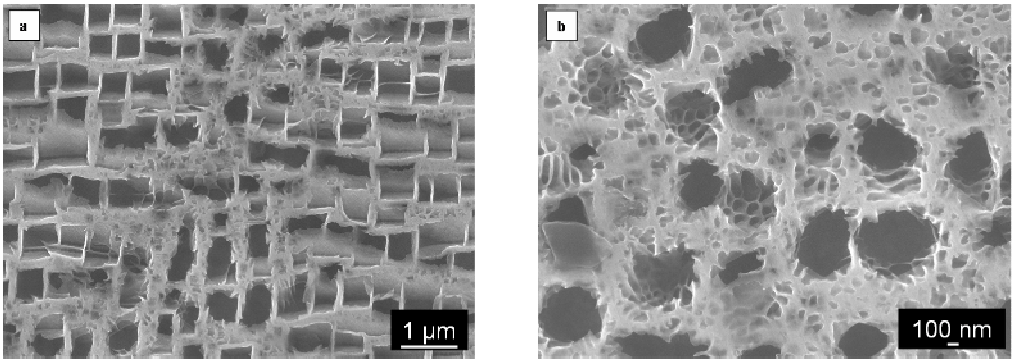


Figure III-6: Images Feg des dislocations d'accommodation du misfit à 1 250°C
a) mise en évidence de la dissolution hétérogène, b) Précipités sphériques incohérents

Sur plusieurs microstructures, on peut observer une fine reprécipitation de γ' dans les couloirs de matrice (Figure III-3c, et Figure III-4a, b, c et d). Ces petits précipités se forment lors du refroidissement [8, 9, 11]. Leur formation résulte de la germination/croissance à partir des éléments γ'-gènes présents dans la matrice à haute température. Lorsque la cinétique de refroidissement est suffisamment faible, les germes croissent et de petits précipités de phase γ' sont formés. Cette fine reprécipitation est éliminée lors du traitement d'image et n'est pas prise en compte lors des estimations de fraction de γ' puisqu'elle n'est pas représentative de la microstructure à 1 250°C.

Les observations qui viennent d'être faites sur l'évolution de la microstructure γ' sont similaires pour les deux températures de maintien et sont tout à fait semblables au comportement déjà décrit pour

les superalliages de générations précédentes [3, 8, 9, 11]. A ces niveaux de température très élevés, la fraction de phase γ' décroît rapidement avec le niveau de température et le temps d'exposition. Qualitativement, plus le niveau de température est élevé et plus la dissolution se produit rapidement. Il ressort de ces premières observations que le processus de dissolution et l'évolution de la morphologie des précipités de γ' sont fortement influencés par la présence des champs de déformation associés au misfit des précipités initialement cohérents dans le MCNG [8, 9].

b. Différences de comportement entre les dendrites et les interdendrites

Outre les caractéristiques générales du processus de dissolution décrites au paragraphe précédent, une phénomène marquant est apparu : certaines zones relativement étendues des échantillons présentent une fraction de précipités significativement plus faible que d'autres. Le phénomène a pu être observé à 1 200°C et 1 250°C, et il est particulièrement visible pour les maintiens d'au moins 30 minutes à 1 250°C. Dans ces conditions, un écart jusqu'à 10 points de fraction volumique de phase γ' peut être mesuré entre deux zones.

Une étude de la répartition des éléments chimiques à la surface de 3 échantillons de dissolution a été effectuée grâce à des analyses EDSX sous MEB. Ces 3 échantillons avaient subi un maintien de une heure à 1 250°C. Plusieurs pointés de mesure EDSX ont été réalisés dans différents cœurs de dendrites et dans les espaces interdendritiques adjacents. Pour chaque pointé, les concentrations massiques en Re ont été relevées. Comme observé au chapitre I, les concentrations les plus importantes en Re sont observées dans les dendrites (Figure III-7). Il est intéressant de signaler que le maintien à 1 250°C n'a pas fait évoluer l'homogénéisation des ségrégations chimiques dans le MCNG.

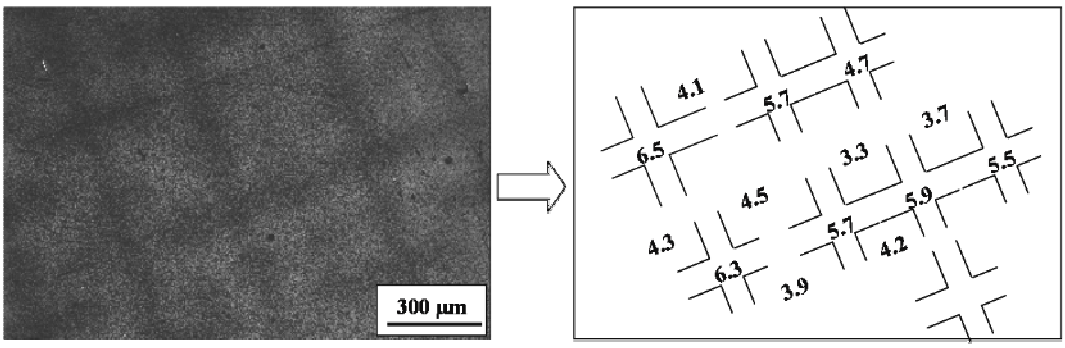


Figure III-7 : Exemple de mesures ponctuelles de concentrations en Re dans des dendrites et les interdendrites adjacentes
a) Image MEB en mode électrons rétrodiffusés
b) Concentrations massiques en Re associées

Parallèlement à ces analyses chimiques, des images MEB des microstructures de dissolution des zones étudiées à l'EDSX ont été réalisées. La distribution de Re a pu être reliée à la fraction surfacique de précipités de γ' (Figure III-8). Il apparaît clairement que la fraction de γ' dissoute peut être corrélée avec le taux de Re présent dans la zone étudiée et donc avec la position dans la structure dendritique.

C'est donc dans les zones les plus riches en Re, à savoir les dendrites, que la dissolution des précipités de γ' est la plus marquée (Figure III-9).

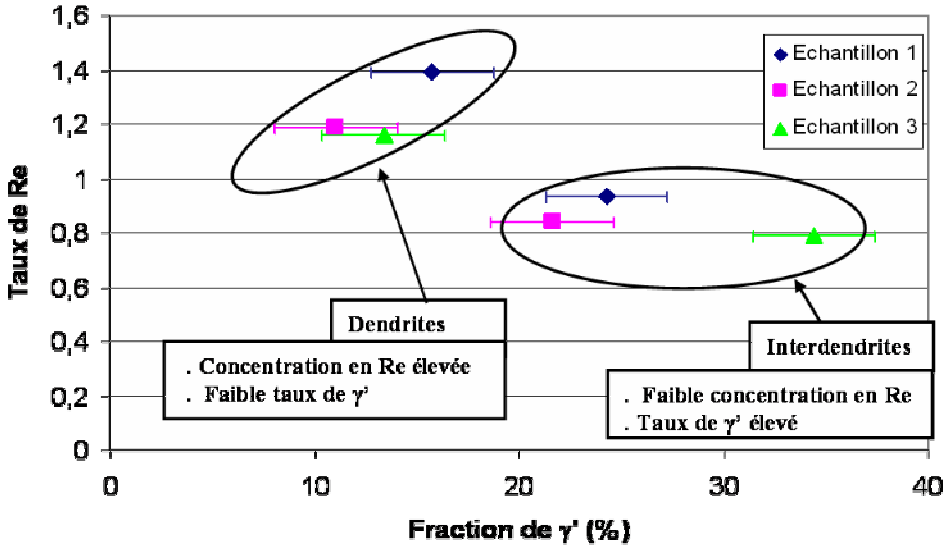


Figure III-8: Relation entre la concentration en Re et le taux de précipités de γ' après maintien à 1250°C
(Sur l'axe des ordonnés, pour chaque échantillon, le taux de Re est normé par le taux moyen de Re sur la surface analysée)

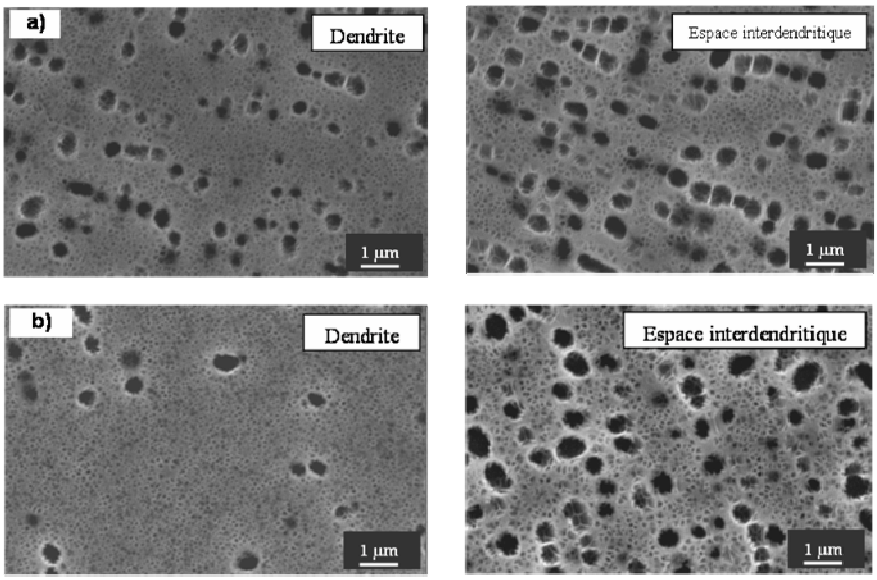


Figure III-9: Microstructures dans les dendrite et les espaces interdendritiques
a) après 60 min à 1 250°C, b) 90 min à 1 250°C

Les observations qui viennent d'être faites dans ce paragraphe peuvent paraître paradoxales avec le fait que l'élément Re est connu pour diminuer les cinétiques de diffusion. Cependant, les éléments γ'-gènes, tels que Ti et Ta, ségrègent préférentiellement dans les espaces interdendritiques et vont avoir tendance à stabiliser la phase γ' dans ces zones lors des maintiens à haute température. On perçoit là que les effets de disparité de composition chimique dans le MCNG peuvent avoir des effets antagonistes. Ils doivent donc être discutés avec attention afin de pouvoir expliquer l'hétérogénéité de dissolution de la phase γ' qui a pu être observée. Ce sera l'objet du paragraphe III.3.

III.2.3. Evolution de la fraction de γ'

Le Tableau III-1 et la Figure III-10 présentent les résultats expérimentaux issus des maintiens isothermes à 1 200°C et 1 250°C. A 1 200°C, il a parfois pu être observé une différence de dissolution entre les dendrites et les interdendrites. Toutefois ces observations n'ont pas été systématiques et les différences en termes de fractions de γ' sont restées de l'ordre de la dispersion de mesure de la méthode de quantification (+/- 3%). Dans la suite, les résultats des quantifications de fraction de phase γ' à 1 200°C sont donc moyennés sur les dendrites et les interdendrites.

La cinétique de dissolution de la phase γ' augmente avec la température. En effet, pour un même temps d'exposition, la fraction de phase γ' est plus faible dans les échantillons maintenus à 1 250°C qu'à 1 200°C. On mesure également un effet de la dissolution plus marqué dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques à 1 250°C.

Quelle que soit le température de maintien ou les régions observées, la fraction de γ' semble tendre vers une valeur asymptotique pour les temps d'exposition les plus longs. Cette valeur est sensée définir l'équilibre thermodynamique à la température considérée et doit permettre de reconstruire les courbes de fraction volumique de γ' en fonction de la température présentées à la Figure III-1. Si l'on constate que la fraction de γ' à l'équilibre thermodynamique à 1 200°C est bien supérieure à celle à 1 250°C, en revanche, les fractions volumiques de précipités obtenues à l'équilibre thermodynamique sont inférieures à celles prises en considération à la Figure III-1.

Une partie de l'écart entre les valeurs peut être imputée à la méthode de quantification, l'autre à l'attaque chimique négative qui a été employée pour révéler les microstructures. En effet, la quantification par analyse d'image, par rapport aux autres méthodes de quantification comme la diffraction RX hautes énergies ou la sonde atomique [1], peut amener à sous-estimer les fractions volumiques de phase γ' quantifiées [8, 9, 18]. De plus, la quantification par analyse d'image peut ne pas conduire tout à fait aux mêmes résultats suivant l'appréciation de l'auteur et sa façon de procéder au

seuillage de l'image. Enfin, l'attaque négative à l'eau régale, qui a été utilisée pour révéler les microstructures, élimine les précipités de γ' pour ne laisser que les couloirs de matrice. De ce fait, il est possible que l'analyse d'image surestime la largeur des couloirs de γ au désavantage de la fraction de précipités.

Température de maintien (°C)	**Temps de maintien (min)**	**$F_{v\gamma'}$ (%)**	
		Dendrites	**Interdendrites**
1 200	0	66	
	15	52	
	30	37	
	60	32.5	
	90	30	
1 250	0	66	66
	15	29,5	33
	30	19	27
	60	19	28
	90	14	24

Tableau III-1: Fractions volumiques de γ' pour divers temps de maintiens à 1 200°C et 1 250°C

Partant des constatations expérimentales (Tableau III-1), les courbes de dissolution de la phase γ' ont été interpolées, à l'aide du logiciel Origin®, par une courbe de type exponentielle décroissante avec une valeur asymptotique (Figure III-10). L'équation de l'interpolation est présentée dans Eq. III-1.

$$Fv_{\gamma'} = F_{eq} + \left(F_0 - F_{eq}\right)\exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \qquad \textbf{Eq. III-1}$$

Où, F_{eq}, τ et F_0 sont respectivement le taux de phase γ' à l'équilibre thermodynamique, la constante de temps de la dissolution et la fraction de γ' initiale après les traitements thermiques standards (F_0 = 66%, cf. Chapitre I). Les coefficients F_{eq} et τ, identifiés à partir des résultats expérimentaux des quantifications de microstructures (Tableau III-1), sont reportés dans le Tableau III-2.

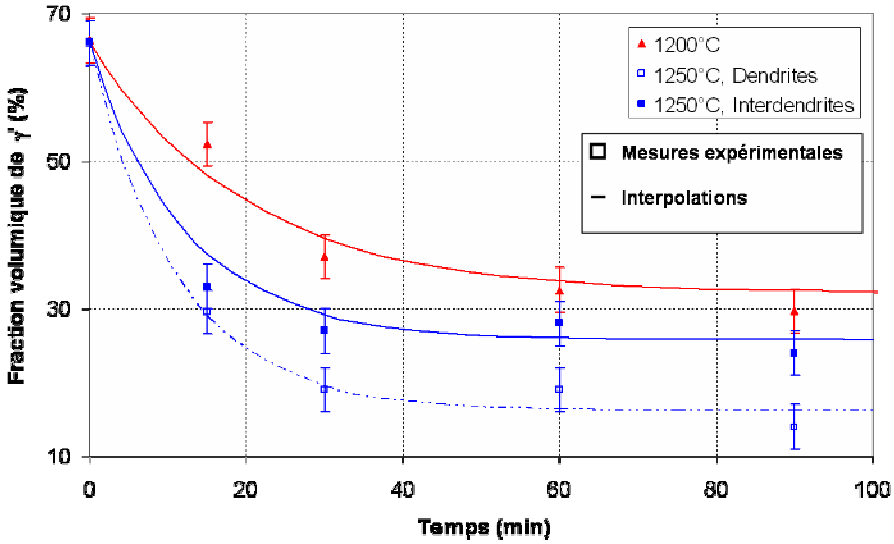


Figure III-10: Fractions volumiques mesurées et interpolation de l'évolution de Fv_γ en fonction du temps de maintien à 1 200°C et 1 250°C

T (°C)	F_{eq} (%)	τ (min)
1 200	32	20
1 250 - Dendrites	16,5	11
1 250 - Interdendrites	26	12

Tableau III-2: Coefficients de l'interpolation des courbes de dissolution dans MCNG à 1200°C et 1250°C

Les constantes de temps identifiées confirment que la dissolution est plus lente à 1 200°C (τ_{1200} = 20 min) qu'à 1 250°C (τ_{1250} ~ 10 min). La constante de temps de la dissolution est du même ordre dans les dendrites et les interdendrites à 1 250°C (quoique légèrement plus faible pour les dendrites).

Les résultats obtenus à 1 200°C ont été comparés avec ceux obtenus dans les même conditions expérimentales sur l'alliage MC2 [3]. Le MCNG présente une constante de temps de dissolution plus grande que celle identifiée pour l'alliage de première génération ($\tau_{1200\text{-}MC2}$ = 17 min, [3]). Cela signifie que, à la même température, la dissolution se fait plus lentement dans le MCNG. On peut voir là l'effet du Re sur les cinétiques de diffusion entre un alliage de 1ère génération, ne contenant pas du tout de Re, et un alliage de 4ème génération, contenant une part relativement élevée de l'élément.

III.3. Discussion sur la dissolution hétérogène dans la structure dendritique

La dissolution de la phase γ', en l'absence de chargement mécanique, est gouvernée par la diffusion, qui peut être assistée par les champs de déformation élastique initialement présents dans le matériau. De tels processus peuvent être influencés par les différences de composition chimique identifiées dans la structure dendritique du MCNG. Dans les paragraphes qui suivent, les effets des ségrégations chimiques sont discutés pour expliquer le comportement original de MCNG qui a été observé lors des courts temps de maintien à haute température.

III.3.1. Effets des ségrégations chimiques et relations avec la dissolution de γ'

Les ségrégations chimiques dans la structure dendritique modifient le diagramme d'équilibre, la cinétique de diffusion, le niveau de contrainte élastique et la morphologie de la phase γ' dans les deux zones de solidification du matériau. Tous ces paramètres jouent un rôle dans le processus de dissolution de la phase γ'. L'influence de chacun de ces paramètres doit être discutée afin de déterminer quels sont les paramètres prépondérants qui impliquent une dissolution plus importante dans les zones dendritiques.

a. Effets sur le diagramme d'équilibre et relations avec la dissolution de γ'

La Figure III-10 montre que la fraction de γ' à l'équilibre thermodynamique à 1 250°C n'est pas la même dans les dendrites et les interdendrites. Cela montre que les variations de composition chimique dans la structure dendritique peuvent impacter la stabilité de la phase γ'. Ainsi, on peut imaginer que le diagramme d'équilibre des interdendrites présente un domaine γ + γ' plus étendu que celui des dendrites. En particulier, la température de solvus du γ' marque la limite entre le domaine γ et le domaine γ + γ' ; une différence de température de solvus entre les deux zones du matériau peut donc être attendue. En effet, la ségrégation préférentielle des éléments γ'-gènes Al, Ti et Ta dans les zones interdendritiques stabilise la phase γ' et doit contribuer à une température de solvus plus élevée dans ces régions du matériau [19, 20]. En utilisant l'approche empirique proposée par P. Caron [2] couplée à nos mesures de composition chimique dans les dendrites et les interdendrites, nous avons pu estimer que l'écart entre les

températures de solvus des deux zones de solidification du matériau n'était que de 3°C. Cette différence est tout à fait comparable avec celle reportée pour le CMSX-10 dans [20]. Dans ces travaux, une différence de seulement 8°C est calculée avec une approche Thermo-Calc® alors que les variations de compositions chimiques entre les dendrites et les interdendrites du CMSX-10 étaient beaucoup plus prononcées que celles mesurées dans le MCNG. De fait, la variation de température de solvus entre les dendrites et des interdendrites, induite par les variations de composition chimique, semble trop faible pour expliquer les si grandes différences de dissolution de fraction de γ' entre les dendrites et les interdendrites (jusqu'à 10 points) ; d'autant que la température de maintien de 1 250°C est relativement éloignée des température de solvus estimées dans le matériau (autour de 1 310°C [1, 2]).

b. Effets sur la cinétique de diffusion et relations avec la dissolution de γ'

Al étant le principal élément γ'-formeur, nous discuterons de l'effet des différents éléments d'alliage sur le coefficient de diffusion de cet élément pour juger des variations de cinétique de diffusion dans la transformation $\gamma + \gamma' \rightarrow \gamma$.

Re est l'élément le plus ségrégé, il se concentre préférentiellement dans les dendrites ($K_{Re} >> 1$, Cf. Chapitre I). C'est aussi l'élément qui présente le plus faible coefficient de diffusion parmi tous les éléments d'alliage présents dans le MCNG. La cinétique de dissolution devrait donc être très ralentie dans les dendrites du fait de la présence du Re. Toutefois, il est reporté dans la littérature que le coefficient de diffusion de Al n'est pas significativement modifié par la concentration en Re [21, 22]. De plus, si l'on se reporte aux travaux de Kuranaratne et al. sur l'interdiffusion dans les composés Ni-Re, Ni-Ta et Ni-W entre 900°C et 1 300°C [22], on peut constater que, dans la plage de variation des concentrations en Re, Ta et W entre les dendrites et les interdendrites du MCNG, la variation des coefficient de diffusion de ces éléments est très faible. Dans la suite, nous considérerons donc que les effets de concentration de ces éléments sur le coefficient de diffusion de Al sont faibles.

En revanche, le coefficient de diffusion de l'Al est influencé de manière non négligeable par les concentrations en Al et Ti [23] : plus les concentrations en Al et Ti sont élevées et plus les coefficient de diffusion de l'Al est augmenté. Le coefficient de diffusion de l'Al sera donc plus important dans les interdendrites là où Ti et Al sont les plus ségrégés ($D_{Al\text{-}Dendrites} = 2.3\times10^{-13}$ m^2s^{-1} et $D_{Al\text{-}InterDendrites} = 2.8\times10^{-13}$ m^2s^{-1} [23]).

En définitive, les ségrégations chimiques (en Re, W, Ta, Ti et Al) dans la structure dendritique joueraient plutôt en faveur d'une dissolution accélérée de la phase γ' dans les zones interdendritiques.

c. Effets sur les champs de contrainte élastique et relations avec la dissolution de γ'

Les contraintes élastiques ont une influence sur l'évolution des morphologies des précipités épitaxiés [9, 15, 24-27]. Par ailleurs, le diagramme de phase des phases cohérentes est différent de celui des phases incohérentes [28], cela signifie que les contraintes élastiques modifient les frontières des diagrammes d'équilibre. Dans le cas des superalliages, les champs de contraintes élastiques présents dans le matériau résultent du désaccord paramétrique de maille entre la phase γ et la phase γ'. Nous avons montré au chapitre II que les ségrégations chimiques, en particulier celle du Re, jouaient sur l'amplitude du misfit et favorisaient une amplitude de misfit plus grande dans les dendrites.

L'étude de la dissolution de la phase γ' dans le MC2 [3] a montré que la cinétique de dissolution des précipités était accélérée par l'application d'une contrainte extérieure. Dans le cas que nous étudions, il n'y a pas de contrainte extérieure appliquée, mais les contraintes internes, qui résultent de la cohérence entre γ et γ', peuvent avoir un rôle sur la cinétique de dissolution au même titre qu'une contrainte externe. Grâce à la loi de Végard présentée au chapitre II, nous avons estimé que le misfit dans les dendrites et les interdendrites valait respectivement $\delta_{Dendrites}$ = - 0.53 %, $\delta_{Interdendrites}$ = - 0.33 % à 1 250°C. En assimilant le misfit à la déformation élastique entre γ et γ' et en utilisant simplement la loi de Hooke (avec $E_{Dendrites}$= $E_{Interdendrites}$ = 83 GPa à 1 250°C, Cf. Chapitre VI), on estime que de telles valeurs de misfit engendrent les contraintes élastiques internes $\sigma_{misfit\text{-}D}$ ~ 440 MPa dans les dendrites et $\sigma_{misfit\text{-}I}$ ~ 270 MPa dans les interdendrites. Cette différence de contraintes internes entre les dendrites et les zones interdendritiques favorise *a priori* la dissolution dans les dendrites où le niveau de contraintes élastiques est le plus élevé.

La différence de misfit entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques intervient également sur la dissolution de la phase γ' lorsque le misfit est relaxé. En effet, à haute température, le misfit est rapidement relaxé par l'établissement de réseaux de dislocations d'interface [8, 9]. Ces dislocations accélèrent très vraisemblablement la dissolution des γ' en étant de véritables court-circuits de diffusion pour les éléments γ'-gènes. La diffusion des atomes dans une maille cristalline est un phénomène thermiquement activé qui peut être fortement accéléré par la présence de défauts tels des joints de grains ou des dislocations. En l'occurrence, lorsque les atomes sont transportés par des dislocations, le mécanisme est connu sous le nom de « pipe diffusion ». Ce phénomène a été observé par M. Legros [29] qui a démontré que la présence de dislocations accélérait fortement le processus de diffusion des atomes de silicium dans l'aluminium, les dislocations étant qualifiées de « toboggans à atomes ». Alors que les atomes de silicium peuvent se déplacer lentement dans l'aluminium, il a été

montré que la présence d'une dislocation multipliait par mille la vitesse de transfert des atomes de silicium.

Un exemple du phénomène de « pipe diffusion » lors la dissolution des précipités de γ' dans le MCNG est donnée à la Figure III-5. Sur cette figure, on observe clairement que les précipités sont dissous aux coins, là où des dislocations sont implantées. La dissolution s'est faite par diffusion des éléments γ'-gènes depuis les précipités vers la matrice au travers des dislocations. L'amplitude de misfit plus élevée dans les dendrites va donc certainement favoriser la dissolution dans ces régions du fait d'une activité de dislocations de misfit plus intense.

En définitive, la disparité des champs de contrainte élastique dans la structure dendritique du MCNG, liée aux ségrégations chimiques résiduelles, favorise la dissolution des précipités de γ' dans les zones dendritiques, là où le misfit est le plus grand.

d. Effets sur la morphologie des précipités de γ' et relations avec la dissolution de γ'

Nous avons vu au chapitre I que les ségrégations chimiques favorisaient le développement de cubes de phase γ' plus gros dans les interdendrites. La différence de taille de cubes de γ' entre les dendrites et les interdendrites induit une différence d'énergie d'interface entre les deux zones. *A priori*, une taille de précipité plus faible accroît l'énergie d'interface et tend à favoriser la dissolution des précipités pour diminuer cette énergie.

Dans ces conditions, les précipités les plus petits seront plus rapidement dissous que les plus gros. La dissolution dans la structure dendritique sera donc favorisée dans les zones dendritiques où les précipités sont les plus petits.

III.3.2. Modélisation de la dissolution

Comme nous venons de le voir, plusieurs paramètres : la composition chimique, les cinétiques de diffusion, les contraintes internes et les tailles de précipités, interviennent dans le phénomène de dissolution des précipités des superalliages et peuvent avoir des effets antagonistes. Tous ces paramètres sont influencés par les ségrégations chimiques et ont donc un rôle dans la dissolution hétérogène observée dans la structure dendritique du MCNG. Dans les paragraphes qui suivent, tous ces paramètres

ont été pris en compte dans un modèle, basé sur les travaux de Leo et Sekerka [24, 25, 30], qui simule l'évolution de l'interface d'un précipité γ'. Une telle modélisation permet de déterminer quel(s) paramètre(s) est (sont) le(s) plus influant(s) pour expliquer la plus rapide dissolution des cubes de γ' observée dans les zones dendritiques.

a. Description du modèle de dissolution

La dissolution des précipités de γ' cohérents avec la matrice γ a été simulée en utilisant les travaux de Leo et Sekerka traitant de la stabilité morphologique de précipités contraints [25]. En considérant un alliage binaire dilué et biphasé, représenté par une sphère épitaxiée dans une matrice infinie, ces auteurs ont établi l'équation de l'évolution du rayon du précipité en fonction du temps. Le calcul est réalisé dans le cadre de l'approximation quasi-statique, pour laquelle, l'équilibre élastique et l'état stabilisé de diffusion sont atteints à chaque itération.

Un certain nombre d'hypothèses simplificatrices est nécessaire pour pouvoir appliquer le modèle de Leo et Sekerka au cas de la dissolution d'un précipité γ' cuboïdal dans le MCNG, complexe superalliage multicomposé. Tout d'abord, l'hypothèse est faite que Al est le seul élément qui diffuse dans le matériau lors de la transformation γ + γ'→ γ, attendu que c'est le principal élément γ'-formeur. Le modèle a ensuite été appliqué dans la situation idéale où un seul précipité γ' est considéré dans une matrice de taille infinie. On considère que les contraintes dans le matériau ne proviennent que du misfit entre les phases γ et γ'. Le modèle ne prend donc pas en compte l'interaction entre les précipités. Il ne considère pas non plus le phénomène de « pipe diffusion » au travers des dislocations (on reste toujours dans le domaine élastique), il ne peut donc rendre compte que du début de la dissolution lorsque seule l'élasticité intervient.

Dans ces conditions, l'équation d'évolution de l'interface d'un précipité en fonction du temps est donnée par l'équation Eq. III-2 [25].

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R(t)} \frac{C_\infty - C_{mr}}{C_p - C_{mr}} \qquad \textbf{Eq. III-2}$$

Où, R est le rayon du précipité, D est le coefficient de diffusion de Al dans Ni, C_∞ est la concentration de l'espèce diffusante (Al) dans la matrice loin de l'interface, C_p est la concentration en Al dans le précipité à l'interface.

C_{mr} , la concentration de soluté dans la matrice à l'interface, est donnée par :

$$C_{mr} = C_{m0} \times \left[1 + z \times \left[\left(\frac{2 \times \sigma}{R[t]} \right) + 2 \times \mu_m \times \Gamma \times \Delta \right] \right] \quad \textbf{Eq. III-3}$$

avec

$$z = \frac{1 - C_{m0}}{R^g \times \theta \times \rho_0 \times (C_{p0} - C_{m0})} \quad \textbf{Eq. III-4}$$

$$\Gamma = \frac{3 \times \lambda_p + 2 \times \mu_p}{3 \times (3 \times \lambda_p + 2 \times \mu_p + 4 \times \mu_m)} \times \Delta \quad \textbf{Eq. III-5}$$

$$\Delta = 3 \times \delta \quad \textbf{Eq. III-6}$$

Où, R^g est la constante des gaz parfaits, θ la température, σ l'énergie d'interface, C_{m0} et C_{p0} sont respectivement les concentrations en soluté dans la matrice et le précipité proche d'une interface plane libre d'un précipité incohérent, ρ_0 est la densité molaire d'un nœud de la maille du système, Γ est le facteur de contrainte élastique, λ et μ sont les constantes de Lamé. Δ est le misfit volumétrique entre le précipité et le matrice (Eq. III-6) [25], il est égal à trois fois le misfit $\delta = \frac{(a_{\gamma'} - a_\gamma)}{0.5 \times (a_{\gamma'} + a_\gamma)}$ qui a été déterminé au Chapitre II.

Les valeurs des constantes utilisées dans les équations précédentes sont répertoriées dans le Tableau III-3.

	R^g	σ	θ	C_∞	ρ_0	Cp = Cp_0	Cm_0	λ, μ	D_{Al}	|δ|	Rayon initial
ZD	8.314 J $mol^{-1}K^{-1}$	1.4 J.m^{-2} [26]	1250°C	$C_\infty << C_{mr}$	5.8×10^{-6} cm^3 mol^{-1}	4.64 wt.% EDSX + [1]	1.4 wt.%	198 GPa 29.5 GPa [31]	2.3×10^{-13} m^2s^{-1} [23]	0.53% [Chap. II]	560 nm [Chap. I]
ZI	8.314 J $mol^{-1}K^{-1}$	1.4 J.m^{-2} [26]	1250°C	$C_\infty << C_{mr}$	5.8×10^{-6} cm^3 mol^{-1}	5.13 wt.% EDSX + [1]	1.4 wt.%	198 GPa 29.5 GPa [31]	2.8×10^{-13} m^2s^{-1} [23]	0.33% [Chap. II]	620 nm [Chap. I]

Tableau III-3: Récapitulation des constantes du modèle de dissolution

(ZD pour Zones dendritiques et ZI pour Zones Interdendritiques)

Dans le modèle, l'influence de la composition chimique est prise en compte dans les équations Eq. III-2 et Eq. III-3 par les concentrations en Al dans γ et γ'. L'influence de la cinétique de diffusion est prise en compte dans Eq. III-2 avec D. L'influence des contraintes internes est considérée au travers du misfit qui intervient dans le terme d'épitaxie $2\times\mu_m\times\Gamma\times\Delta$ de l'équation Eq. III-3. Enfin, l'influence de la taille du précipité est considérée dans le terme de capillarité $2\sigma/R$ de l'équation Eq. III-3.

b. Interprétation des résultats du modèle de dissolution

Différentes simulations de la dissolution ont été menées en attribuant des valeurs différentes aux paramètres qui varient entre les dendrites et les interdendrites. Cela a permis de quantifier l'influence de chaque paramètre sur la dissolution. Tout d'abord, le misfit, la composition chimique et le coefficient de diffusion ont successivement été différenciés entre les dendrites et les interdendrites pour une taille de précipité γ' identique entre les deux zones du MCNG. Ces paramètres ont été différenciés un par un puis la combinaison de leurs effets a été simulée. Enfin, un rayon de précipité différent a été attribué aux dendrites et aux interdendrites.

Dans ce qui suit, le rayon R du précipité et le temps t sont respectivement normés par R_0 et $\tau = \frac{R_0^2}{D_0}$ de façon à ce que les grandeurs $R^* = R/R_0$ et $t^* = t/\tau$ soient sans dimension. R_0 est le rayon initial du précipité de γ' dans une dendrite (valeur la plus faible) et D_0 est le coefficient de diffusion de Al dans les dendrites. Pour chaque cas étudié, deux graphes sont présentés : sur la gauche, l'évolution du rayon du précipité R^* en fonction du temps t^* ; et sur la droite, l'évolution de la dérivée de R^* (R^{*}') en fonction de t^*. Le graphe de droite représente donc la cinétique d'évolution de l'interface du précipité, c'est-à-dire la cinétique de dissolution.

i) Misfit différent entre les dendrites et les interdendrites

Dans ce cas d'étude, seul le niveau de contrainte élastique diffère entre les dendrites et les interdendrites. La simulation de l'évolution de l'interface d'un précipité γ' montre que la dissolution est favorisée dans les dendrites, là où l'amplitude de misfit est la plus grande (§ III.3.1.c. et Tableau III-1) (Figure III-11).

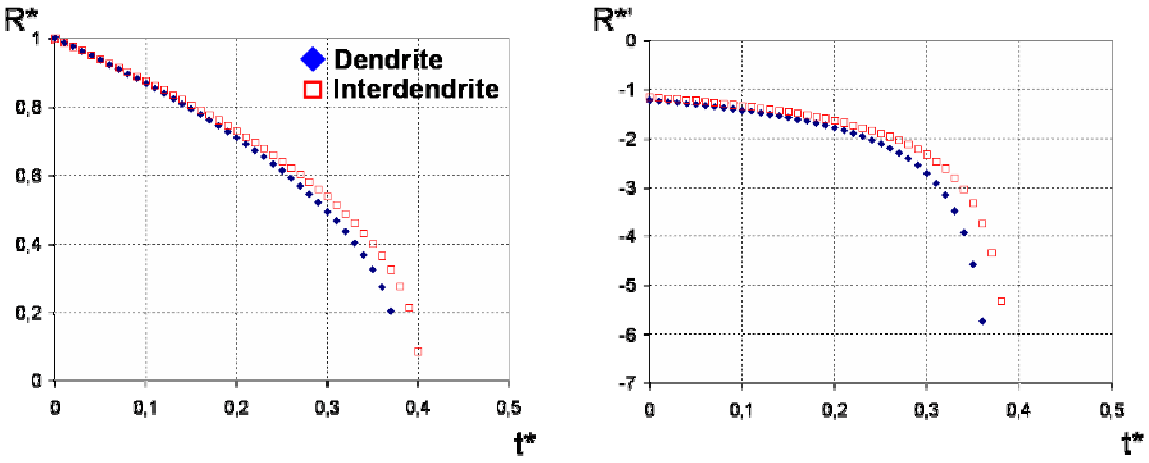


Figure III-11: Simulation de la dissolution de γ': Misfit différent entre les dendrites et les interdendrites

ii) Coefficient de diffusion différent entre les dendrites et les interdendrites

Si le coefficient de diffusion est le seul paramètre qui diffère entre les dendrites et les interdendrites, la simulation donne une dissolution franchement favorisée dans les zones interdendritiques où le coefficient de diffusion de Al est le plus grand, du fait des teneurs plus élevées en éléments Al et Ti dans ces régions (§ III.3.1.b. et Tableau III-1) (Figure III-12).

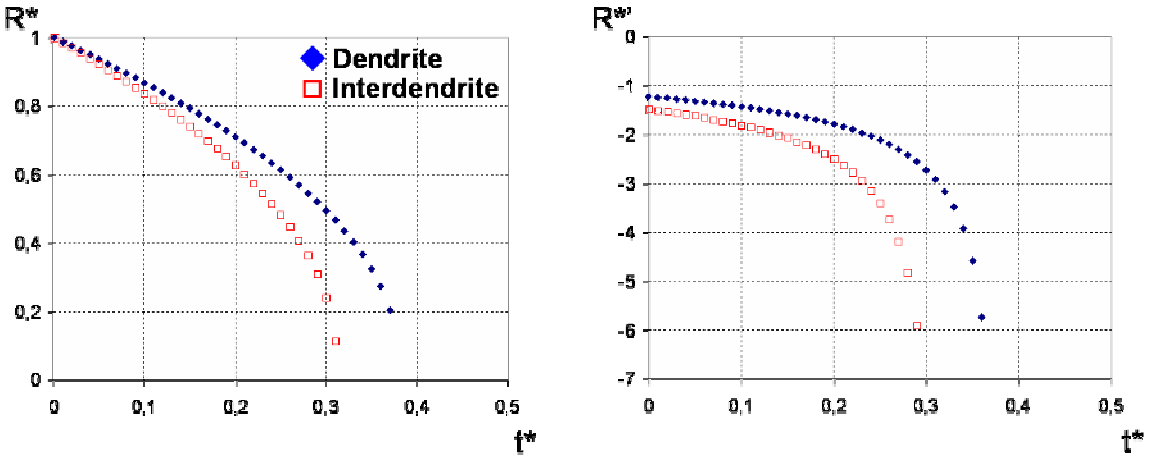


Figure III-12: Simulation de la dissolution de γ': Coefficient de diffusion différent entre les dendrites et les interdendrites

iii) Composition chimique différente entre les dendrites et les interdendrites

Lorsque l'on ne considère que la variation de composition chimique (concentration en Al) entre les dendrites et les interdendrites, le modèle indique une dissolution de la phase γ' moins marquée dans les

interdendrites (Figure III-13). Cette tendance s'explique par le fait que la teneur plus élevée en éléments γ'-formeurs dans les interdendrites stabilise les précipités dans ces régions.

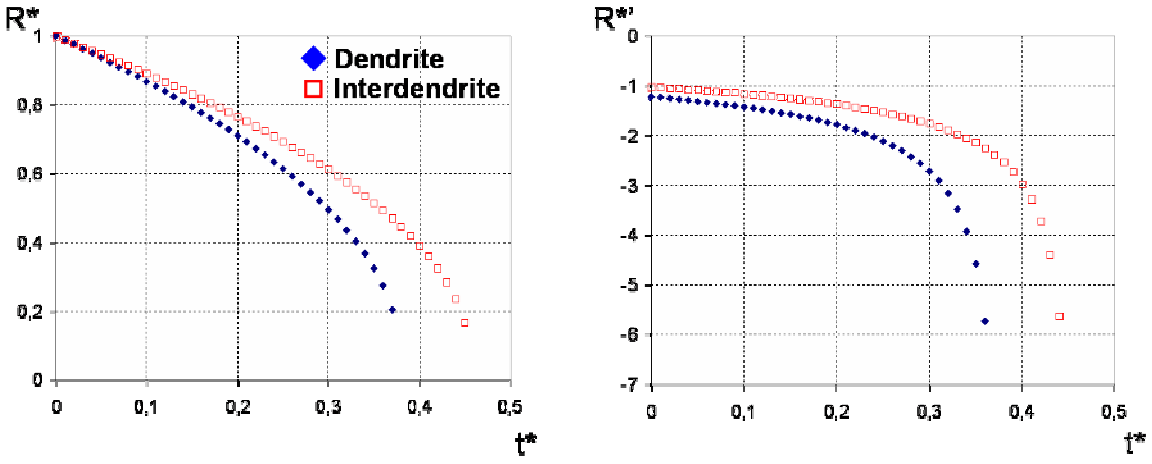


Figure III-13: Simulation de la dissolution de γ': Composition chimique différente entre les dendrites et les interdendrites

iv) Misfit, coefficient de diffusion et composition chimique différents entre les dendrites et les interdendrites

Le résultat de la simulation de la dissolution lorsque les différences de misfit, de coefficient de diffusion et de composition chimique entre les dendrites et les interdendrites sont prises en compte simultanément est présenté à la Figure III-14.

Dans ces conditions, il apparaît que la dissolution de la phase γ' est favorisée dans les zones dendritiques conformément aux observations expérimentales. Cependant, la différence de dissolution entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques est peu marquée, alors qu'expérimentalement, cette différence est importante. En fait, dans ce cas de simulation, les effets des différences de composition et de coefficient de diffusion se compensent presque exactement. C'est alors l'effet de la variation de misfit entre les dendrites et les interdendrites qui implique une cinétique d'évolution de l'interface du γ' plus rapide dans les dendrites.

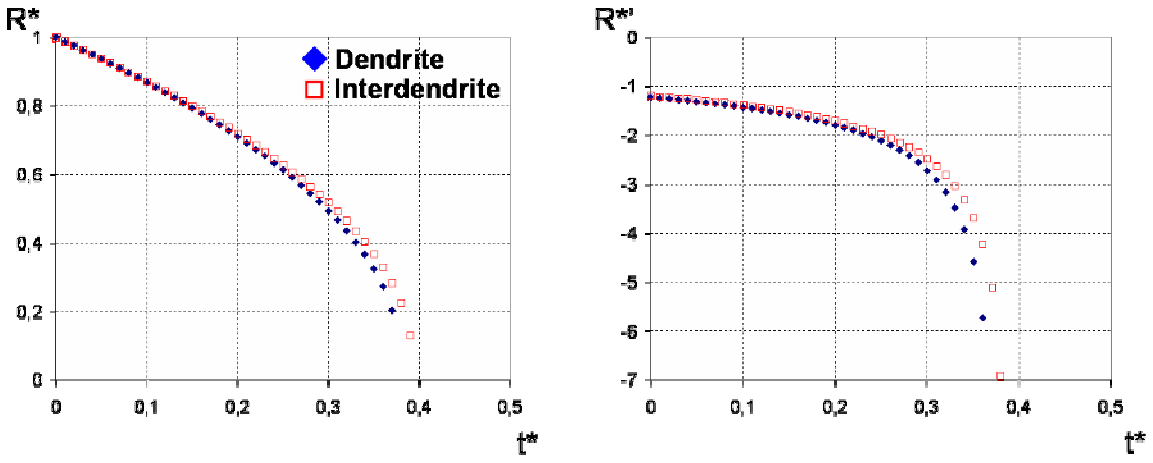


Figure III-14: Simulation de la dissolution de γ': Misfit, coefficient de diffusion et composition chimique différents entre les dendrites et les interdendrites

v) Rayon initial de γ', misfit, coefficient de diffusion et composition chimique différents entre les dendrites et les interdendrites

Au vu des résultats du paragraphe iv précédent, il apparaît qu'un autre paramètre doit être considéré pour expliquer la différence importante de cinétique de dissolution entre les dendrites et les interdendrites.

Lorsqu'on évalue les termes des équations du modèle de dissolution, on constate que le terme de capillarité 2σ/R de l'équation Eq. III-3 a une influence significative sur les résultats de simulation. La variation de ce terme entre les dendrites et les interdendrites résulte du rayon initial du précipité.

La Figure III-15 présente donc le résultat de la simulation avec des valeurs différentes pour le misfit, le coefficient de diffusion, la composition chimique mais aussi pour le rayon initial du précipité.

Dans ces conditions, la cinétique de dissolution, représentée par $R^{*'}$, est clairement supérieure dans les zones dendritiques, conformément aux observations expérimentales.

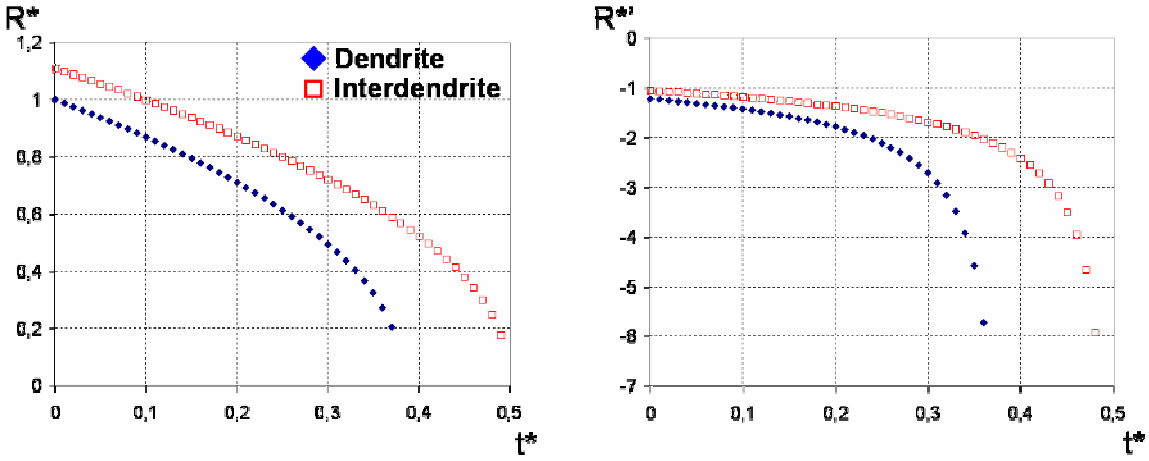


Figure III-15: Simulation de la dissolution de γ': Rayon initial, misfit, coefficient de diffusion et composition chimique différents entre les dendrites et les interdendrites

c. Conclusions

Dans le cadre de l'application du modèle de Leo et Sékerka aux superalliages, il semble que la différence de rayon initial des précipités soit le paramètre prépondérant à l'origine de la différence de dissolution observée entre les dendrites et les interdendrites du MCNG. Ce paramètre prend le pas sur les différences de misfit, de composition chimique et de coefficient de diffusion dont les effets se compensent presque complètement.

Si l'amplitude de misfit plus élevée dans les dendrites favorise la dissolution dans ces zones par rapport aux interdendrites, l'effet de l'amplitude du misfit sur l'accélération de la dissolution n'est pas si important qu'on aurait pu le penser (Figure III-11). Toutefois, il ne faut pas perdre de vue que l'effet de « pipe diffusion » n'est pas pris en compte dans le modèle. Or la diffusion au travers des dislocations, illustrée à la Figure III-5, semble être un phénomène au rendement important. La multiplication des dislocations de misfit, d'autant plus importante que le misfit à relaxer est grand, doit très vraisemblablement accentuer la différence de dissolution entre les dendrites (régions de misfit le plus élevé) et les interdendrites déjà prévue par le modèle.

On voit là que le modèle utilisé n'est qu'élastique, et qu'il ne peut donc que simuler le début du phénomène de dissolution jusqu'à ce que s'amorce la relaxation du misfit, qui marque le début de la plasticité.

Enfin, l'effet important de la taille initiale des précipités sur leur cinétique de dissolution est peut - être également un argument pour expliquer le caractère hétérogène de la dissolution des précipités décrit par Grosdidier et al. [8, 9] mais également observé par J. Cormier dans le MC2 [3, 11] et au § III.2.2.a

de la présente étude (Figure III-6a). Dans toutes ces observations de la dissolution des précipités de γ', la dissolution des cubes ne se fait pas suivant un amincissement continu de chaque précipité mais par une dissolution préférentielle de certains précipités. Suivant les résultats du modèle de dissolution, il se pourrait que ces précipités qui se dissolvent les premiers soient simplement ceux présentant les plus petites tailles. Toutefois, les interactions élastiques entre précipités, non prises en compte dans le modèle, peuvent toujours jouer un rôle.

III.4. Synthèse

Dans ce chapitre, la dissolution de la phase γ' du MCNG jusqu'à l'équilibre thermodynamique a été caractérisée à très haute température (1 200°C et 1 250°C). Les observations qui ont été faites revêtent une importance particulière dans la perspective de la problématique des régimes d'urgence OEI du sujet de thèse. En effet, lors des courtes surchauffes, qui simulent un régime d'urgence OEI, le matériau n'atteint jamais un état microstructural à l'équilibre. En vue d'interpréter et de simuler le comportement du matériau après une surchauffe, il est essentiel de connaître le comportement de la microstructure γ' renforçante du matériau et la cinétique de dissolution de cette phase lors de courts temps de maintien à très haute température.

La dissolution de la phase γ' ne consiste pas en un amincissement continu du contour de tous les précipités mais en une dissolution préférentielle de certains précipités. A l'échelle d'un précipité, la dissolution se fait en parallèle de la perte de cohérence : la diffusion des éléments γ'-formeurs depuis les précipités de γ' vers la matrice γ est accélérée par le mécanisme de « pipe diffusion » de ces éléments au travers des dislocations qui relaxent le misfit. Les contraintes internes favorisent également la coalescence de certains précipités.

Les observations microstructurales d'échantillons ayant subi différents temps de maintien à 1200°C et 1250°C ont permis d'obtenir les courbes de cinétique de dissolution de la phase γ'. La cinétique de dissolution est d'autant plus rapide que la température est élevée.

Les maintiens à 1250°C ont révélé une dissolution privilégiée de la phase renforçante dans les zones dendritiques du MCNG. La dissolution dans les dendrites est à la fois plus rapide et la fraction de γ' à l'équilibre thermodynamique plus faible. Cette différence de dissolution est le résultat des différents effets de la ségrégation chimique dans la structure dendritique.

Grâce aux travaux de Leo et Sekerka [25], un modèle d'évolution de l'interface d'un précipité de γ' cohérent avec une matrice infinie γ a permis de simuler la dissolution en tenant compte des différents effets des ségrégations chimiques. Le modèle montre que le principal paramètre qui permet d'expliquer la dissolution hétérogène entre les dendrites et les interdendrites est la taille du rayon initial de précipité qui intervient dans le terme de capillarité. Cet effet de la taille de rayon est prépondérant sur les effets de misfit, de coefficient de diffusion et de composition chimique, ces deux derniers effets se compensant. Au fur et à mesure que le misfit est relaxé par l'introduction de dislocations aux interfaces entre les précipités et la matrice, le mécanisme de « pipe diffusion » va également contribuer à accentuer la dissolution de la phase γ' dans les zones dendritiques où l'amplitude de misfit est la plus élevée.

Des études ont démontré l'importance de la fraction de phase γ' et de la taille initiale des γ' sur la résistance en fluage à haute température des superalliages [32-35]. L'étude qui vient d'être faite de la dissolution de la phase γ' montre que l'homogénéité de la répartition des tailles de précipités, ainsi que l'homogénéité de la valeur du misfit, peuvent avoir un rôle dans le comportement à très haute température des superalliages. En effet, ces hétérogénéités peuvent affaiblir la résistance du matériau en favorisant la formation de zones moins riches en phase renforçante.

Bibliographie du Chapitre III

1. Diologent, F., *Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002.
2. Caron, P., *High γ' solvus new generation Ni based superalloys for single crystal turbine blade applications.* Superalloys 2000, ed. par T.M. Pollock et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2000: p. 737-746.
3. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
4. Harada, H., et al., *Phase calculation and its use in alloys design program for nickel-base superalloys.* Superalloys 1988, ed. par S. Reichman et al., TMS, Warendale, PA, USA, 1988: p. 733-742.
5. Harada, H., et al., *Alloy design for nickel-base superalloys.* High Temperature Alloys for Gas Turbines, sous la direction de R. Brunetaud et al., Dordrecht, Holland, D. Reidel publishing company, 1982: p. 721-735.
6. Grosdidier, T., *Etude de la transformation de phase γ<--> γ+γ' de superalliages monocristallins à base de nickel. Influence de sollidifications mécaniques et d'hétérogénéités chimiques.* Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Lorraine, 1992.
7. Royer, A., P. Bastie, and M. Véron, *In situ determination of γ' phase volume fraction and of relations between lattice parameter and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy.* Acta Materialia, 1998. 46: p. 5357-5368.
8. Grosdidier, T., A. Hazotte, and A. Simon, *On the dissolution mechanisms of the γ' precipitates in nickel-based superalloys.* Scripta Materialia, 1994. 30(10): p. 1257-1262.
9. Grosdidier, T., A. Hazotte, and A. Simon, *Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys.* Materials science and Engineering, 1998. A256: p. 183-196.
10. Nathal, M.V. and R.A. Mackay, *The stability of lamellar γ–γ' structures.* Materials Science and Engineering, 1987. 85: p. 127-138.
11. Cormier, J., X. Milhet, and J. Mendez, *Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy.* Journal of Material Science, 2007. 42: p. 7780-7786.
12. Pollock, T.M. and S. Argon, *Directional coarsening in nickel-base single crystals wuth high volume fractions of coherent precipitates.* Acta Metallurgica Materialia, 1994. 42(6): p. 1859-1874.
13. Glatzel, U. and Feller-Kniepmeier, *Calculations of Internal Stresses in the γ/γ' Microstructure of a Nickel-Base Superalloy With High Volume Fraction of γ'-Phase.* Scripta Metallurgica, 1989. 23(11): p. 1839-1844.
14. Probst-Hein, M., A. Dlouhy, and G. Eggeler, *Interface dislocations in superalloy single crystals.* Acta Materialia, 1999. 47(8): p. 2497-2510.
15. Hazotte, A. and J. Lacaze, *Chemically oriented γ' plate development in a nickel base superalloy.* Scripta metallurgica, 1989. 23: p. 1877-1882.
16. Epishin, A., et al., *Effects of segregation in nickel-base superalloys: dendritic stresses.* Superalloys 2004, ed. par K.A. Green et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2004: p. 537-543.
17. Mackay, R.A. and M.V. Nathal, *γ' coarsening in high volume fraction nickel-base alloys.* Acta Metallurgica Materialia, 1990. 38(6): p. 993-1005.
18. Georget, D. and C. Peyroutou, *Characterization of the γ' Phase in AM 1 Superalloy by Image Analysis.* Proceedings of "High temperature materials for power engineering 1990, Kluwers Academic, Dordrecht, Holland, 1990: p. 1377.
19. Fuchs, G.E., *Solution heat treatment response of a third generation single crystal Ni-base superalloy.* Materials Science and Engineering, 2001. A300: p. 52-60.
20. Fuchs, G.E. and B.A. Boutwell, *Modeling of the partitioning and phase transformation temperatures of an as-cast third generation single crystal Ni-base superalloy.* Materials Science and Engineering, 2002. A333(2002): p. 72-79.

21. Zeng, Q., et al., *A study of Re and Al diffusion in Ni.* Journal of Alloys and Compounds, 2009. 480: p. 987-990.
22. Karunaratne, M.S.A., P. Carter, and R.C. Reed, *Interdiffusion in the face-centred cubic phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W systems between 900 and 1300°C.* Materials Science and Engineering, 2001. A281: p. 229-233.
23. Karunaratne, M.S.A., P. Carter, and R.C. Reed, *On the diffusion of Aluminium and titanium in the Ni-rich Ni-Al-Ti system between 900 and 1200°C.* Acta Materialia, 2001. 49: p. 861-875.
24. Leo, P.H., et al., *Elastic fields about a perturbed spherical inclusion.* Acta Metallurgica, 1985. 33(6): p. 985-989.
25. Leo, P.H. and R.F. Sekerka, *The effect of elastic fields on the morphological stability of a precipitate grown from solid solution.* Acta Metallurgica, 1989. 37(12): p. 3139-3149.
26. Colin, J., *Effect of stress on the diffusion-controlled dissolution of a spherical particle.* Physical Review, 2007. E 75.
27. Colin, J., *Morphological instabilities of stressed axi-symmetrical structures embedded in a matrix: volume diffusion approach.* Acta Materialia, 2004. 52: p. 4985-4995.
28. Cahn, J.W. and F.C. Larché, *Effects of coherency constraints on phase equilibria.* Mat. Res. Symp. Proc., 1983. 19: p. 311.
29. Legros, M., et al., *Giant diffusivity along dislocations cores.* Science, 2008. 319(5870): p. 1646-1649.
30. Mullins, W.W. and R.F. Sekerka, *Morphological Stability of a Particle Growing by Diffusion or Heat Flow.* Journal of Applied Physics, 1963. 34: p. 323-329.
31. Siebörger, D., H. Knake, and U. Glatzel, *Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases.* Materials Science and Engineering, 2001. A298: p. 26-33.
32. Murakumo, T., et al., *Creep behaviour of Ni base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction.* Acta Materialia, 2004. 52: p. 3737-3744.
33. Nabarro, F. and H. de Villiers, The physics of creep, Taylor & Francis, London, 1995.
34. Nathal, M.V., *Effect of initial gamma prime size on the elevated temperature creep properties of single crystal nickel base superalloys.* Met. Trans A, 1987. 18: p. 1961.
35. Neumeier, S., F. Pyczak, and M. Goken, *The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the γand γ' phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behavior.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 109-119.

Chapitre IV

Comportement mécanique en fluage isotherme

IV.1. Moyens d'essai et procédures 104

IV.1.1. Eprouvettes de fluage 104

IV.1.2. Bancs de fluage 105
a. Banc de fluage équipé d'un four à résistances (banc FR) 105
b. Banc de fluage équipé d'un four à lampes (banc FL) 107
c. Influence du moyen d'essai sur le comportement en fluage 109

IV.2. Comportement macroscopique 113

IV.2.1. Les essais de fluage à 1050°C / 140 MPa 114
a. Caractéristiques du comportement à 1050°C / 140 MPa 114
b. Dispersion matière 116

IV.2.2. Influence du niveau de charge et de la température 120
a. Influence du niveau de charge appliqué 120
b. Influence de la température 122

IV.3. Comportement microscopique à 1050°C / 140 MPa 123

IV.3.1. Evolution de la microstructure γ/γ' au cours du fluage à 1050°C / 140MPa 123
a. Microstructure après 50 heures 124
b. Microstructure après 100 heures 125
c. Microstructure après 200 heures 127
d. Microstructure après 400 heures 129
e. Microstructure à rupture 130
f. Récapitulatif 131

IV.3.2. Discussion sur les évolutions microstructurales observées 132
a. Mise en radeaux différée entre les dendrites et les interdendrites 132
b. Evolutions différentes des dendrites et des interdendrites après la mise en radeaux 137

IV.3.3. Influence des évolutions microstructurales sur le comportement macroscopique en fluage 143

IV.4. Synthèse 145

Bibliographie du Chapitre IV 147

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats des essais de fluage isotherme réalisés sur MCNG à différentes températures et niveaux de contrainte. Une attention toute particulière est portée à l'étude de la condition de sollicitation 1050°C / 140 MPa. Cette condition de chargement est considérée représentative des conditions d'un vol standard. Les résultats obtenus sont discutés à la lumière des évolutions microstructurales observées au cours d'essais de fluage interrompus. Les observations qui seront faites en terme de durée de vie, de comportement mécanique et d'évolutions de microstructure serviront de référence lorsqu'il s'agira d'appréhender les effets engendrés par une surchauffe OEI lors des essais de fluage anisotherme qui seront présentés au chapitre suivant.

IV.1. Moyens d'essai et procédures

IV.1.1. Eprouvettes de fluage

Les éprouvettes utilisées dans cette étude sont issues des lots 1 et 3 présentés au chapitre I. Elles ont une géométrie dite prismatique avec une partie utile d'épaisseur 1.5 mm, de largeur 4 mm et de longueur 14 mm (Figure IV-1 et Annexe 1). L'axe des éprouvettes correspond à la direction [001] ; les axes secondaires des dendrites sont parallèles ou orthogonaux aux méplats de la partie utile. La désorientation maximale de l'axe cristallographique [001] avec l'axe géométrique du barreau d'origine est de 5°.

Deux alésages, de 1 mm de diamètre et de profondeur, ont été réalisés dans le premier filet des têtes des éprouvettes afin qu'y soient placés les thermocouples de régulation et de contrôle lors des essais de fluage (Figure IV-1).

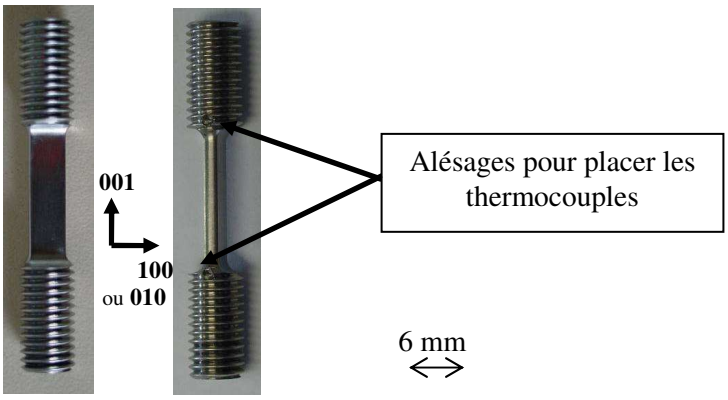


Figure IV-1: Eprouvette de fluage prismatique

Cette géométrie particulière d'éprouvette a été retenue car elle présente le meilleur compromis pour représenter l'effet paroi mince rencontré au niveau des pales HP des turbomoteurs pour hélicoptères, et pour assurer la meilleure homogénéité de température sur la partie utile de l'éprouvette lors des essais dans une veine où circulent des gaz brûlés de kérosène sous forte vitesse (Cf. Chapitre V) [1].

IV.1.2. Bancs de fluage

Les différents essais de fluage isotherme ont été conduits sur deux types de bancs d'essai, l'un équipé d'un four à résistances, l'autre d'un four à lampes. Le recours à l'un ou l'autre des bancs d'essai est fonction des objectifs visés en terme de température de maintien, d'homogénéité de température et de vitesses de montée ou de descente en température. Ces 2 bancs d'essai seront également utilisés pour les essais de fluage anisotherme.

a. Banc de fluage équipé d'un four à résistances (banc FR)

Ce banc d'essai (Figure IV-2) est un banc conventionnel de type ADAMEL à double ligne où le chargement mécanique est appliqué par l'intermédiaire de poids suspendus à un bras de levier. Les éprouvettes sont donc sollicitées à force constante. Des courbes d'étalonnage de la charge permettent d'évaluer, en fonction de la section de l'éprouvette, la masse à suspendre au bout du bras de levier pour appliquer la contrainte souhaitée lors de l'essai de fluage. Les lignes du banc d'essai ont été réalisées à l'atelier du LMPM en acier Inox NS30 pour les zones les plus froides extérieures au four, la liaison entre les parties en Inox et les mandrins est en DS200 (superalliage polycristallin colonnaire). Les mandrins ont été usinés dans des barreaux de Waspalloy, la liaison mandrin/ligne est assurée par des goupilles en Waspalloy ou en MC2.

Ce banc est équipé d'un four PYROX à résistances dont la régulation thermique est assurée par un thermocouple S (Pt/10% Rh) placé dans la partie supérieure du four. La limite supérieure en température de ce four est de 1600°C. Des étalonnages en température sont réalisés régulièrement de manière à obtenir la température souhaitée (1050°C +/- 2°C) sur la partie utile de l'éprouvette. Le gradient thermique entre le congé inférieur et le congé supérieur de l'éprouvette n'est que de 4°C. Ce four présente donc un champ de température très homogène sur toute la partie utile de l'éprouvette.

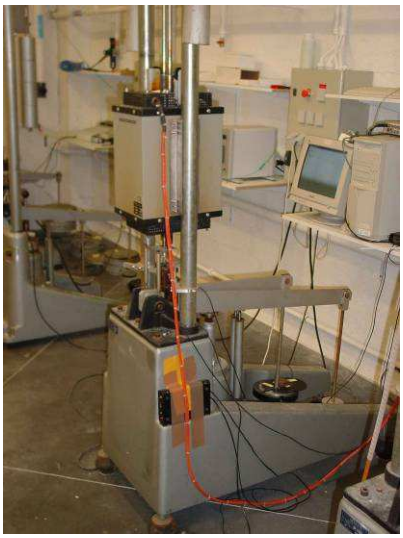


Figure IV-2: Banc de fluage équipé d'un four à résistances (banc FR)

Le suivi de la déformation des éprouvettes se fait par l'intermédiaire d'un LVDT laser (Linear Variable Displacement Transducer). Le signal électrique délivré par le LVDT est enregistré à l'aide d'une table traçante ainsi que numériquement à l'aide du logiciel Labtech®.

Procédure d'essai :

La mise en charge thermique se fait par un passage de la température ambiante à 900°C en 15 minutes, suivi d'une rampe de 900°C à 1050°C à une vitesse de 150°C/heure. On s'affranchit de la déformation thermique en laissant se stabiliser la température dans le four 30 minutes après que la température cible ait été atteinte. Après stabilisation de la température, l'éprouvette est chargée mécaniquement en relâchant le vérin qui maintient la ligne inférieure.

En définitive lors de l'essai de fluage, le LVDT n'enregistre que la déformation plastique du matériau et une partie de la déformation élastique (l'autre partie s'étant produite lors du rattrapage des jeux à la mise en charge) (Figure IV-3).

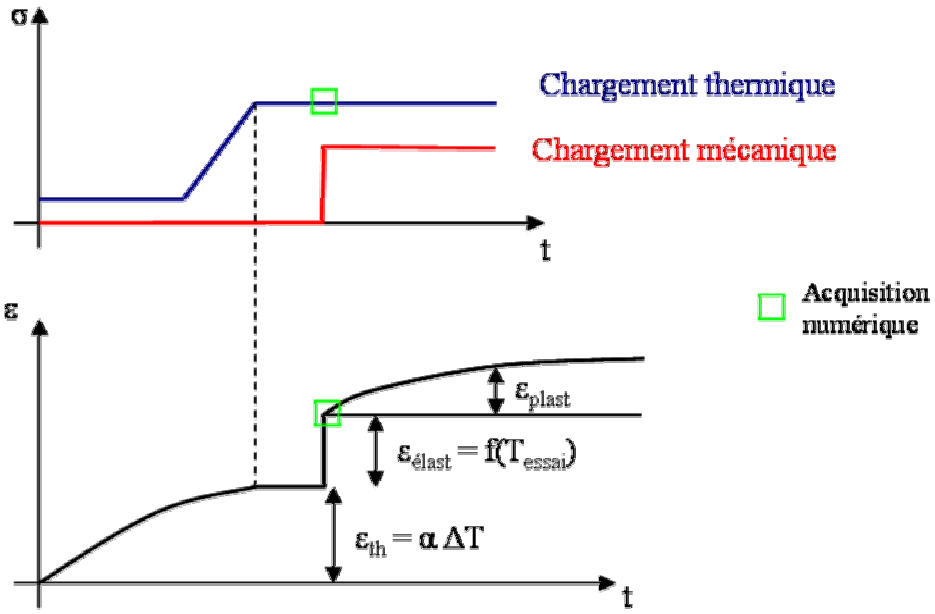


Figure IV-3: Application des chargements thermique et mécanique

b. Banc de fluage équipé d'un four à lampes (banc FL)

Ce banc (Figure IV-4), à simple ligne, est semblable en de nombreux points au banc FR : ligne tripartite Inox NS30/liaison en Waspalloy/mandrins en DS200, suivi de la déformation par LVDT (par contact), acquisition numérique et papier. En cours de thèse, il a été adapté sur le banc un système d'extensomètrie laser (nappe laser Keyence LS-7070M®) qui a permis des mesures de la déformation directement sur la partie utile des éprouvettes. Un tel système de mesure permet de s'affranchir de la déformation des lignes.

Pour le système de chauffage, le banc est équipé d'un four à lampes du constructeur Research Incorporated. Le chauffage se fait par rayonnement au moyen de 4 lampes longues de 250 mm et d'une puissance unitaire de 2 kW. Cette longueur de lampes permet de chauffer une grande partie de la ligne limitant ainsi le gradient thermique. Les lampes sont placées au foyer de lobes elliptiques très réfléchissants permettant de faire converger les rayons émis au centre du four, qui constitue le deuxième foyer des ellipses où sont positionnées les éprouvettes. Le refroidissement des parois du four est assuré par circulation d'eau.

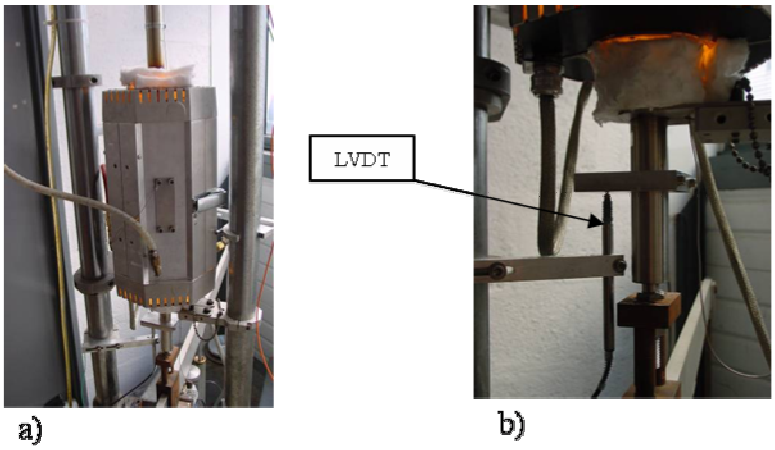


Figure IV-4: Banc de fluage équipé d'un four à lampes (banc FL)
a) Vue globale, b) Suivi de la déformation par LVDT

Une température d'essai maximale de 1250°C peut être atteinte sur ce banc de fluage. La régulation thermique est assurée au moyen d'un thermocouple S (Pt / 10% Rh) gainé en Inconel directement placé sur l'éprouvette dans l'alésage prévu à cet effet (Figure IV-1). Un thermocouple S de contrôle est aussi placé au même endroit dans la tête opposée. Un tel positionnement des thermocouples permet donc une régulation non pas en surface de l'échantillon, mais à cœur. L'utilisation de cette technique évite de souder des thermocouples en surface des échantillons, soudures qui peuvent conduire à des modifications locales de microstructure.

Un gradient de 5°C est obtenu sur la partie centrale de l'éprouvette, le gradient étant de l'ordre de 25°C entre le centre de la partie utile et la tête de l'éprouvette (Tableau IV-1).

En raison de l'oxydation des parois du four, de nombreux étalonnages en température ont été effectués (environ toutes les 500 heures de fonctionnement du banc), ainsi qu'à chaque nettoyage des parois. Les thermocouples sont aussi souvent contrôlés et remplacés dès que des fissures apparaissent dans leur gaine en Inconel.

T_u : centre de la partie utile	T_r : température au fond du premier filet supérieur.	T_1 : température 3 mm au dessus de T_u	T_2 : température 3 mm au dessous de T_u	T_3 : température au fond du premier filet inférieur
1050°C	1025°C	1046°C	1045°C	1026°C
1200°C	1163°C	1197°C	1195°C	1163°C

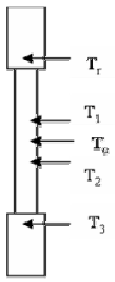


Tableau IV-1 : Températures le long des éprouvettes dans le banc FL

Procédure d'essai :

La mise en charge thermique se fait par un saut de la température ambiante à 700°C (montée en moins de 1 minute), suivi par une rampe jusqu'à la température cible à une vitesse de 50°C/min. La mise en charge mécanique intervient après une stabilisation thermique de 30 minutes.

Notons toutefois, que pour les essais conduits à des températures supérieures à 1050°C, le temps de stabilisation thermique a été considérablement réduit (5 minutes) afin d'éviter une trop grande évolution de la fraction de phase γ' avant la mise en charge mécanique. C'est d'ailleurs pour éviter ce phénomène que le banc FL est préféré au banc FR pour les essais à des températures supérieures à 1050°C, puisqu'il présente une cinétique de montée en température bien supérieure au banc FR. En revanche, ce dernier présente un champ de température le long de l'éprouvette plus homogène que le banc FL.

c. Influence du moyen d'essai sur le comportement en fluage

La Figure IV-5 présente la comparaison des courbes de déformation typiques du fluage à 1050°C / 140 MPa du MCNG dans les deux types de banc d'essai.

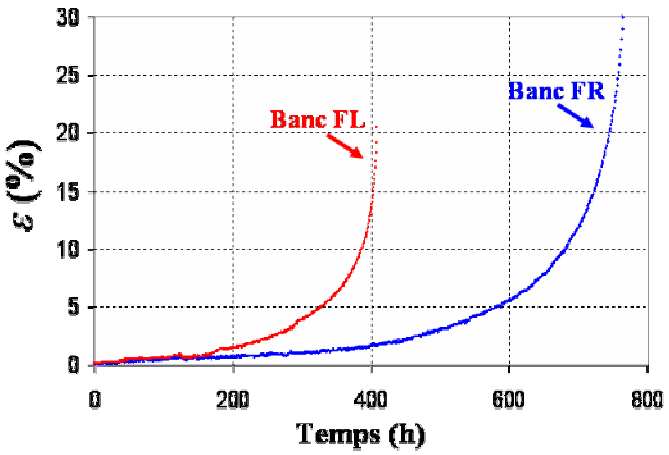


Figure IV-5: Comparaison des moyens d'essai (Lot 1)

Les courbes de fluage présentent les mêmes caractéristiques dans les bancs FR et FL (Cf. § IV.2). En revanche, les courbes de déformation obtenues dans le banc FL présentent une durée de vie et un allongement à rupture plus faible que dans le banc FR. En fait, dans le four à lampes, le stade tertiaire s'initie plus tôt et il semble plus rapide que dans le four à résistance. Notons que les remarques qui viennent d'être faites sont valables aussi bien pour le lot de matière n°1 et que pour le n°3.

Pour s'affranchir du moyen d'essai dans lequel est conduit un essai de fluage isotherme, nous avons normé les valeurs de temps par le temps à rupture caractéristique de chaque moyen d'essai et la déformation par la déformation caractéristique de chaque moyen d'essai. Les courbes de fluage obtenues sont comparées à la Figure IV-6. Quels que soient le moyen d'essai et le lot de matière, les courbes de déformation sont tout à fait semblables, ce qui montre la similitude des mécanismes de déformation d'un lot de matière à l'autre ou d'un moyen d'essai à l'autre.

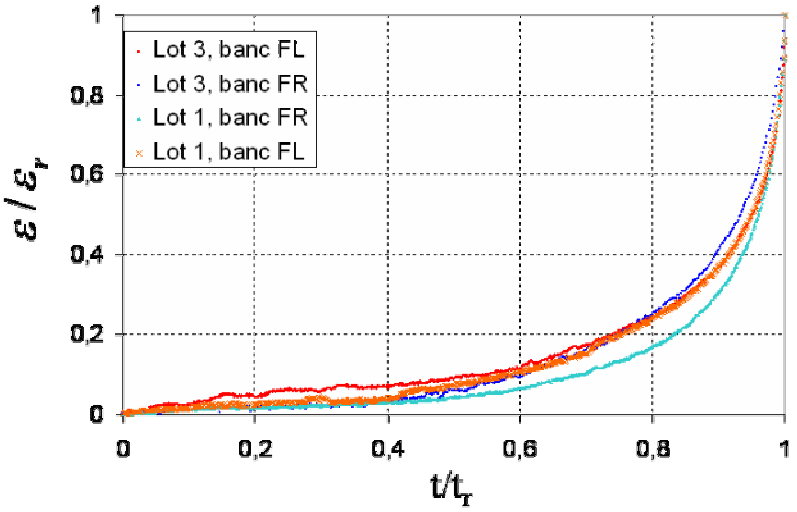


Figure IV-6: Courbes de déformation en fluage normées par le temps et la déformation à rupture de chaque moyen d'essai

Pour stigmatiser les différences de comportement entre les deux moyen d'essai, un essai de fluage à 1050°C / 140 MPa comportant un changement de moyen de fluage en cours d'essai a été réalisé. La Figure IV-7 présente donc la courbe de vitesse de fluage d'une éprouvette fluée pendant 200 heures dans le banc FR et dont la suite du fluage a été réalisée dans le banc FL. On constate bien sur cette figure que la vitesse de déformation est accélérée au passage dans le four à lampes. La durée de vie plus faible du MCNG obtenue lors des essais menés dans le four à lampes résulte donc de la vitesse de déformation plus grande dans ce moyen d'essai, qui conduit à un déclenchement plus précoce du stade tertiaire.

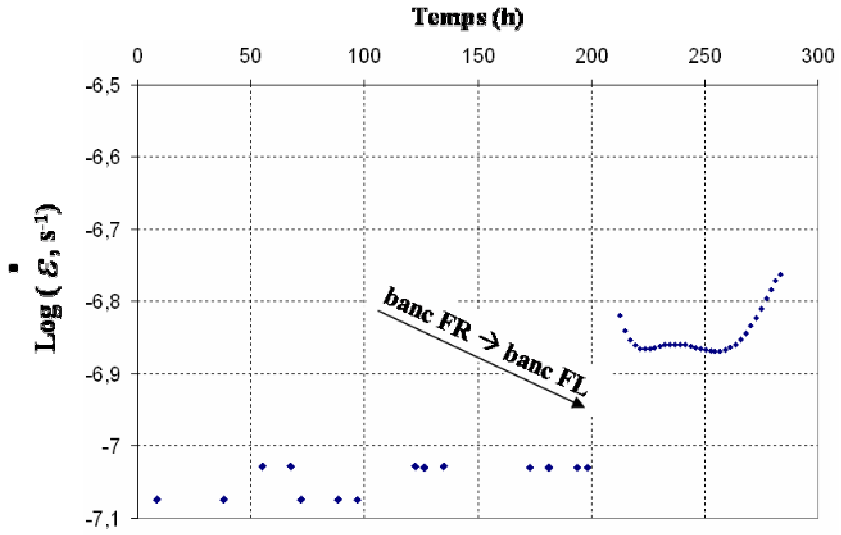


Figure IV-7: Changement de moyen d'essai

Par ailleurs, on constate que lors de la reprise du fluage à 1050°C / 140 MPa dans le banc FL, le matériau présente un nouveau stade de fluage primaire (Figure IV-7). Ce nouveau stade primaire résulte du passage à la température ambiante depuis la température 1050°C au moment du changement de moyen d'essai. En effet, à 1050°C, la fraction de phase γ' à l'équilibre est plus faible qu'à la température ambiante. Lors du retour à la température ambiante pour le changement de moyen d'essai, une fraction de phase γ' reprécipite. Le refroidissement dans le four à résistance est assez lent et celui-ci se fait en maintenant le chargement mécanique appliqué à l'éprouvette. De ce fait, la reprécipitation de la phase γ' lors de ce refroidissement va se faire sous forme de petits radeaux entourés de dislocations [1, 2]. Lors du retour à 1050°C, les micro-radeaux issus de la reprécipitation vont se dissoudre et les dislocations qui les entouraient vont être relâchées dans la matrice créant ainsi le primaire observé lors de la reprise du fluage dans le banc FL [2]. Dans [2], de tels stades primaires sont observés sur MC2 lors de cycles en température entre 1150°C et la température ambiante alors que, lors des cycles réalisés entre 950°C et la température ambiante, aucun primaire n'est observé lors du retour en fluage à 950°C. Cette différence de comportement est reliée au fait qu'à 950°C, la phase γ' du MC2 ne se dissout pas, alors que lors des cycles entre 1150°C et l'ambiante, la fraction de phase γ' varie.

<u>Eléments d'explication des différences de comportement entre les banc FR et le banc FL</u> :

Il semble peu probable qu'une si grande différence de comportement puisse provenir de la seule dispersion matériau (Cf. IV.2.1.b). De plus, lors des travaux de thèse sur MC2 [1], pour lesquels les mêmes moyens d'essais ont été utilisés, J. Cormier a lui aussi noté une différence significative de durée

de vie d'un type de four à l'autre, la différence en terme de durée de vie entre les deux moyens d'essai étant dans les mêmes proportions que celles observées pour le MCNG.

Les différences observées entre les deux moyens d'essai proviennent donc plus probablement des différences de caractéristiques techniques entre les fours. La température dans le banc FR est homogène, alors que dans le banc FL, un gradient de température substantiel a été mesuré le long des éprouvettes fluées. La situation est résumée à la Figure IV-8. Dans le four à lampes, la température de 1050°C n'est atteinte qu'au centre de la partie utile de l'éprouvette. En s'éloignant du centre, l'éprouvette est moins sollicitée thermiquement. La sollicitation thermo-mécanique dans le four à lampes est donc moins homogène que dans le four à résistances.

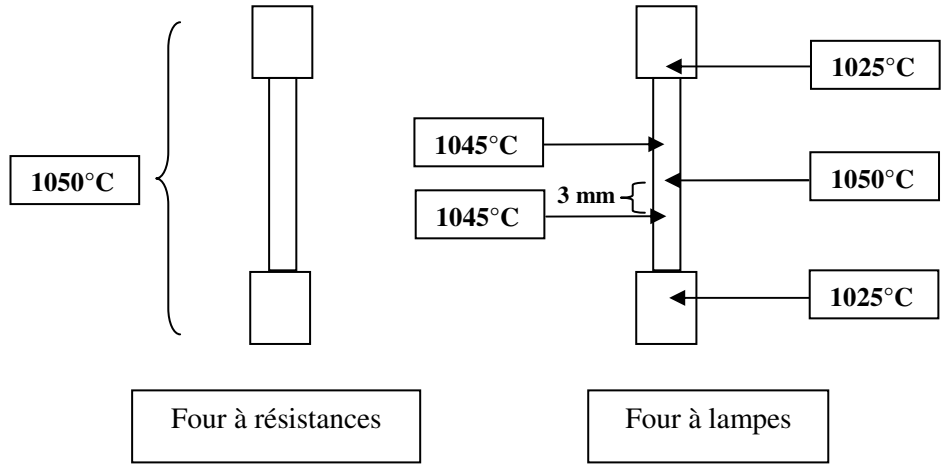


Figure IV-8: Champs de température le long des éprouvettes suivant le moyen d'essai

On observe clairement sur la Figure IV-9 que, pour les éprouvettes rompues dans le four à lampes, la striction est très importante et concentrée sur les 6 mm centraux des éprouvettes, là où le niveau de température est le plus élevé (1045°C < T < 1050°C, Tableau IV-1). Au contraire, dans le four à résistances, la striction des éprouvettes est plus répartie sur quasiment toute la longueur de l'éprouvette.

D'autre part, on constate à la Figure IV-9 que la rupture des éprouvettes fluées dans le four à lampes intervient toujours bien au centre de la partie utile alors que dans le four à résistances, la localisation de la rupture le long de la partie utile est plus aléatoire. Les observations microstructurales de la structure γ/γ' sur des coupes longitudinales d'éprouvettes rompues révèlent que la déstabilisation de la structure en radeaux (désorientation des radeaux par rapport à l'axe perpendiculaire à la contrainte, Cf. § IV.3) s'étend sur environ 3.5 mm dans une éprouvette rompue dans le four à lampes alors que les radeaux sont désorientés sur environ 13.5 mm pour une éprouvette fluée dans le four à résistances.

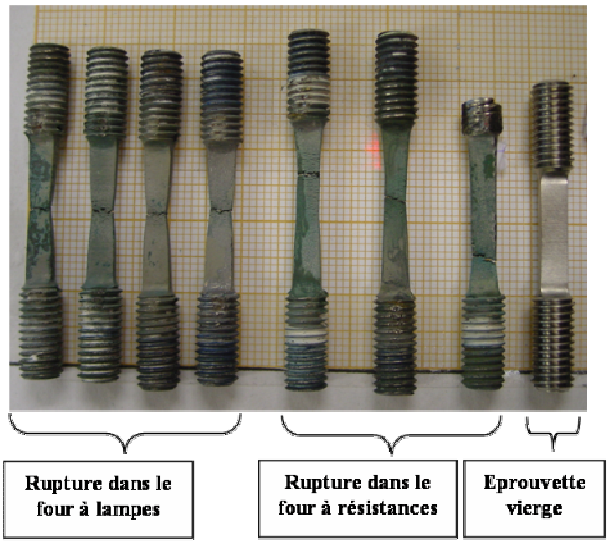


Figure IV-9: Striction des éprouvettes menées à rupture

Ces observations aident à comprendre les différences de comportement entre les deux types de four. Dans le four à lampes, la zone subissant la sollicitation thermo-mécanique maximale est plus restreinte que dans le four à résistance, cette zone concentre donc l'activité plastique la plus intense. La capacité d'une éprouvette à accommoder la déformation est donc réduite dans le four à lampes, le déclenchement des mécanismes irréversibles de déformation s'initie plus tôt. Par suite, la rupture intervient plus tôt dans le dans le banc FL. Par ailleurs, la concentration de la déformation au centre de l'éprouvette dans le four à lampes, alors que le reste de l'éprouvette se déforme moins, permet d'expliquer l'allongement à rupture moins important et la rupture localisée dans ce moyen d'essai.

IV.2. Comportement macroscopique

Cette partie décrit le comportement macroscopique en fluage du MCNG au travers des courbes de fluage des différents essais qui ont été conduits au cours des travaux de thèse. Les caractéristiques du comportement macroscopique du matériau (répartition des stades de fluage I, II et III, durée de vie, vitesse minimale de fluage…) et leur évolution en fonction de la température et du niveau de chargement mécanique sont analysées et commentées. En outre, les résultats recueillis en terme de durée de vie et vitesse de déformation pour les différentes conditions d'essais permettront d'identifier une partie des coefficients des lois d'endommagement et de comportement du matériau qui seront présentées au chapitre VI.

IV.2.1. Les essais de fluage à 1050°C / 140 MPa

Cette condition d'essai est considérée être représentative d'un régime moteur en vol de croisière. Bien évidemment, les conditions de sollicitation mécanique et thermique rencontrées sur la hauteur d'une aube varient depuis le pied de sapin jusqu'au sommet de celle-ci (contrainte élevée / température faible en pied de sapin, et contrainte faible / température élevée au sommet de l'aube). Cependant la condition 1050°C / 140 MPa, qui témoigne d'une zone critique de l'aube en fluage, est un des points dimensionnant des pales HP. Cette condition de fluage servira donc de référence pour évaluer l'influence des surchauffes OEI sur le comportement et l'endommagement du matériau (Chapitre V).

Des essais jusqu'à rupture ont été menés sur les bancs de fluage FR et FL. Plusieurs essais interrompus ont également été réalisés sur le banc FR soit pour observer la microstructure γ/γ' à différents stades de l'essai de fluage (§ IV.3), soit pour préfluer des éprouvettes en vue de leur faire subir par la suite une surchauffe OEI (Chapitre V).

a. Caractéristiques du comportement à 1050°C / 140 MPa

La Figure IV-10 présente les courbes de fluage typiques du MCNG à 1050°C / 140 MPa dans le banc FR. La Figure IV-10a représente la déformation en fonction du temps, alors que la Figure IV-10b représente la vitesse de déformation en fonction du temps. Ces courbes seront prises comme référence du comportement en fluage du MCNG à 1050°C / 140 MPa.

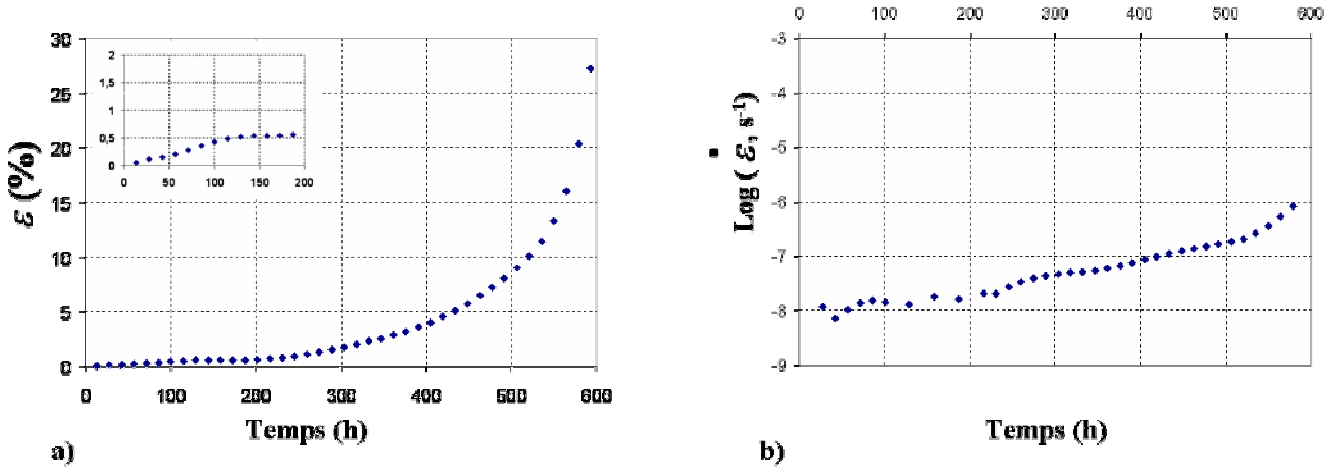


Figure IV-10: Courbes de fluage du MCNG à 1050°C / 140 MPa (banc FR)

Les courbes de fluage obtenues à 1050°C / 140 MPa ne présentent pas forcément de stade de fluage primaire (I). Lorsqu'un primaire est enregistré, celui-ci présente une forme de « S » relativement allongé avec une amplitude faible qui ne dépasse pas 0.5% de déformation (insert Figure IV-10a). Sur l'essai de fluage présenté à la Figure IV-10, le stade de fluage primaire est à peine perceptible sur la courbe de vitesse (Figure IV-10b), et l'on constate sur la courbe de déformation que le sommet du « S », qui marque la fin du primaire, n'est atteint qu'après 100 heures de fluage (Figure IV-10a, insert).

L'essentiel de la déformation du MCNG, dans la condition d'essai présentée ici, se fait lors du stade de fluage tertiaire (III). Celui-ci couvre environ 60% de la durée de vie du matériau et près de 98 % de la déformation est cumulée lors de cette phase. L'accélération de la déformation s'initie environ après 200 heures de fluage (Figure IV-10). Le stade de fluage secondaire (II) est relativement bref puisqu'il ne s'étale que sur une centaine d'heures après la fin du stade primaire.

Une telle description du comportement macroscopique en fluage du MCNG est assez différente de celle observée dans cette condition de fluage pour les alliages de première génération [3-5], et notamment pour MC2 [1, 5, 6]. Dans ce type de superalliage, la déformation cumulée lors du stade primaire est plus brutal (plus grande amplitude de déformation sur un temps plus court), le stade secondaire couvre l'essentiel de la durée de vie et la quasi-totalité de la déformation à rupture s'effectue peu de temps avant la fin de l'essai, une forte accélération de la vitesse de déformation se produisant après 75% de la durée de vie. Ces différences de comportement sont mises en évidence à la Figure IV-11, qui compare les courbes de fluage du MCNG et du MC2 à 1050°C / 140 MPa. Les deux matériaux présentent une durée de vie comparable mais ont un comportement totalement différent. Le MCNG cumule beaucoup de déformation tout au long de l'essai de fluage (stade III prépondérant) alors que le MC2 cumule très peu de déformation jusque peu avant la rupture (stade II prépondérant).

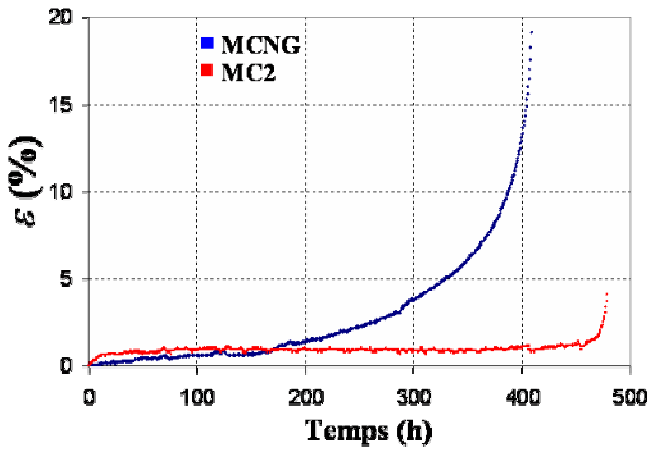


Figure IV-11: Comparaison des courbes de fluage de MCNG et MC2 à 1050°C / 140 MPa (banc FL)

b. Dispersion matière

L'évaluation de la dispersion des résultats entre les différents lots de matière et au sein même d'un lot est primordiale. En effet, pour s'assurer de la reproductibilité des essais, il est important que la dispersion matière ne soit pas trop importante. Par exemple, les essais interrompus doivent nous permettre d'observer la microstructure γ/γ' du MCNG à un stade caractéristique de la courbe référence de fluage à 1050°C / 140 MPa (Figure IV-10). Il est donc essentiel qu'au moment auquel intervient l'interruption de l'essai, le matériau ait atteint un niveau de déformation proche de celui atteint pour l'essai de référence pour un même temps de fluage. Par ailleurs, lorsqu'il s'agira de comparer l'effet d'une surchauffe OEI sur deux éprouvettes ayant subi la même durée de préfluage, il est indispensable que les deux échantillons aient atteint un niveau de déformation comparable.

Pour évaluer la dispersion, les différentes courbes de fluage des essais à 1050°C / 140 MPa (menés à rupture ou interrompus) ont été regroupées (Figure IV-12, Figure IV-13 et Figure IV-15) et certaines de leurs caractéristiques ont été comparées dans le Tableau IV-2.

i) Comparaison des lot 1 et lot 3

Les lots de matière 1 et 3 ont été décrits au chapitre I.

Les courbes de fluage typiques des deux lots sont présentées à la Figure IV-12 (banc FR) et à la Figure IV-13 (banc FL). Quel que soit le lot de matière et le moyen d'essai, les courbes de fluage ont la même allure et les mêmes caractéristiques : le stade primaire de fluage est peu marqué, on observe un stade de fluage secondaire réduit alors que le stade tertiaire couvre l'essentiel de la durée de vie. Pour le lot 1, le tertiaire couvre environ 57 % de la durée de vie totale du matériau, pour le lot 3, le tertiaire couvre 63% de la durée de vie. En outre, dans un même moyen d'essai les deux lots présentent le même niveau de déformation à rupture.

En revanche, quel que soit le moyen d'essai, on constate que la durée de vie du lot 1 est plus longue que celle du lot 3, d'environ 26% dans le four à résistances (DDV_{lot1}= 768 h, DDV_{lot3}= 593 h) et 38% dans le four à lampes (DDV_{lot1}= 409 h, DDV_{lot3}= 278 h).

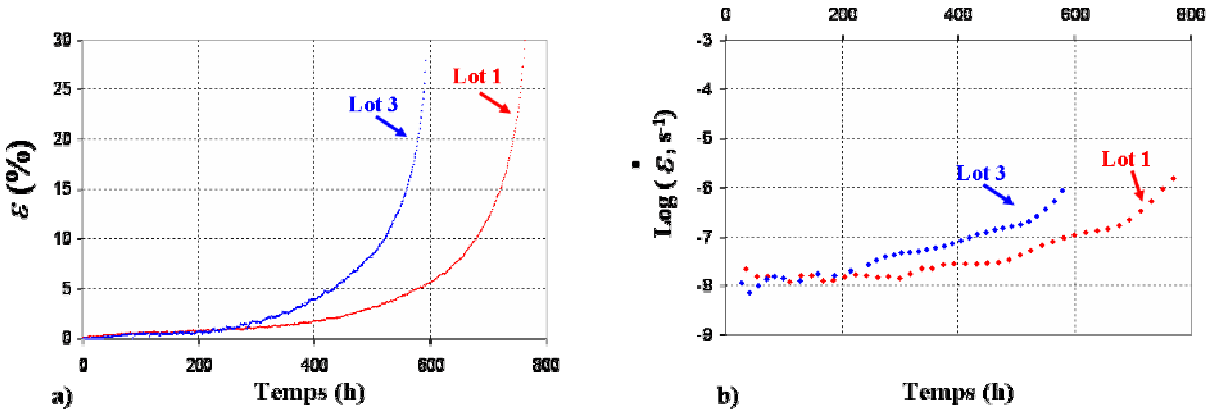


Figure IV-12: Comparaison des courbes de fluage du lot 1 et du lot 3 (banc FR)

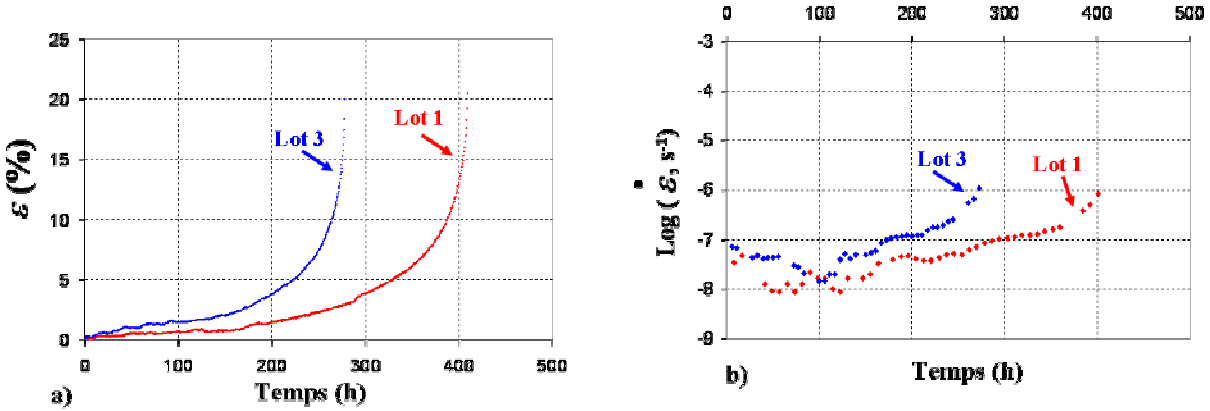


Figure IV-13: Comparaison des courbes de fluage du lot 1 et du lot 3 (banc FL)

Cette dispersion entre les deux lots de matière tient au fait que le tertiaire des éprouvettes du lot n°3 s'initie plus tôt et cumule plus de déformation que pour celles du lot 1 (Figure IV-12b, Figure IV-13b). Ces observations témoignent de toute l'importance de l'état de la microstructure initiale dans les superalliages. En effet, des études ont montré que les propriétés en fluage variaient significativement pour différentes tailles initiales de précipités γ' (Figure IV-14) [7, 8]. Au vue des résultats présentés à la Figure IV-14, il semblerait que l'on puisse relier la plus grande durée de vie en fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa du lot 1 à la taille des précipités de γ' plus petite dans ce lot (455 nm en moyenne) que dans le lot 3 (590 nm en moyenne).

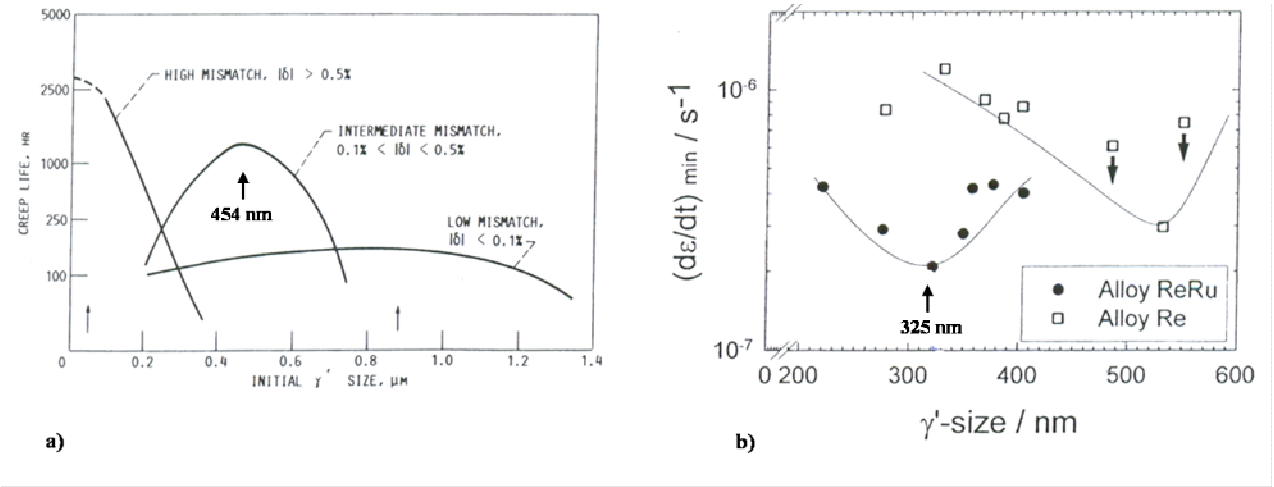


Figure IV-14: Relation entre la taille initiale des précipités γ' et la tenue en fluage
a) Effet de la taille initiale de γ' et du misfit δ sur la tenue en fluage dans un régime de sollicitation pour lequel il y a mise en radeaux [7]
b) Vitesse minimale de fluage en fonction de la taille initiale de γ' en fluage à 1100°C / 137 MPa [8]

ii) Dispersion dans le lot 3

Etant donné la dispersion entre le lot 1 et le lot 3, la majeure partie des essais de la thèse a été réalisée sur des éprouvettes d'un seul lot, le n°3. En l'occurrence, tous les essais concernant le fluage anisotherme et les caractérisations microstructurales au cours des essais de fluage ont concerné des éprouvettes du lot 3. Il est donc indispensable d'évaluer la dispersion au sein de ce lot.

La Figure IV-15 présente les courbes de fluage d'une dizaine d'essais de fluage réalisés à 1050°C / 140 MPa sur des éprouvettes du lot 3, elle donne un bon aperçu de la dispersion du comportement au sein de ce lot matière.

De manière générale, les courbes d'essais présentent peu de dispersion jusqu'à 200 heures de fluage. Le faisceau de courbes s'élargit ensuite nettement après 300 heures, l'écart maximal étant d'une centaine d'heures. La dispersion semble résulter d'une différence dans le déclenchement du stade tertiaire et dans le cumul de déformation lors de ce stade. Une entrée précoce dans le tertiaire conduit plus rapidement à la rupture. Les vitesses de fluage minimales, mesurées lors du secondaire, ainsi que le temps mis pour atteindre 1% de déformation sont en revanche comparables entre les différents essais (Tableau IV-2).

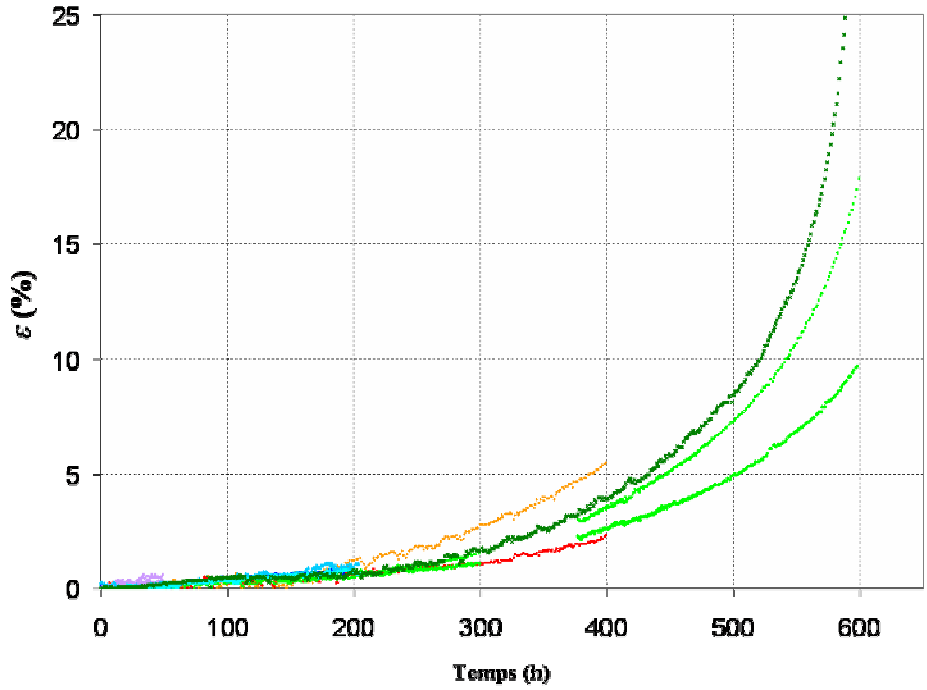


Figure IV-15: Faisceau de courbes de fluage à 1050°C / 140 MPa pour le lot 3 dans le banc FR

Lot	Temps de fluage (h)	$t_{\varepsilon=1\%}$ (h)	$\dot{\varepsilon}_{min}$ (h^{-1})	$\varepsilon_{atteinte}$ (%)	Entrée dans le tertiaire (h)
1	768 (rupture)	290	2.8 E-5	36	354
1	112 (interrompu)	-	5.8 E-5	0.7	-
3	593 (rupture)	240	3.3 E-5	28	210
3	50 (interrompu)		1.8 E-5	0.35	
3	50 (interrompu)		1.4 E-4	0.59	
3	100 (interrompu)		5.4 E-5	0.5	
3	100 (interrompu)		4.6 E-5	0.43	
3	200 (interrompu)		3.67 E-5	0.87	
3	200 (interrompu)		4.32 E-5	0.83	
3	200 (interrompu)	198	5.75 E-5	1.1	
3	400 (interrompu)	194	1.76 E-5	5.48	150
3	400 (interrompu)	284	4.97 E-5	2.28	300
3	600 (interrompu)	281	3.38 E-5	9.67	300
3	600 (interrompu)	250	5.3 E-5	17.81	220
	Moyenne lot 3	241 ± 40	4.2E-5 ± 1.4E-5		236 ± 64

Tableau IV-2: Récapitulatif des caractéristiques des essais menés à 1050°C / 140 MPa dans le banc FR

En définitive, la dispersion quant au comportement du MCNG en fluage à 1050°C / 140 MPa est peu importante. Elle est très faible jusqu'à 200 heures de fluage. Au-delà des 200 heures, la dispersion dans le comportement du matériau est liée à la dispersion des stades tertiaires. Ceci n'est pas très étonnant si l'on considère qu'une part du comportement lors du tertiaire est due au dommage lié à l'ouverture des

pores créés lors de la solidification du matériau. Le taux de pores présents à l'état initial dans le matériau étant variable d'une éprouvette à l'autre, il peut être à l'origine de la dispersion observée.

Il peut être noté que la dispersion dans le comportement du MCNG est moins problématique que celle dans MC2. En effet, le long tertiaire du MCNG conduit à une dispersion en terme de durée de vie à rupture plus faible et prévisible que dans le cas de MC2, pour lequel le déclenchement du régime tertiaire, qui conduit très rapidement à la rupture, est imprévisible et peut intervenir à tout moment dans le plateau de déformation quasi nulle du stade de fluage secondaire.

Pour la sollicitation en fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa du lot 3, nous retiendrons que dans le banc FR, la durée de vie moyenne est d'environ $t_{iso\text{-}FR}$ = 600 heures et la vitesse minimale de fluage est d'environ $\dot{\varepsilon}\min_{iso-FR} = 4\times10^{-5}\ h^{-1}$; dans le banc FL, la durée de vie moyenne est d'environ $t_{iso\text{-}FL}$ = 280 heures et la vitesse minimale de fluage est d'environ $\dot{\varepsilon}\min_{iso-FL} = 9\times10^{-5}\ h^{-1}$.

IV.2.2. Influence du niveau de charge et de la température

Outre les essais à 1050°C / 140 MPa, des essais sous plus forte contrainte ou plus haute température ont également été réalisés. Les conditions de température et de contrainte ainsi que la vitesse minimum de déformation et le temps à rupture de ces essais sont récapitulés dans le Tableau IV-3.

Température (°C)	Contrainte (MPa)	Vitesse de fluage min (h^{-1})	Temps à rupture (h)	Moyen d'essai
1050	140	3.3×10^{-5}	593	FR
1050	200	5.76×10^{-4}	112	FR
1050	200		110	FR
1050	200	1.8×10^{-4}	109	FR
1050	230	9.42×10^{-4}	47	FR
1150	140	1.3×10^{-4}	20	FR
1200	67	1.8×10^{-4}	7	FL

Tableau IV-3: Influences du niveau de température et de contrainte

a. Influence du niveau de charge appliqué

Des essais de fluage à rupture ont été réalisés à 1050°C sous 200 MPa et 230 MPa. Les résultats de ces essais serviront au Chapitre VI pour la détermination de constantes des lois de comportement et d'endommagement du MCNG. Ces essais ont tous été effectués dans le banc FR, sur des éprouvettes du lot 1.

Logiquement, la durée de vie diminue avec l'augmentation de la charge appliquée. La durée de vie moyenne obtenue pour une contrainte appliquée de 200 MPa est d'environ 110 heures, pour une contrainte de 230 MPa, la durée de vie est d'environ 45 heures. Les niveaux de déformation à rupture obtenus pour chacun des essais sont comparables à ceux atteints sous 140 MPa.

Les courbes de fluage obtenues pour ces essais sont présentées à la Figure IV-16. La Figure IV-16a présente la déformation normée par la déformation à rupture de chaque essai en fonction du temps normé par le temps à rupture propre à chaque essai. Cette représentation permet de séparer l'importance relative de chacun des stades de fluage et de comparer l'influence du chargement mécanique. Pour chacun des niveaux de chargement, le matériau présente un comportement relativement similaire : la déformation cumulée lors du stade primaire est faible et la durée de vie est essentiellement effectuée dans le stade tertiaire. Néanmoins, il semble que la part relative occupée par le stade secondaire diminue légèrement avec le niveau de contrainte appliqué. En fait, le principal effet de l'augmentation du niveau de chargement est l'augmentation de la vitesse de déformation (Figure IV-16b), qui conduit à un déclenchement plus précoce du tertiaire.

Du point de vue de la microstructure à rupture, les mêmes caractéristiques qu'à 140 MPa ont pu être observées, à savoir, une forte déstabilisation des radeaux ainsi qu'un important dommage matérialisé par l'ouverture des pores de fonderie (Cf. § IV.3).

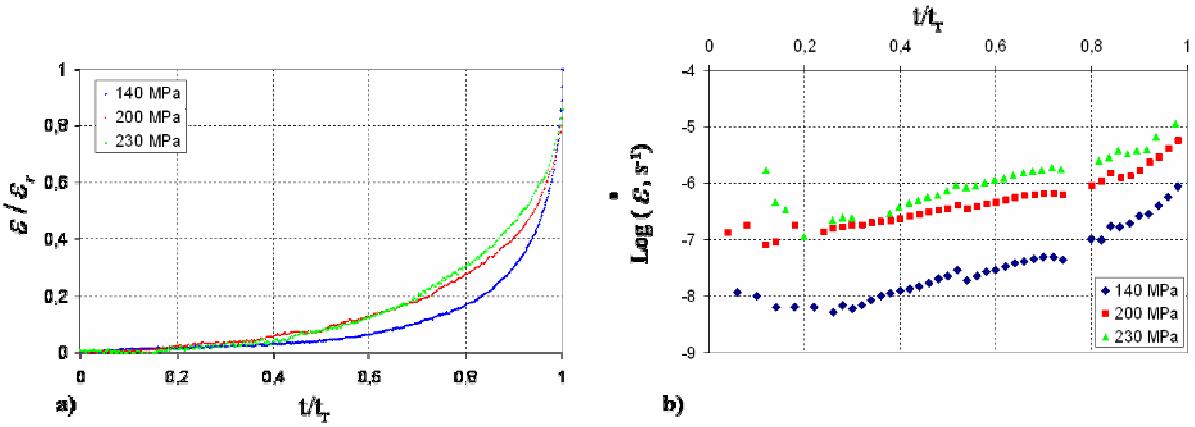


Figure IV-16: Effet du chargement à 1050°C
a) Courbes de déformation, b) Courbes de vitesse de déformation

En définitive, l'augmentation du niveau de sollicitation en fluage à 1050°C ne modifie pas grandement le comportement général du matériau et les processus microstructuraux de déformation mais elle les accélère, ce qui conduit à des durées de vie réduites

b. Influence de la température

Dans cette partie nous comparons entre eux les résultats des essais menés dans les conditions : 1050°C / 140 MPa, 1150°C / 140 MPa et 1200°C / 67MPa.

D'après les données renseignées au Tableau IV-3, il est clair que l'augmentation de température diminue la durée de vie du matériau. La Figure IV-17 présente les courbes de fluage des essais considérés pour lesquelles nous avons normé l'axe des temps par le temps à rupture caractéristique de chaque essai.

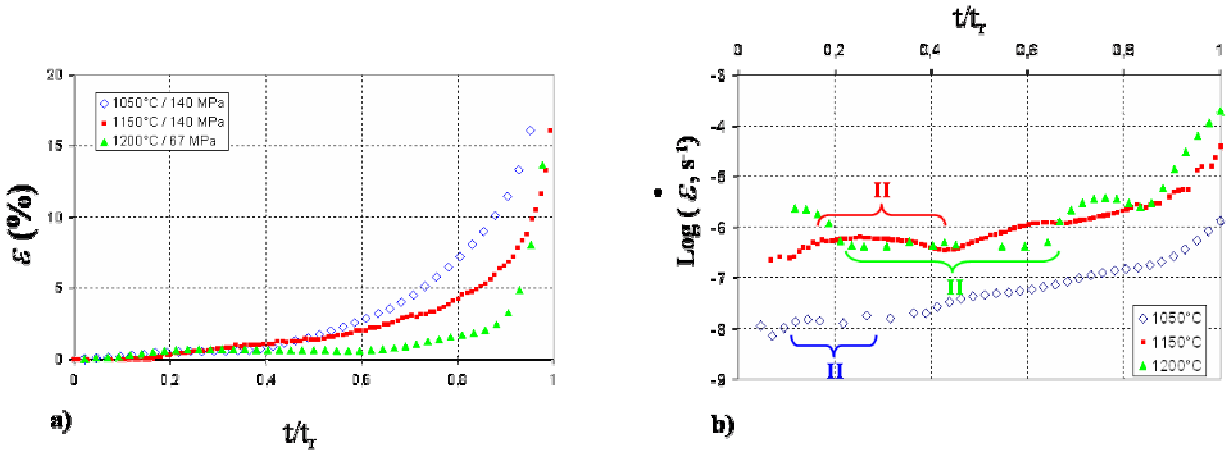


Figure IV-17: Influence de la température
a) Courbe de déformation, b) Courbe de vitesse de déformation

La Figure IV-17b montre que la vitesse de déformation du MCNG croît avec la température, ce qui conduit à un abattement des durées de vie.

Le phénomène marquant du point de vue du comportement macroscopique est l'accroissement relatif de la part du stade secondaire au fur et à mesure que la température d'essai augmente (Figure IV-17b). A tel point qu'à 1200°C, le comportement du MCNG s'apparente à celui des alliages de 1ère génération à 1050°C avec un stade secondaire qui couvre une bonne part de la durée de vie du matériau.

Par rapport à la Figure IV-11, qui comparait le comportement en fluage de MC2 et MCNG à 1050°C / 140 MPa, la Figure IV-18 montre une réelle évolution à 1200°C / 67 MPa. Dans cette condition d'essai, le MC2 cumule plus de déformation tout au long de l'essai (part du stade III plus grande) alors que le MCNG cumule l'essentiel de la déformation dans les derniers temps avant la rupture (part du stade II plus grande). Le MCNG démontre sa capacité de résistance à très haute température, puisqu'à 1200°C, il bénéficie de la plus faible dissolution de sa fraction de phase γ' par rapport au MC2 [9].

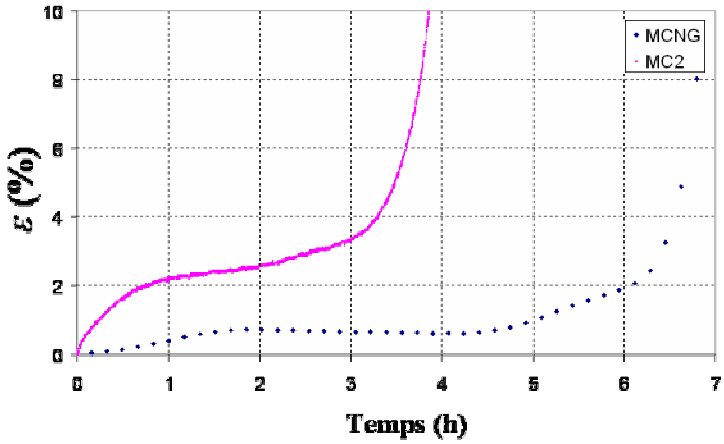


Figure IV-18: Comparaison du comportement en fluage de MC2 et MCNG à 1200°C / 67MPa

IV.3. Comportement microscopique à 1050°C / 140 MPa

Des essais interrompus ont été réalisés à des temps caractéristiques de la courbe de fluage de référence à 1050°C / 140 MPa (Figure IV-10). Les interruptions sont intervenues après 50, 100, 200 et 400 heures de fluage. La microstructure γ/γ' de chacun des échantillons issus des essais interrompus a été quantifiée en terme de fraction surfacique de phase γ', de taille et de régularité de la microstructure.

De plus, dans le cadre de la simulation des régimes d'urgence, ces observations fournissent l'état microstructural sur lequel va intervenir la surchauffe.

IV.3.1. Evolution de la microstructure γ/γ' au cours du fluage à 1050°C / 140MPa

Les images de microstructure (MEB) qui sont présentées dans ce qui va suivre ont toutes été réalisées sur des coupes longitudinales des éprouvettes fluées. Des mesures EDSX des concentrations en Re, W et Ta ont également été réalisées sur les échantillons ayant subi les essais de fluage interrompus. Ces mesures ont révélé que les ségrégations chimiques dans la structure dendritique persistaient même après plusieurs centaines d'heures d'exposition à 1050°C. Les ségrégations chimiques peuvent donc influencer le comportement du matériau jusqu'à la rupture. De ce fait, la microstructure a été observée à la fois dans les dendrites et les espaces interdendritiques, le positionnement dans l'une ou l'autre des régions de solidification ayant été effectué grâce au mode électrons rétrodiffusés du MEB. Les mesures des grandeurs caractéristiques des microstructures ont été réalisées grâce au logiciel de traitement d'image Visilog®, les statistiques fournies sont le résultat du traitement de 5 à 10 images prises dans chacune des deux régions du matériau, et couvrent les mesures de plusieurs centaines d'entités γ ou γ'.

a. Microstructure après 50 heures

Après 50 heures de fluage, le MCNG s'est déformé en moyenne de 0.22%. La microstructure γ/γ' se trouve dans un état intermédiaire de mise en radeaux. La mise en radeaux est quasiment achevée dans les zones dendritiques (ZD) alors que l'on distingue encore bien les cubes initiaux de γ' dans les zones interdendritiques (ZI) (Figure IV-19).

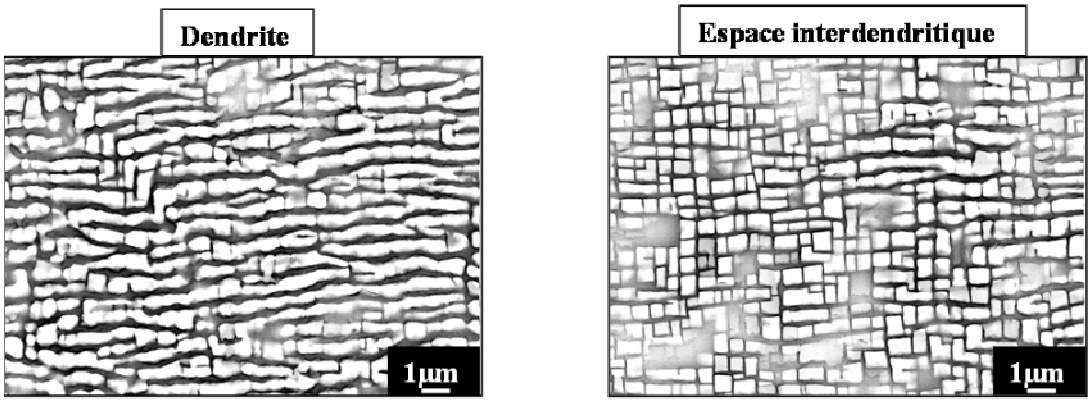


Figure IV-19: Mise en radeaux hétérogène après 50 heures de fluage (γ' en gris clair)

Dans les ZD, on distingue bien les radeaux même si leur surface n'est pas encore très régulière. Le processus de coalescence n'est pas encore totalement achevé puisque l'on devine les cubes de γ' qui constituent les maillons des radeaux.

Au contraire, dans les ZI, les cubes sont encore bien distincts les uns des autres et lorsque la coalescence orientée a débuté, rarement plus de 3 cubes de γ'sont concernés.

Des observations sous MET de lames prélevées dans une éprouvette fluée 50 heures ont montré que les zones dendritiques, où la mise en radeaux est plus avancée, présentaient une activité plastique bien supérieure aux zones interdendritiques (Figure IV-20).

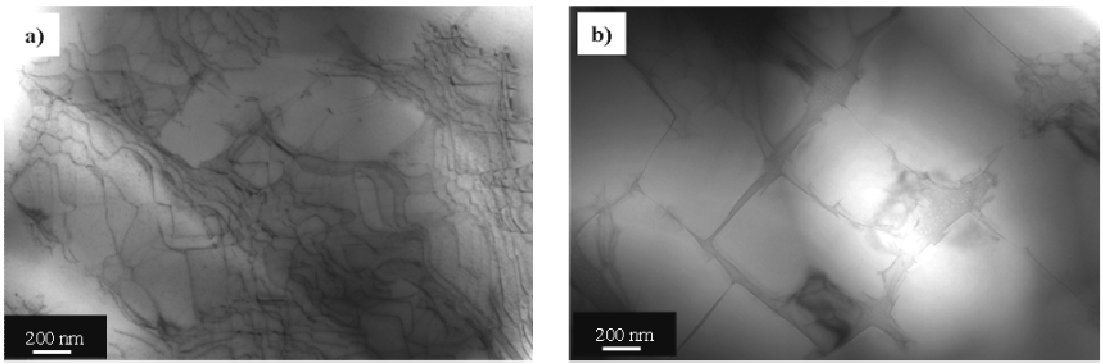


Figure IV-20: Activité plastique à 50h de fluage
a) Zone dendritique, b) Zone interdendritique

La densité de dislocations est supérieure dans les zones dendritiques où la mise en radeaux est plus avancée. La déformation en fluage et la mise en radeaux commencent donc plus tôt dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques. Ces observations sont cohérentes avec les différentes études qui ont été menées sur le CMSX-4 [10, 11]. Lors de ces études, il a été observé que la perte de cohérence des interfaces γ/γ' normales à la direction de la contrainte appliquée était plus rapide dans les dendrites que dans les interdendrites et que ce phénomène accompagnait la mise en radeaux plus rapide dans les zones dendritiques. Par ailleurs, les travaux de Véron et al. ont souligné l'importance de la plasticité dans le processus de mise en radeaux [12-14].

Ces observations d'une mise en radeaux plus rapide dans les dendrites que dans les interdendrites sont un peu surprenantes car contradictoires avec le fait que l'élément Re, qui ralentit les cinétiques de diffusion, est ségrégé préférentiellement dans les ZD. Toutefois, le phénomène de mise en radeaux est un phénomène complexe, géré par différents paramètres dont les influences seront discutées plus loin (§ IV.3.2).

b. Microstructure après 100 heures

Après 100 heures de fluage, la déformation moyenne des éprouvettes de MCNG est de 0.6 %. A cet instant de l'essai de fluage, la microstructure est homogène dans le sens où la mise en radeaux est achevée et qu'elle s'est généralisée dans toute la structure dendritique (Figure IV-21).

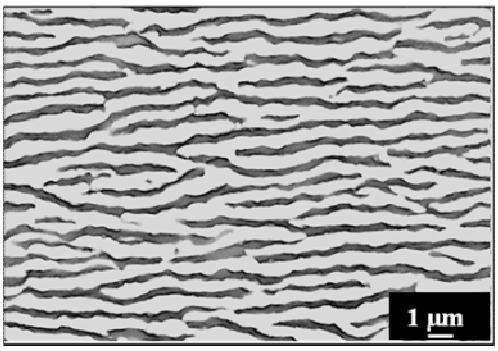


Figure IV-21: Microstructure coalescée après 100 heures de fluage (γ' en gris clair)

Dans la direction perpendiculaire à l'axe de la contrainte, les deux phases sont assez rectilignes, les longueurs des couloirs de matrice γ ainsi que des radeaux de γ' sont visiblement très grandes. Les résultats des quantifications de l'épaisseur des radeaux de γ' ainsi que de la largeur des couloirs de matrice γ sont présentés à la Figure IV-22 sous forme de gaussiennes de répartition des tailles des deux

phases. Les valeurs moyennes des largeurs des couloirs et des épaisseurs des radeaux après 100 heures de fluage sont présentées dans le Tableau IV-4.

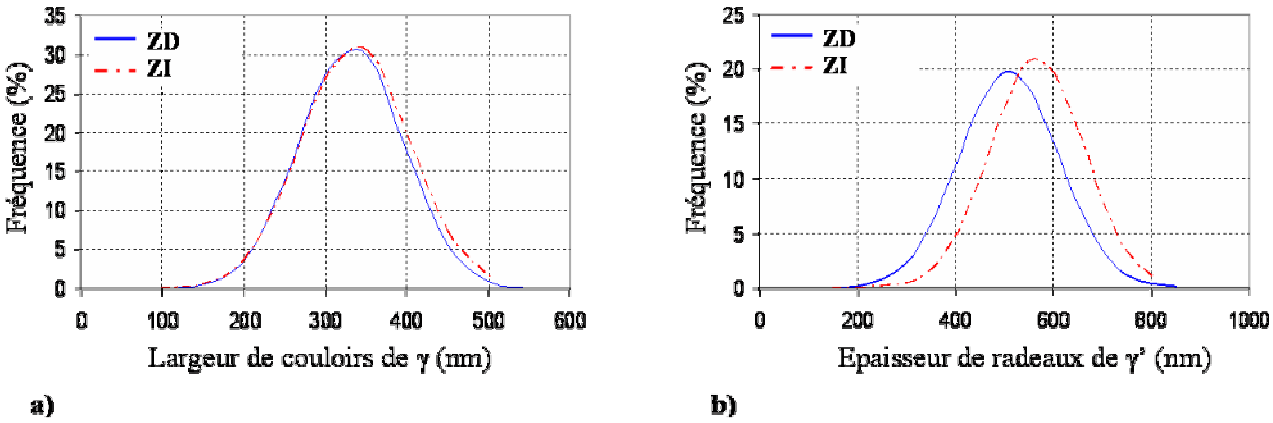


Figure IV-22: Répartition des tailles de γ et γ' dans la structure dendritique après 100 h de fluage a) Largeur des couloirs de γ, b) Epaisseur des radeaux de γ'

	Dendrites	Interdendrites
Largeur moyenne des couloirs de γ	332 nm	337 nm
Epaisseur moyenne des radeaux de γ'	510 nm	566 nm
$Fs_{\gamma'}$	60 %	61.5 %

Tableau IV-4: Taille moyenne des phases après 100h de fluage

Les largeurs moyennes des couloirs de matrice sont très proches dans les ZD (332 nm) et les ZI (337 nm) (Figure IV-22a et Tableau IV-4). Concernant la phase γ', les radeaux sont plus épais dans les ZI (566 nm) que dans les ZD (510 nm) (Figure IV-22b et Tableau IV-4). Cette différence d'épaisseur des radeaux de γ' est directement héritée de la structure initiale du MCNG dans laquelle les cubes de γ' étaient plus gros dans les ZI (620 nm) que les ZD (560 nm). Toutefois, après 100 heures de fluage, que ce soit dans les ZD ou les ZI, les radeaux de γ' sont moins épais que les cubes de la microstructure initiale. Ceci s'explique par le fait que le processus de mise en radeaux implique une migration des espèces γ'-gènes depuis les faces horizontales des radeaux vers les faces verticales [15]. Ce processus conduit naturellement à l'amincissement de la phase γ' lors de la mise en radeaux (Figure IV-23).

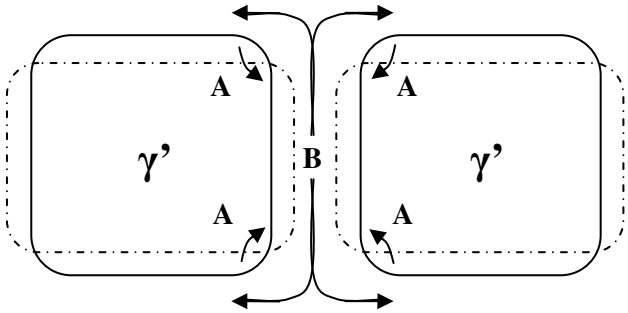


Figure IV-23: Schéma de la mise en radeaux
A: flux des γ'-formeurs, B: flux de γ-formeurs [10]

Après la mise en radeaux, la fraction surfacique de phase γ' est d'environ 60 % dans les ZD et d'environ 61.5 % dans les ZI (Cette différence de fraction de phase γ' est dans l'incertitude de la méthode de quantification (Cf. Chapitre III), toutefois, les quantifications sont plus précises sur les microstructures en radeaux que sur la microstructure cubique). Au cours de la mise en radeaux, si l'on assimile la fraction surfacique à la fraction volumique (hypothèse des radeaux de longueur infinie [3]), il apparaîtrait que la fraction volumique de phase γ' ait légèrement diminué par rapport à ce qu'elle était initialement ($Fv_{\gamma'}$ = 66 % pour la microstructure en cubes initiale).

c. Microstructure après 200 heures

Après 200 heures de fluage, le matériau est proche de la fin du stade de fluage secondaire dans la condition de sollicitation 1050°C / 140 MPa, les éprouvettes de MCNG se sont en moyenne déformées de 0.9%. Les radeaux sont encore bien présents dans tout le matériau mais la microstructure γ/γ' a tout de même évolué depuis l'état atteint après 100 heures de fluage. Ces évolutions de la microstructure ont eu pour effet d'accentuer les différences entre les ZD et les ZI.

Les longueurs des radeaux et des couloirs de matrice ont perceptiblement diminué. L'axe long des radeaux a légèrement tourné par rapport à la direction perpendiculaire à la contrainte appliquée et les radeaux sont plus ondulés. Le nombre de connections de la phase γ' s'est également accru (Figure IV-24).

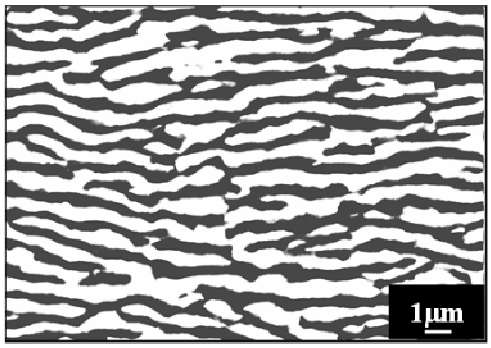


Figure IV-24: Microstructure coalescée après 200 heures de fluage (γ' en gris clair)

Quantitativement, les radeaux de γ' se sont épaissis dans toute la structure dendritique, ils ont désormais des tailles comparables à la taille des cubes de la microstructure initiale du MCNG (Tableau IV-5). L'accroissement relatif de l'épaisseur des radeaux par rapport à l'état atteint après 100 heures de fluage (ΔLγ', Tableau IV-5) est plus important dans les interdendrites ($\Delta L\gamma'_{-ZI}$ = + 10%) que dans dendrites ($\Delta L\gamma'_{-ZD}$ = + 3%). Après 200 heures, les radeaux sont donc toujours plus épais dans les ZI que dans les ZD, la différence entre les deux zones s'est même sensiblement accrue (Figure IV-25b).

L'évolution des couloirs de matrice est plus marquée que celle des radeaux. Les couloirs de γ se sont significativement élargis dans les zones interdendritiques ($\Delta L\gamma_{-ZI}$= + 36%), alors que dans les zones dendritiques leur évolution est moins importante ($\Delta L\gamma_{-ZD}$= + 11%). Après 200 heures de fluage, les couloirs de matrice sont désormais bien plus larges dans les ZI (Figure IV-25a). Dans son étude des alliages de 1ère génération, A. Fredholm [4] avait également constaté un fort élargissement des couloirs de phase γ parallèlement à la contrainte et un épaississement moindre de la phase γ' dans l'alliage 221 dans la condition de sollicitation 1050°C / 140 MPa.

Ces évolutions des couloirs de matrice et des radeaux de précipités s'accompagnent d'une légère décroissance de la fraction surfacique de phase γ' dans le matériau ($Fs_{\gamma'-ZD}$ = 57%, $Fs_{\gamma'-ZI}$ = 60%, Tableau IV-5).

En définitive, après 200 heures de fluage, les écarts de taille entre les dendrites et les interdendrites se sont amplifiés par rapport à la microstructure γ/γ' après 100 h de fluage, aussi bien pour les largeurs de couloirs que pour les épaisseurs de radeaux.

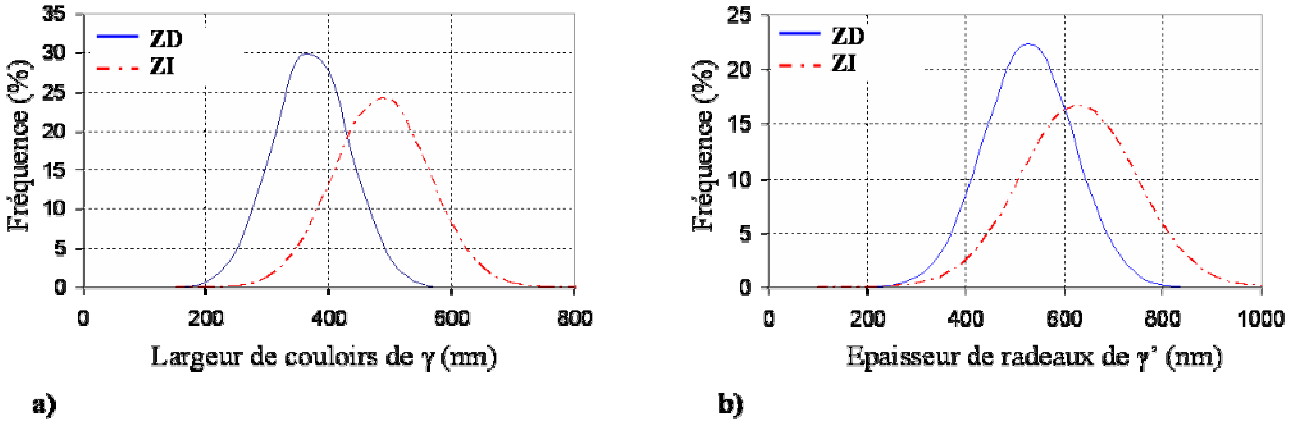


Figure IV-25: Répartition des tailles de γ et γ' dans la structure dendritique après 200 h de fluage
a) Largeur des couloirs de γ, b) Epaisseur des radeaux de γ'

	Dendrites	Interdendrites
Largeur moyenne des couloirs de γ	371 nm	485 nm
ΔLγ	+ 11 %	+ 36 %
Epaisseur moyenne des radeaux de γ'	527 nm	627 nm
ΔLγ'	+ 3 %	+ 10 %
$Fs_{\gamma'}$	57 %	60%

Tableau IV-5: Taille moyenne des phases après 200h de fluage
(ΔLγ : Variation relative de la largeur des couloirs entre 100 et 200 heures de fluage,
ΔLγ' : Variation relative de l'épaisseur des radeaux entre 100 et 200 heures de fluage)

d. Microstructure après 400 heures

A ce stade de l'essai de fluage, le matériau est en plein dans le stade tertiaire, la microstructure γ/γ' est fortement déstabilisée (Figure IV-26).

Les phases γ et γ' sont très irrégulières. L'inversion topologique [4, 5, 16-18] s'est clairement produite dans tout le matériau : la phase γ' enveloppe désormais la phase γ. Les évolutions de chaque phase sont encore une fois plus marquées dans les zones interdendritiques.

Dans les dendrites (Figure IV-26, gauche), les deux phases se sont beaucoup épaissies, et sont très ondulées. La longueur de la phase γ est réduite par rapport à ce qu'elle était après 200h de fluage. La déstabilisation est beaucoup plus avancée dans les espaces interdendritiques. Si dans les ZD, on peut encore distinguer les radeaux, dans les ZI (Figure IV-26, droite), la phase γ' est très grossière et les radeaux ont totalement disparu. De nombreux canaux de γ' se sont développés parallèlement à la direction de la sollicitation. Par ailleurs, l'élancement de la phase γ est extrêmement réduit.

Du point de vue des fractions surfaciques de précipités γ', elles sont respectivement de 55% et 62% dans les dendrites et dans les espaces interdendritiques.

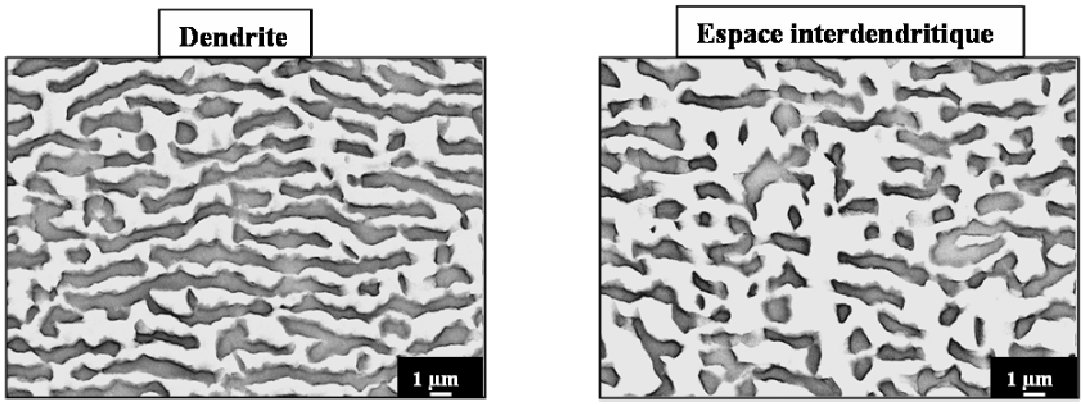


Figure IV-26: Microstructure après 400 heures de fluage (γ' en gris clair)

e. Microstructure à rupture

Des images d'une éprouvette de MCNG menée à rupture à 1050°C / 140 MPa ont été réalisées sur toute la longueur de l'éprouvette depuis la zone de rupture jusqu'à la tête filetée (Figure IV-27).

La microstructure γ/γ' est très perturbée tout le long de la partie utile par rapport à celle que l'on observe dans les congés de l'éprouvette, où les contraintes sont trop faibles pour perturber la microstructure (section bien plus grande, Cf. Annexe 1).

La microstructure est tellement déstabilisée dans la zone de la rupture, que couloirs de matrice et précipités sont quasiment parallèles à l'axe de traction. Outre la désorientation de la microstructure γ/γ', le dommage se traduit également par l'ouverture des pores formés lors de la solidification du matériau. L'ouverture de ces pores amorce des fissures dans le matériau, et c'est très probablement la propagation d'une de ces fissures qui a conduit à la rupture. La forte désorganisation de la microstructure au voisinage de la zone de la rupture (comparativement au reste de la partie utile de l'éprouvette) est probablement entretenue par l'ouverture des pores qui, lorsqu'ils croissent, conduisent à un niveau de contrainte localement plus élevé. Cela contribue à désorienter les radeaux [19]. De plus, la striction importante dans la zone de la rupture accroît localement le niveau de déformation plastique.

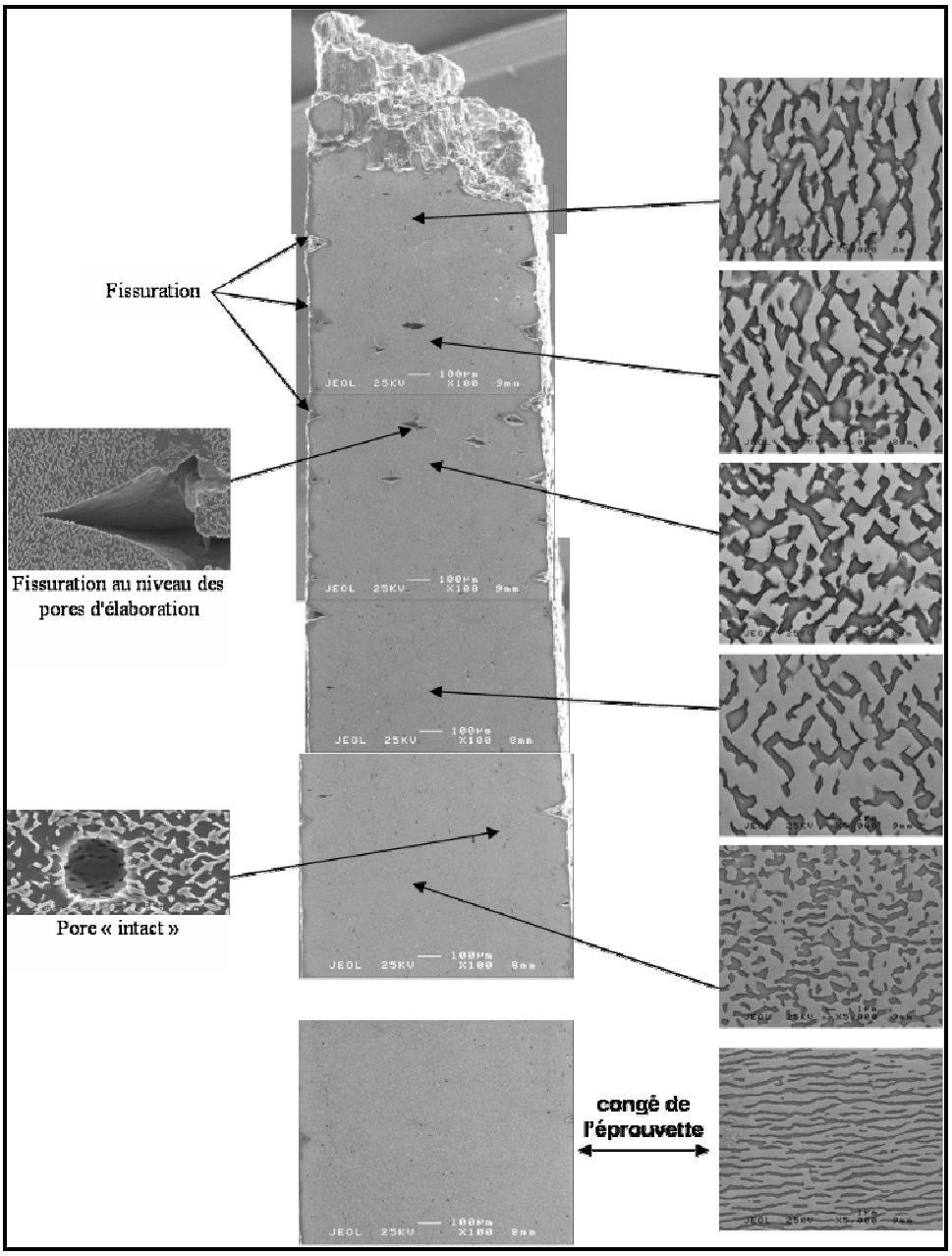


Figure IV-27: Coupe longitudinale et microstructure d'une éprouvette de MCNG menée à rupture lors d'un essai de fluage à 1050°C / 140MPa (γ' en gris clair)

f. Récapitulatif

Si l'on fait le bilan des évolutions microstructurales au cours du fluage à 1050°C / 140 MPa du MCNG, on a pu constater que, d'un point de vue général, la mise en radeaux dans le matériau se produit entre 50 et 100 heures. Entre 100 et 200 heures, la structure lamellaire γ/γ' évolue avec un élargissement des couloirs de matrice important et un épaississement des radeaux de γ' modéré. A partir de 200 heures de fluage et au delà, les γ' deviennent plus irréguliers (ondulations), la microstructure γ/γ' se désoriente,

les branchements de phase γ' se multiplient pour conduire à l'inversion topologique. A rupture, l'élancement de la phase γ est très restreint, la phase γ' est grossière et elle a totalement perdu son orientation privilégiée suivant la direction normale à la contrainte, à tel point que proche de la zone de rupture, les radeaux de γ' sont orientés parallèlement la direction de la contrainte.

Ces observations sont communes à toute la structure dendritique du MCNG. Cependant des différences d'évolution sont encore une fois apparues entre les dendrites et les interdendrites. La mise en radeaux est plus rapide dans les zones dendritiques. Une fois la mise en radeaux terminée, ce sont les zones interdendritiques qui montrent les évolutions les plus marquées. Pour une même durée de fluage, l'élargissement des couloirs de phase γ ainsi que l'épaississement de radeaux sont plus importants dans les ZI. La désorganisation de la structure lamellaire des deux phases y est par suite plus rapide et importante que dans les ZD.

IV.3.2. Discussion sur les évolutions microstructurales observées

Tout comme dans le cas de la dissolution en l'absence de chargement mécanique de la phase γ' (Cf. Chapitre III), on constate une disparité de comportement entre les dendrites et les espaces interdendritiques lors du fluage à 1050°C / 140 MPa. Les ségrégations chimiques qui persistent dans la structure dendritique du MCNG après les traitements thermiques standards sont à l'origine de ces différences de comportement. Dans ce qui suit, les effets des ségrégations chimiques vont être discutés pour expliquer la mise en radeaux différée entre les dendrites et les interdendrites ainsi que les différences de cinétique d'évolution des deux zones du matériau une fois que la mise en radeaux s'est produite.

Les ségrégations chimiques seront principalement assimilées à la ségrégation de l'élément rhénium, qui présente la plus grande disparité de répartition dans la structure dendritique, qui diffuse le plus lentement et qui impacte le plus le niveau de misfit.

a. Mise en radeaux différée entre les dendrites et les interdendrites

Différentes études ont constaté des cinétiques hétérogènes de mises en radeaux dans les superalliages [4, 10, 11, 20-22], qui ont toutes été attribuées aux différences de composition chimique dans la structure dendritique. Toutefois, la chimie du matériau intervient sur de nombreux paramètres, et les effets des ségrégations chimiques considérés pour expliquer les différences de cinétique de mise en radeaux varient d'une étude à l'autre. Il s'agit donc ici d'essayer de dégager l'effet des ségrégations

chimiques qui prévaut dans le MCNG et qui permet d'expliquer la mise en radeaux plus rapide dans les zones dendritiques dans la condition d'essai étudiée.

i) Le processus de mise en radeaux

Du fait de la différence de paramètre de maille entre la phase γ et la phase γ', il existe dans les superalliages des contraintes internes dites de cohérence, qui sont créées par le misfit δ (Chapitre II). Dans les superalliage à misfit négatif ($a_{\gamma'} < a_{\gamma}$), l'état de contrainte dans le matériau peut être décrit comme suit: les précipités de γ' sont en traction alors que les couloirs de matrice sont en compression (Figure IV-28).

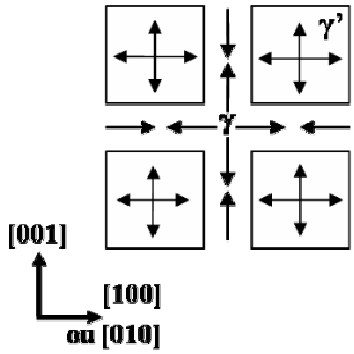


Figure IV-28 : Etat de contrainte interne dans la microstructure initiale d'un superalliage de misfit négatif [23]

En l'absence de contrainte externe appliquée, l'état de tous les couloirs de γ est équivalent (Figure IV-28). La situation change lorsqu'une contrainte de traction est appliquée suivant [001] : la superposition d'une contrainte de traction aux contraintes de cohérence va favoriser le déclenchement de la déformation dans les couloirs horizontaux. Aux hautes températures, le gradient d'énergie de déformation élastique qui s'établit entre les couloirs verticaux et horizontaux joue le rôle de force motrice pour l'échange d'éléments γ-gènes et γ'-gènes entre les deux types de couloirs, ce qui conduit à la mise en radeaux [13, 23, 24]. Parallèlement, le niveau de contrainte plus élevé dans les couloirs horizontaux favorise le flux plastique dans ce type de couloirs. L'activité des dislocations va assister le transport des éléments d'alliage entre les couloirs verticaux et horizontaux, et la mise en radeaux va s'accompagner de la formation de réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' horizontales [13, 15, 23, 24]. Ces réseaux sont constitués de deux types de dislocations, celles qui résultent de la déformation plastique liée au chargement mécanique et celles qui accommodent les contraintes de cohérence [25].

Le processus de mise en radeaux est donc un phénomène complexe qui peut être influencé par deux paramètres majeurs : la diffusion et les champs de contrainte dans le matériau. La diffusion gouverne la

cinétique des flux d'éléments d'alliage nécessaires à la mise en radeaux. Les champs de contraintes dans le matériau agissent, eux, comme force motrice de la mise en radeaux.

ii) Effet des ségrégations chimiques sur la cinétique de diffusion

Un effet attendu de l'élément Re est qu'il doit ralentir la cinétique des mécanismes gouvernés par la diffusion du fait de son faible coefficient de diffusion.

Si l'on compare la mise en radeaux dans les superalliages de 1ère génération (sans Re) avec la mise en radeaux dans le MCNG, il semble que l'effet attendu du Re sur la diffusion soit atteint. En effet, dans la même condition de sollicitation thermo-mécanique, 1050°C / 140 MPa, dans les alliages de 1ère génération MC2 [1] et 221 [4], la fin de la mise radeaux est effective entre 20 et 30 heures de fluage. Au contraire dans le MCNG, la mise en radeaux s'achève entre 50 et 100 heures. La présence de l'élément Re dans le MCNG ralentit donc le processus de mise en radeaux par rapport aux alliages dépourvus de Re [6, 26].

Cependant, dans le MCNG, la mise en radeaux est plus rapide dans les zones dendritiques bien que celles-ci présentent de plus fortes concentrations en Re que les zones interdendritiques. Ces observations paraissent paradoxales avec l'effet du Re sur les cinétiques de diffusion. Néanmoins, Karunaratne et al. [27] ont montré que le coefficient d'interdiffusion du Re dans l'alliage modèle Ni-Re présentait de très faibles variations avec la variation de concentration en Re. Zeng et al. [28] ont eux démontré que l'énergie d'activation de la diffusion de Al n'augmentait que légèrement avec l'augmentation du taux de Re dans leur étude des couples Ni-Re-Al. Bien qu'il soit difficile de généraliser ces résultats au cas de superalliages multi-composés, les remarques qui viennent d'être faites laissent à penser que les différences de concentration en Re entre les dendrites et les interdendrites du MCNG sont trop faibles pour que l'effet du Re sur les cinétiques de diffusion soit le paramètre de premier ordre qui gouverne la cinétique de mise en radeaux.

iii) Effet des ségrégations chimiques sur la force motrice de mise en radeaux

Lors d'une sollicitation en fluage, la force motrice de mise en radeaux (Fm) est influencée par le chargement mécanique extérieur appliqué (σ_{ext}), par le niveau de contrainte interne (σ_{int}), par la contrainte d'Orowan (σ_{Orowan}) et le durcissement de la solution solide (σ_{ss}) : Fm=f (σ_{ex}, σ_{int}, σ_{Orowan}, σ_{ss}). Tous ces paramètres dont dépend la force motrice sont modifiés par les ségrégations chimiques. Il est donc discuté dans ce paragraphe de effets de σ_{ex}, σ_{int}, σ_{Orowan}, σ_{ss} sur Fm, ainsi que l'influence que peuvent avoir les ségrégations chimiques sur le niveau de Fm au travers de ces paramètres.

Lors de la sollicitation en fluage, le chargement extérieur est appliqué à l'ensemble de l'échantillon, il est donc le même pour les dendrites et les interdendrites. De ce fait, σ_{ext} ne fait pas varier la force motrice de mise en radeaux entre chacune des deux zones de la structure dendritique.

L'effet du Re sur le durcissement de la solution solide résulte du fait qu'il ralentit la diffusion et qu'il a tendance à former des clusters dans le matrice [29, 30] en conséquence de quoi, Re gène le mouvement des dislocations dans les couloirs de matrice qui accompagne la mise en radeaux [31]. Du fait de sa répartition préférentielle dans les dendrites, le Re induit un durcissement de la solution solide plus important dans ces zones de la structure dendritique. De ce fait, l'effet de Re sur σ_{ss} aurait tendance à favoriser la force motrice de mise en radeaux dans les interdendrites. Toutefois, l'effet de l'élément réfractaire sur le durcissement de la solution solide ne doit pas être très significatif à haute température car c'est un effet très local (clusters de Re de 1nm non homogènement répartis dans la matrice [30]). De plus, les clusters de Re ne sont pas systématiquement observés dans les alliages Ni-Re [32]. Enfin, les travaux de F. Pettinari [33] ont montré que l'effet de Re sur le durcissement de la matrice du MC2 était faible à 1050°C. En définitive, le durcissement de la solution solide n'a que peu d'influence sur le niveau de force motrice de la mise en radeaux et n'est vraisemblablement pas le facteur principal de la différence observée entre les dendrites et les interdendrites.

Les effets des microségrégations résiduelles sur la cinétique de mise en radeaux ont également été étudiés par Reed et al. dans le CMSX-4 [10]. Pour ces auteurs, la cinétique de mise en radeaux plus rapide dans les zones dendritiques du matériau est à relier, en grande partie, au niveau de contrainte d'Orowan différent entre les dendrites et les interdendrites. En effet, la partition préférentielle des éléments γ'-formeurs Al et Ta dans les régions interdendritiques du CMSX-4 est à l'origine d'une fraction de phase γ' plus élevée dans ces régions (10 points de différence avec les dendrites). Il est alors suggéré que la plus petite largeur des canaux de matrice induite dans les interdendrites est responsable de la plus grande résistance à la mise en radeaux de ces régions, du fait que la plus grande amplitude de la contrainte d'Orowan dans les interdendrites retarde la déformation.

Dans notre cas, nous avons pu constater que la fraction de phases γ' dans MCNG est tout à fait comparable entre les dendrites et les interdendrites ($Fv_{\gamma'}$ ~ 66%). En considérant la taille moyenne des précipités cubiques dans les dendrites et les interdendrites, il a été déterminé que la taille initiale moyenne des couloirs de matrice était d'environ 80 nm dans les ZD et 90 nm dans les ZI. Avec de telles largeurs de couloirs, la contrainte d'Orowan initiale est estimée à $\sigma_{Orowan\text{-}ZD}$ ~ 170 MPa dans les ZD et $\sigma_{Orowan\text{-}ZI}$ ~ 155 MPa dans les ZI. La différence entre les niveaux de contrainte d'Orowan est assez faible entre les ZD et les ZI et, contrairement à l'étude sur CMSX-4, la contrainte d'Orowan est plus élevée dans les ZD. Si l'on suit le raisonnement appliqué au CMSX-4, les ZD devraient être plus résistantes à la mise en radeaux, or c'est le contraire que l'on observe dans le MCNG. Le niveau de contrainte

d'Orowan n'est donc probablement pas le paramètre prépondérant qui modifie la force motrice de mise en radeaux entre les dendrites et les interdendrites et qui gouverne la cinétique de mise en radeaux dans le MCNG.

Il a été constaté au Chapitre II que les ségrégations chimiques au sein de la structure dendritique, et particulièrement celles de Re, développaient une amplitude de misfit plus grande dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques. De ce fait, le niveau de contraintes de cohérence, et donc le niveau de contrainte interne, dans les dendrites est plus élevé que dans les interdendrites. La répartition inhomogène du Re dans la structure dendritique accroît donc le niveau de contrainte interne et donc la force motrice de mise en radeaux dans les zones dendritiques. Notons, que cet aspect des effets des ségrégations chimiques n'est pas écarté par [10] et que c'est l'argument avancé par Nathal et al. [34] pour expliquer l'accroissement de la vitesse de mise en radeaux lors du fluage à 982°C / 234 MPa de superalliage qui présentent une amplitude de misfit croissante.

Nos calculs du misfit, basés sur la loi de Végard et la quantification de la partition du Re dans la structure dendritique, estiment que la valeur du misfit dans les dendrites et les interdendrites vaut respectivement δ_{ZD} = - 0.50 % et δ_{ZI} = - 0.29 % à 1050°C (Chapitre II). De telles valeurs du misfit donnent lieu aux contraintes internes $\sigma_{misfit\text{-}ZD}$ ~ 420 MPa dans les zones dendritiques et $\sigma_{misfit\text{-}ZI}$ ~ 240 MPa dans les zones interdendritiques. On constate que les contraintes internes liées au misfit sont largement supérieures aux contraintes d'Orowan dans les couloirs de matrice des dendrites et des interdendrites, on peut donc conclure que l'effet des ségrégations chimiques sur le niveau de contrainte interne est le paramètre prépondérant qui joue sur le niveau de force motrice de la mise en radeaux. Par ailleurs, les travaux de Epishin et al. sur le CMSX-4 [11] ont montré que les ségrégations chimiques dans la structure dendritique induisaient un champ de « contraintes dendritiques » dans le matériau du fait de la différence de contraction thermique entre les dendrites et les interdendrites lors du refroidissement du superalliage. Du fait de ce champ de « contraintes dendritiques », les bras primaires de dendrites sont en tension, ainsi que les bras secondaires dans une moindre mesure, alors que les régions interdendritiques sont en compression. Les auteurs montrent qu'en fluage à 1100°C / 120 MPa, la composante de tension de la « contrainte dendritique » dans les zones dendritiques, couplée à la contrainte de cohérence plus importante dans les dendrites du fait du misfit, contribue à développer un niveau de contrainte de cission résolue pour les systèmes de glissement <011> {111} deux fois et demi plus grand dans les dendrites que dans les interdendrites. Il résulte de ces observations que le champ de « contrainte dendritique » accroît encore le niveau de contrainte interne et participe donc à faire de σ_{int} le paramètre prépondérant qui influence la force motrice de mise en radeaux.

En définitive, du fait des ségrégations chimiques résiduelles dans la structure dendritique du MCNG, le niveau de contrainte interne plus élevé dans les zones dendritiques est vraisemblablement à l'origine

d'une force motrice de mise en radeaux supérieure dans ces zones de la structure dendritiques. Cet effet prédomine sur les effets de la contrainte d'Orowan, de durcissement de la solution solide et de diffusion. Une force motrice plus élevée dans les zones dendritiques permet à la déformation plastique de s'initier d'abord dans les couloirs de matrice des dendrites (Figure IV-20) et contribue à une mise en radeaux plus précoce dans ces régions.

iv) Conclusion

Finalement, le Re a deux effets contradictoires sur la mise radeaux : d'un coté, la diminution de la cinétique de diffusion oeuvre en faveur d'une mise en radeaux plus lente dans les dendrites, là où les concentrations en Re sont les plus élevées. D'un autre coté, le Re contribue à développer une force motrice de mise en radeaux plus importante dans les dendrites que dans les espaces interdendritiques en favorisant un misfit plus élevé. Au vu des résultats obtenus, il apparaît que, dans la condition de fluage 1050°C / 140 MPa, c'est l'augmentation de la force motrice de mise en radeaux qui prend le pas sur la diminution de la cinétique de diffusion.

Cette interprétation des effets de la ségrégation du Re dans la structure dendritique du MCNG rejoint tout à fait celle de Pyczak et al. à propos de leur étude sur la coalescence de la phase γ' dans l'alliage IN792DS-Re en compression à 950°C / 270 MPa [20]. Les auteurs sont eux aussi arrivés à la conclusion que la mise en radeaux plus prononcée dans les zones dendritiques de l'alliage IN792DS-Re était liée à l'accroissement de la force motrice de mise en radeaux dans ces régions qui compensait totalement le ralentissement de la diffusion.

b. Evolutions différentes des dendrites et des interdendrites après la mise en radeaux

Une fois la mise en radeaux achevée, la tendance d'évolution de la microstructure γ/γ' s'inverse dans la structure dendritique du MCNG dans le sens où, désormais, les évolutions des phases γ et γ' (le mûrissement des phases, la déstabilisation de la phase γ' et l'inversion topologique) présentent un degré d'avancement plus important dans les zones interdendritiques que dans les zones dendrites pour un même temps de fluage.

i) Evolution de la microstructure entre 100 et 200 heures

Après 200 heures de fluage à 1050°C / 140 MPa, les radeaux de γ' sont légèrement ondulés, la rotation des segments de γ' par rapport à l'axe de traction [001] étant d'environ 15°. Un tel phénomène a déjà été observé lors du fluage du SRR-99 à 980°C / 200 MPa [17, 35] et du TMS-26 à 1100°C / 137 MPa [36]. Les travaux de Tanaka et al. [36], qui calculent l'énergie élastique interne de la

microstructure d'un superalliage en fonction de l'orientation cristallographique de la normale aux radeaux, montrent qu'au début de la déformation en fluage, la structure en radeaux normale à la direction [001] est l'orientation la plus stable (minimum d'énergie élastique interne). Cependant, lorsque la déformation plastique devient trop importante (0.4% dans le cas du TMS-26 en fluage à 1100°C / 137 MPa [36]), la direction [001] n'est plus la direction qui représente le minimum d'énergie, mais elle devient au contraire un maximum. Lors du stade secondaire de fluage, les interfaces γ/γ' se désorientent donc localement pour réduire l'énergie élastique interne, ce qui conduit à l'ondulation des radeaux [35-37].

Par ailleurs, entre 100 heures et 200 heures de fluage, les couloirs de γ s'élargissent et les radeaux de γ' s'épaississent. Ces deux phénomènes sont plus marqués dans les espaces interdendritiques ($\Delta L\gamma_{\text{-Fluage-ZI}}$ = + 36% et $\Delta L\gamma'_{\text{-Fluage-ZI}}$ = + 10%) que dans les dendrites ($\Delta L\gamma_{\text{-Fluage-ZD}}$= + 11% et $\Delta L\gamma'_{\text{-Fluage-ZD}}$ = + 3%) (Tableau IV-5 et Figure IV-30). Notons que pour la quantification des variations d'épaisseur des phases du MCNG, nous nous sommes affranchis de l'ondulation de la microstructure en ne quantifiant que l'épaisseur des couloirs de γ ou des radeaux de γ' là où la normale à leur surface était alignée avec la direction [001].

Il n'est pas étonnant de voir les radeaux de γ' s'épaissir durant les 100 heures d'exposition à 1050°C car un processus de mûrissement doit intervenir. Toutefois, on peut s'interroger sur l'influence de la contrainte appliquée lors du fluage sur l'épaississement de la phase γ' ainsi que sur l'évolution de la phase γ. Pour appréhender l'effet de la contrainte externe appliquée lors de la sollicitation en fluage sur les évolutions de la microstructure γ/γ'en radeaux, les évolutions relatives de l'épaisseur de chaque phase ont été quantifiées au cours des deux essais décrits ci-après (Figure IV-29):

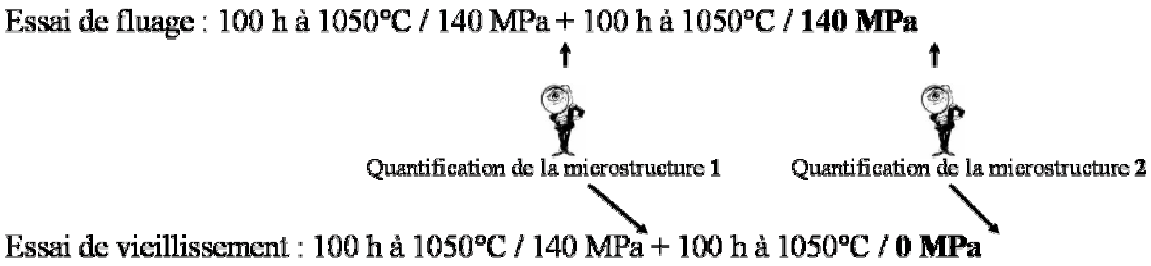


Figure IV-29: Essais réalisés pour mettre en évidence l'effet de la contrainte sur l'évolution de la microstructure γ/γ' en radeaux

L'essai de fluage permet de quantifier l'évolution de la microstructure en radeaux, développée après 100 heures de fluage (quantification de microstructure 1, Figure IV-29), lors de 100 heures de fluage supplémentaires à 1050°C / 140 MPa (quantification de microstructure 2, Figure IV-29).

L'essai de vieillissement permet de quantifier l'évolution de la microstructure en radeaux, développée après 100 heures de fluage (quantification de microstructure 1), lors de 100 heures d'exposition à 1050°C sans chargement mécanique (quantification de microstructure 2).

Pour chacun des essais, il est mesuré la variation relative de l'épaisseur des radeaux ($\Delta L\gamma'_{\text{- Fluage}}$ et $\Delta L\gamma'_{\text{- Vieillissement}}$) et la variation relative de la largeur des couloirs de matrice ($\Delta L\gamma_{\text{- Fluage}}$ et $\Delta L\gamma_{\text{- Vieillissement}}$) entre la quantification de microstructure 2 et la quantification de microstructure 1 (Figure IV-29). Ces quantifications ont été réalisées à la fois dans les zones dendritiques (indice ZD) et dans les zones interdendritiques (indice ZI). Les résultats de ces quantifications sont présentés à la Figure IV-30.

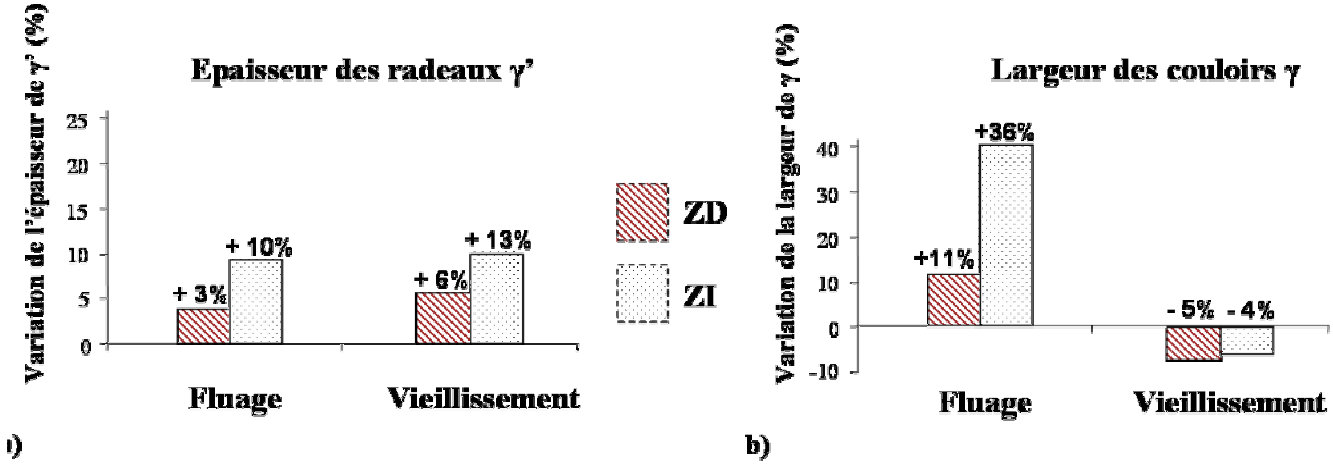


Figure IV-30: Quantification de l'effet de la contrainte de fluage sur les variations relatives des tailles de microstructures γ et γ'
a) Variations relatives de l'épaisseur des radeaux de γ'
b) Variations relatives de la largeur des couloirs de γ
Fluage = 100 h à 1050°C / 140 MPa + 100 h à 1050°C / 140 MPa
Vieillissement = 100 h à 1050°C / 140 MPa + 100 h à 1050°C (σ = 0)

Lors de l'essai de vieillissement, l'épaisseur des radeaux de γ' croît de $\Delta L\gamma'_{\text{-Vieillissement-ZD}}$ = + 6% dans les zones dendritiques et de $\Delta L\gamma'_{\text{-Vieillissement-ZI}}$ = + 13% dans les zones interdendritiques (Figure IV-30a, Vieillissement) alors que la largeur des couloirs de matrice décroît légèrement de $\Delta L\gamma_{\text{-Vieillissement-ZD}}$ = - 5% dans les ZD et de $\Delta L\gamma_{\text{-Vieillissement-ZI}}$ = - 4% dans les ZI (Figure IV-30b, Vieillissement). De plus, par rapport à l'état atteint après 100 heures de fluage, la fraction surfacique de phase γ' s'est accrue à la fois dans les dendrites, passant de 60% à 63.5%, et dans les interdendrites, passant de 61.5% à 67%.

Bien que l'essai de vieillissement se fasse à 1050°C, il est normal de ne pas constater de dissolution de la phase γ', puisqu'au début du vieillissement, l'échantillon a déjà été flué 100 heures à 1050°C. La

fraction de phase γ' est donc celle de l'équilibre à 1050°C. En revanche, les observations qui viennent d'être faites, décrivent un grossissement de la phase γ' (mûrissement) lors d'un maintien en température, qui s'accompagne d'une diminution de la largeur des couloirs de matrice, ce qui conduit à l'accroissement de la fraction surfacique de phase γ' constaté.

Si l'on compare l'évolution de l'épaisseur des radeaux (depuis la quantification microstructurale 1) lors du vieillissement à 1050°C avec celle lors du fluage à 1050°C / 140 MPa, on constate que l'épaississement de la phase γ' est comparable entre l'essai de fluage et l'essai de vieillissement (Figure IV-30a). Cela signifie qu'il y a peu d'effet de la contrainte sur le grossissement de la phase γ'.

Concernant l'évolution des largeurs de couloirs de matrice, celle-ci semble complètement liée au chargement appliqué, puisque l'évolution de la largeur des couloirs de matrice est totalement différente entre l'essai de fluage et l'essai de vieillissement : lors de l'essai de fluage les couloirs de γ s'élargissent alors qu'un léger rétrécissement est observé lors de l'essai de vieillissement (Figure IV-30b).

En fait, lorsque aucune contrainte n'est appliquée (essai de vieillissement), la phase γ' croît aux dépens de la phase γ alors qu'au cours de la déformation en fluage, les couloirs de phase γ se déforment plastiquement et donc s'élargissent.

Le fait que l'élargissement des couloirs de γ soit plus important dans les zones interdendritiques témoigne du fait que, après la mise en radeaux, les interdendrites du MCNG se déforment localement plus que les dendrites lors du fluage à 1050°C / 140 MPa (la déformation se faisant essentiellement dans les couloirs de matrice dans ces conditions d'essai). L'effet de la contrainte sur la déformation des couloirs de γ est également perçu dans les travaux de A. Fredholm [4] puisqu'il y est mentionné que l'élévation de la contrainte amène un épaississement plus rapide des lamelles de phase γ dans l'alliage 221.

Si l'on s'intéresse aux différences de comportement dendrites / interdendrites, que ce soit lors de l'essai de vieillissement ou lors de l'essai de fluage, les évolutions de microstructure sont moins marquées dans les dendrites que dans les interdendrites. Désormais, c'est-à-dire après la mise en radeaux, tous les effets des ségrégations chimiques vont en ce sens. Tout d'abord, le taux plus élevé en éléments réfractaires dans les dendrites diminue la croissance des γ' par rapport aux interdendrites en ralentissant la diffusion [20]. De plus, lors de la mise en radeaux, les contraintes internes de misfit sont relaxées par l'établissement de réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ'. La densité de ces réseaux de dislocations est d'autant plus grande que l'amplitude initiale du misfit est élevée, de ce fait, les réseaux d'interfaces sont plus denses autours des radeaux des zones dendritiques. Il est possible que les réseaux de dislocations plus denses dans les dendrites contribuent au plus faible épaississement des radeaux dans ces régions par rapport aux zones interdendritiques. En effet, les réseaux de dislocations plus denses dans les dendrites réduisent la mobilité des interfaces des radeaux car un mouvement de l'interface

nécessiterait un mouvement de montée du réseau plus coûteux en énergie que dans les espaces interdendritiques où le réseau de dislocations d'interface est plus lâche [16].

Concernant la déformation des couloirs de matrice au cours de l'essai de fluage, l'effet des ségrégations chimiques sur la diffusion s'ajoute au durcissement de la solution solide pour ce qui est d'atténuer la déformation des couloirs de matrice dans les dendrites en gênant le mouvement des dislocations. La déformation plus importante des interdendrites peut également être reliée à la répartition de la dureté dans la structure dendritique du MCNG qui a été mis en évidence au chapitre II. Même si à 1050°C, on ne peut qu'extrapoler les résultats de dureté qui ont été obtenus à la température ambiante, on peut penser que le niveau de dureté moins élevé dans les zones interdendritiques pourrait être conservé lors du fluage à 1050°C (Cf. Chapitre II, § II.3) et contribuerait à faciliter la déformation des couloirs de matrice dans les interdendrites.

ii) Evolution de la microstructure entre 200 et 400 heures

Entre 200 et 400 heures, la distorsion de la microstructure γ/γ' s'accentue, la phase γ' s'épaissit fortement et l'inversion topologique entre la phase γ et la phase γ' est évidente (Figure IV-26). Ces phénomènes sont plus marqués dans les zones interdendritiques que dans les zones dendritiques (Figure IV-26). Il s'agit ici d'identifier les processus microstructuraux qui entraînent la dégradation de la microstructure γ/γ' et d'expliquer les différences observées entre les dendrites et les interdendrites.

L'amplitude de l'ondulation des radeaux s'accentue avec le cumul de déformation [35, 37], ce mécanisme est par ailleurs précurseur de la désorganisation de la structure γ/γ' [36]. Nathal et al. ont en effet pu observer que les microstructures les plus irrégulières étaient les plus sensibles à l'épaississement [16]. Les irrégularités ou les défauts à la surface des radeaux sont donc des sites privilégiés pour des « pile ups » de dislocations aux interfaces γ/γ' qui contribuent à la désorganisation de la microstructure. En effet, ces paquets de dislocations peuvent conduire à un cisaillement massif des radeaux γ', et favorisent leur épaississement [16].

Par ailleurs, si des concentrations de dislocations mobiles viennent à s'accumuler proche d'une terminaison de γ', les éléments γ'-gènes au niveau de cette terminaison vont diffuser le long de l'interface vers la concentration de dislocations pour former une jonction entre deux radeaux γ' et former deux nouvelles terminaisons de matrice (Figure IV-31). C'est le mécanisme de l'inversion topologique décrit par Epishin et al. [17, 35]. Les branchements entre les radeaux de γ' qui se produisent lors de l'inversion topologique contribuent à l'irrégularité de la phase γ' et à son cisaillement, en favorisant de nouveaux empilements de dislocations [5, 17]. Par ailleurs, au fur et à mesure que l'inversion topologique se produit et que la phase γ' s'épaissit, la phase γ s'apparente de plus en plus à de petits îlots baignés dans la phase γ' (Figure IV-26). Lors de la déformation de fluage, ces îlots de

matrice vont très rapidement être saturés de dislocations de fluage et, de ce fait, le cisaillement des précipités va s'accentuer [5, 17]. En définitive, au-delà de 200h de fluage, avec l'accumulation de déformation et l'inversion topologique, l'activité des mécanismes de déformation est grandissante à la fois dans γ et γ' [5, 17, 18].

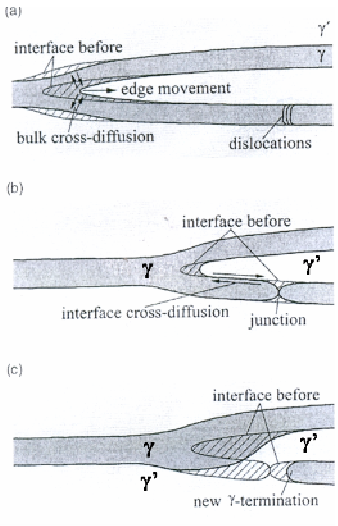


Figure IV-31: Mécanisme de l'inversion topologique entre γ et γ' [17]

Quant aux évolutions plus marquées de la microstructure γ/γ' dans les interdendrites entre 200 et 400 heures, elles semblent provenir essentiellement de l'amplitude de misfit plus faible dans ces régions que dans les zones dendritiques.

Tout d'abord, en fluage à haute température et sous faible contrainte, la déformation plastique est causée par le déplacement de dislocations dans les couloirs de matrice qui déposent des segments de dislocations aux interfaces γ/γ' pour former des réseaux d'interfaces. Il est suggéré que ce mécanisme est actif jusqu'à ce que le champ de contrainte (« back stress ») exercé par les dislocations emmagasinées dans ces réseaux rende impossible l'entrée de nouvelles dislocations dans les couloirs de γ [38, 39]. Par la suite, une restauration des dislocations déjà emmagasinées aux interfaces est nécessaire avant que de nouvelles dislocations mobiles puissent pénétrer dans les couloirs de matrice. Dans le cas où la microstructure est en radeaux, le cisaillement des précipités est le mécanisme privilégié pour annihiler les dislocations de réseaux [40]. La densité d'équilibre des réseaux de dislocations d'interface est fixée par la valeur du misfit. L'amplitude de misfit plus élevée dans les dendrites développe donc un réseau de dislocations d'interface plus dense autour des précipités de ces régions, qui constitue une barrière plus efficace contre le cisaillement que dans les zones interdendritiques [16, 34, 41-43]. La microstructure est donc moins encline à être déstabilisée et à s'épaissir dans les zones dendritiques. Par ailleurs, il a été observé au paragraphe précédent, que lors du fluage, les couloirs de matrice des zones interdendritiques se déformaient plus que ceux des zones dendritiques (lorsque la microstructure est en

radeaux). Cela témoigne d'une activité plastique (nombre de dislocations mobiles) plus grande dans les couloirs de matrice des zones interdendritiques, qui contribue également au cisaillement plus intense des précipités γ' dans ces zones.

Par ailleurs, Nathal et al. [16] insistent également sur le fait que plus l'espace entre les dislocations d'un réseau d'interface sera petit, plus la mobilité des interfaces γ/γ' sera réduite. En ce sens, le misfit plus élevé dans les zones dendritiques stabilise la microstructure γ/γ' par rapport au zones interdendritiques.

Enfin, les travaux de Caron et al. [5, 18] sur l'inversion topologique ont montré que celle-ci ne se produisait que lorsque la fraction de phase γ' était supérieure à 50%. Les auteurs ont également souligné le fait que l'inversion topologique s'initiait d'autant plus tôt que la fraction de phase γ' était élevée [5]. Cette observation a également été faite sur le René N6 pour lequel il a été constaté que l'inversion topologique se produisait plus tôt dans les interdendrites du matériau là où la fraction de phase γ' était la plus élevée [44]. Dans le cadre de notre étude, si la fraction de phase γ' est identique initialement entre les zones dendritiques et les zones interdendritiques, au-delà de 200 heures de fluage, il apparaît que la proportion de phase γ' devient plus importante dans les zones interdendritiques au fur et à mesure du cumul de la déformation (Cf. Tableau IV-5 et § IV.3.1.d). Il est donc probable que cette différence de fraction de phase γ' entre les deux zones de solidification du MCNG contribue aussi à la déstabilisation plus rapide des zones interdendritiques

iii) Conclusions

Après la mise en radeaux, la déformation plus importante des couloirs de matrice des interdendrites favorise la déstabilisation de la microstructure dans ces zones du matériau par rapport aux zones dendritiques. De plus, les effets des ségrégations chimiques participent tous à un épaississement moins important de la phase γ' dans les régions dendritiques : le taux plus élevé en éléments réfractaires dans les dendrites diminue les cinétiques de diffusion, le misfit plus élevé dans les dendrites favorise la régularité et la stabilité de la microstructure en radeaux, en la préservant du cisaillement.

IV.3.3. Influence des évolutions microstructurales sur le comportement macroscopique en fluage

Ce paragraphe montre la dépendance qu'il existe entre l'évolution de la microstructure du MCNG et son comportement macroscopique décrit par la courbe de fluage présentée à la Figure IV-10.

Les observations microstructurales ont montré que la mise en radeaux s'achève entre 50 et 100 heures. Or c'est le temps au bout duquel le long « S » du début de la courbe de déformation de MCNG (Figure IV-10a) atteint son sommet, ce qui marque la fin du stade primaire du fluage et l'entrée dans le stade secondaire. Le stade de fluage primaire est donc bien à relier avec le phénomène de mise en radeaux [11, 15, 17, 18, 35, 45, 46].

Quasiment dès la fin de la lente mise en radeaux, la microstructure lamellaire γ/γ' évolue.

Lors du fluage secondaire, entre 100 et 200 heures, le faible cumul de déformation macroscopique s'accompagne, au niveau de la microstructure, par l'ondulation progressive des interfaces γ/γ'. Au cours de ce stade de fluage, la déformation se produit dans les couloirs de matrice. Tout au long du secondaire, les couloirs de matrice γ s'élargissent. Cet élargissement des couloirs de phase γ adoucit le matériau en facilitant le mouvement des dislocations [18] et contribue à l'accélération progressive de la déformation, qui va conduire à la déstabilisation de la microstructure γ/γ' en radeaux. Peng et al. ont notamment observé qu'en fluage suivant [001], l'augmentation de la vitesse de fluage avec le temps concordait avec l'épaississement des couloirs horizontaux de matrice [47].

A partir de 200 heures de fluage, l'amplitude des ondulations des interfaces γ/γ' va fortement s'accentuer avec le cumul de la déformation [37]. Ces irrégularités vont favoriser les empilements de dislocations, qui sont à l'origine de l'épaississement de la phase γ' et de son cisaillement. Ces mécanismes de déstabilisation de la microstructure en radeaux γ/γ', conduisant à l'inversion topologique, participent à la sérieuse augmentation du taux de déformation qui coïncide avec le déclenchement du stade tertiaire [5, 6, 9, 16-18]. Ceci explique que dans MCNG, l'accélération de la déformation en fluage se produit de manière quantifiable dès 200 heures d'essai à 1050°C / 140 MPa lorsque la microstructure commence à se déstabiliser.

Il a également été observé que les pores étaient des sites privilégiés d'endommagement (Figure IV-27). En cours de fluage, leur taille ainsi que leur morphologie va évoluer avec le cumul de déformation plastique. La croissance des pores conduit à une augmentation de la contrainte locale par réduction de la surface porteuse de l'effort. Cette augmentation de la contrainte locale implique alors le dépassement du seuil critique permettant le cisaillement des précipités en radeaux [48]. Ce cisaillement de la phase γ' participe à la déstabilisation de la microstructure en radeaux, celle-ci pouvant être modifiée au voisinage direct des pores [19]. Par ailleurs, ce mécanisme entraîne une augmentation locale de la déformation, qui, par retour, accélère la cinétique de croissance des pores donnant lieu à une cavitation macroscopique (par interconnections des pores élargis) conduisant à la rupture.

En définitive, l'instabilité quasi permanente de la microstructure contribue sans doute à l'obtention de la courbe de fluage isotherme si particulière au MCNG à 1050°C / 140 MPa (Figure IV-10) [3]. En

effet, dans ces conditions, la courbe de fluage du MCNG consiste en une longue déconsolidation du matériau où le stade secondaire est extrêmement réduit, du fait que la rapide déstabilisation de la microstructure en radeaux [6] déclenche rapidement le stade tertiaire qui couvre 60 % de la durée de vie du matériau. Au contraire, si l'on prend l'exemple du MC2, son long stade secondaire en fluage à 1050°C / 140 MPa est corrélé avec une microstructure initialement très homogène et régulière qui reste stable longtemps [1]. Pour ce matériau, le tertiaire ne se déclenche que dans les toutes dernières heures du fluage et l'inversion topologique, qui est très peu marquée dans ce matériau, n'est observée qu'a rupture [18].

Concernant les disparités de comportement de microstructure dendrites / interdendrites, il est difficile d'en connaître les influences exactes sur le comportement macroscopique en fluage du MCNG. Au début de l'essai de fluage, les dendrites se déforment localement plus, puis après la mise en radeaux, ce sont les couloirs de matrice des interdendrites qui présentent la plus grande déformation. On peut imaginer que d'un point de vue structural, il y ait un transfert de charge depuis les zones qui se déforment le plus vers celles qui se déforment le moins. En fait, le MCNG doit présenter un comportement moyen, moins bon qu'un matériau « tout dendrite » mais sans doute meilleur qu'un matériau « tout interdendrite ». On perçoit ici tout l'enjeu que représente l'homogénéisation chimique du matériau.

IV.4. Synthèse

Ce chapitre était consacré à l'étude du fluage isotherme du MCNG. L'impact du niveau de chargement mécanique et de la température sur le comportement macroscopique du matériau a été observé. Avec l'augmentation du chargement mécanique, la part relative des trois stades de fluage est peu modifiée, l'abattement de durée de vie observé doit vraisemblablement résulter de l'accélération et l'intensification des mécanismes microstructuraux de la déformation. Au contraire, le gain en terme de durée de vie avec l'augmentation de la température, par rapport aux générations précédentes, résulte d'une modification du comportement macroscopique du matériau qui consiste en une augmentation de la part prise par le stade de fluage secondaire sur la totalité de la durée de vie.

Une attention toute particulière a été portée à la condition de fluage 1050°C / 140 MPa, attendu que les surchauffes OEI interviendront au cours d'essais de fluage menés dans cette condition. Dans cette condition de fluage, le MCNG présente un stade de fluage primaire de très faible amplitude (< 0,5% de déformation) qui s'étend sur un temps très long (environ 100 heures). Le stade de fluage secondaire est

réduit à une centaine d'heures, alors que le stade tertiaire couvre environ 60 % de la durée de vie du matériau et conduit à un taux de déformation à rupture important. La dispersion en terme de déformation cumulée est très faible jusqu'à 200 heures de sollicitation, elle s'accroît par la suite du fait de différences de comportement lors du stade tertiaire de déformation. Il a également été constaté qu'un gradient thermique lié aux conditions expérimentales favorise la localisation de la déformation de laquelle résulte une réduction des durées de vie en fluage.

Les microstructures γ/γ' ont été qualifiées à des temps caractéristiques de la courbe de fluage à 1050°C / 140 MPa. Celles-ci serviront de base à l'analyse des résultats en fluage anisotherme. La microstructure du MCNG évolue en permanence. Cette instabilité de la microstructure est à l'origine du comportement particulier du MCNG à 1050°C / 140 MPa. Il a en particulier été montré que la mise en radeaux s'achève entre 50 et 100 heures. Très vite après que la mise en radeaux soit achevée, la microstructure γ/γ' lamellaire commence à évoluer. La surface des radeaux se désoriente, avec le cumul de déformation, les γ' deviennent de plus en plus sensibles au cisaillement et à l'épaississement, ce qui conduit à un long cumul de déformation au cours du stade tertiaire qui s'initie tôt.

Le comportement microscopique du MCNG s'est également avéré être influencé par les ségrégations chimiques résiduelles héritées de la solidification dendritiques. La mise en radeaux se fait plus vite dans les dendrites du fait du misfit plus élevé qui accroît la force motrice de mise en radeaux. Une fois que la mise en radeaux s'est produite, ce sont les interdendrites qui présentent les évolutions les plus marquées : elles se déforment localement plus et la microstructure γ/γ' y est plus désorganisée.

Bibliographie du Chapitre IV

1. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
2. Touratier, F., *Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage à très hautes températures.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.
3. Diologent, F., *Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002.
4. Fredholm, A., *Monocristaux d'alliages base nickel: relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1987.
5. Caron, P., *Influence of the γ' fraction on the γ/γ' topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 159-167.
6. Caron, P., et al., *Creep behaviour at 1050°C of Re-containing single crystal superalloy.* Proceedings of International Symposium on Materials ageing and Life Management (ISOMALM 2000), (Eds.) Baldev Raj, K. Bhanu Sankara Rao, T. Jayakumar, and R.K. Dayal, Allied Publishers Ltd., Chennai, India, 2000: p. 148 (Kalpakkam, Inde, 3-6 octobre 2000).
7. Nathal, M.V., *Effect of initial gamma prime size on the elevated temperature creep properties of single crystal nickel base superalloys.* Met. Trans A, 1987. 18: p. 1961.
8. Neumeier, S., F. Pyczak, and M. Goken, *The influence of ruthenium and rhenium on the local properties of the γand γ' phase in nickel-base superalloys and their consequences for alloy behavior.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 109-119.
9. Caron, P., *High γ' solvus new generation Ni based superalloys for single crystal turbine blade applications.* Superalloys 2000, ed. par T.M. Pollock et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2000: p. 737-746.
10. Reed, R.C., D.C. Cox, and C.M.F. Rae, *Kinetics of rafting in a single crystal superalloy: effects of residual microsegregation.* Materials Science and Technology, 2007. 23(8): p. 893-902.
11. Epishin, A., et al., *Effects of segregation in nickel-base superalloys: dendritic stresses.* Superalloys 2004, ed. par K.A. Green et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2004: p. 537-543.
12. Véron, M. and P. Bastie, *Strain induced directional coarsening in nickel based superalloys: investigation on kinetics using the small angle neutron scaterring (SANS) technique.* Acta Materialia, 1997. 45(8): p. 3277-3282.
13. Véron, M., Y. Brechet, and F. Louchet, *Directional coarsening of Ni-based superalloys: computer simulation at the mesoscopic level.* Acta Materialia, 1996. 44(9): p. 3633-3641.
14. Véron, M., Y. Bréchet, and F. Louchet, *Strain induced directional coarsening in Ni based superalloys.* Scripta Materialia, 1996. 34(12): p. 1883-1886.
15. Pollock, T.M. and S. Argon, *Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates.* Acta Metallurgica Materialia, 1994. 42(6): p. 1859-1874.
16. Nathal, M.V. and R.A. Mackay, *The stability of lamellar γ–γ' structures.* Materials Science and Engineering, 1987. 85: p. 127-138.
17. Epishin, A., et al., *Kinetics of the topological inversion of the γ/γ' microstructure during creep of a nickel-based superalloy.* Acta Materialia, 2001. 49: p. 4017-4023.
18. Caron, P., F. Diologent, and C. Ramusat, *Relationship between morphological evolution of the γ/γ' microstructure and creep behaviour of ni-based single crystal superalloys.* TMS letters, 2006. 3(2): p. 47-48.
19. Cormier, J., P. Villechaise, and X. Milhet, *γ' phase morphology of Ni-based single crystal superalloys as an indicator of the stress concentration in the vicinity of pores.* Materials Science and Engineering A, 2009. 501(1-2).

20. Pyczak, F., et al., *The influence of different elements on the developement of the γ/γ' microstucture of Ni-base superalloys during high-temperature annealing and deformation.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 3879-3891.
21. Hazotte, A. and J. Lacaze, *Chemically oriented γ' plate development in a nickel base superalloy.* Scripta metallurgica, 1989. 23: p. 1877-1882.
22. Cheng, K.Y., et al., *Inflluence of local chemical segregation on the directional coarsening behavior in single crystal superalloy CMSX-4.* Materials Characterization, 2009. 60: p. 210-218.
23. Mughrabi, H. and U. Tetzlaff, *Microstructure and high-temperature strength of monocrystalline nickel-base superalloys.* Advanced Engineering Materials, 2000. 2(6): p. 319-326.
24. Nabarro, R.N., *Rafting in superalloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 1996. 27: p. 513-530.
25. Carroll, L.J., L. Feng, and T.M. Pollock, *Interfacial dislocation networks and creep in directional coarsened Ru-containing nickel-base single-crystal superalloys.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2008. 39: p. 1290.
26. Giamei, a.f. and d.l. Anton, *Rhenium additions to Ni-base superalloy: effects on microstructure.* Metallurgical Transactions A, 1985. 16A.
27. Karunaratne, M.S.A., P. Carter, and R.C. Reed, *Interdiffusion in the face-centred cubic phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W systems between 900 and 1300°C.* Materials Science and Engineering, 2001. A281: p. 229-233.
28. Zeng, Q., et al., *A study of Re and Al diffusion in Ni.* Journal of Alloys and Compounds, 2009. 480: p. 987-990.
29. Blavette, D., P. Caron, and T. Khan, *An atom-probe study of some fine-scale microstructural features in Ni-based single crystal superalloys.* Superalloys 1988, 1988: p. 305-314.
30. Rusing, j., et al., *Rhenium distribution in the matrix and near the particle-matrix interface in a model Ni-Al-Ta-Re superalloy.* Scripta Materialia, 2002. 46: p. 235-240.
31. Volek, A., et al., *Partitionning of Re between γ and γ' phase in nickel-base superalloys.* Scripta Materialia, 2005. 52: p. 141-145.
32. Mottura, A., et al., *A critique of rhenium clustering in Ni-Re alloys using extended X-ray absorption spectroscopy.* Acta Materialia, 2008. 56(11): p. 2669-2675.
33. Pettinari, F., *Mécanismes élémentaires de la déformation de phases γ' d'une nouvelle génération de superalliages base nickel.Rôle du rhenium et du ruthenium.* Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 1999.
34. Nathal, M.V., R.A. Mackay, and R.G. Garlick, *Temperature dependence of γ–γ' lattice mismatch in nickel-base superalloys.* Materials Science and Engineering, 1985. 75: p. 195-205.
35. Epishin, A., et al., *Evolution of the γ/γ' microstructure creep of a nickel-base superalloy.* Acta Materialia, 2000. 48: p. 4169-4177.
36. Tanaka, K., et al., *Elastic instability condition of the raft structure during creep deformation in nickel-base superalloys.* Acta Materialia, 2008. 56: p. 3786-3790.
37. Inoue, T., et al., *Evolution of orientations distributions of γ and γ' phases during creep deformation of Ni-base single crystal superalloys.* Acta materialia, 2009. 57(4): p. 1078-1085.
38. Mayr, C., G. Eggeler, and A. Dlouhy, *Analysis of dislocation structures after double shear creep deformation of CMSX6-superalloy single crystals at temperatures above 1000°C.* Materials Science and Engineering, 1996. A207: p. 51-63.
39. Probst-Hein, M., A. Dlouhy, and G. Eggeler, *Interface dislocations in superalloy single crystals.* Acta Materialia, 1999. 47(8): p. 2497-2510.
40. Pyczak, F., S. Neumeier, and M. Goken, *Influence of the lattice misfit on the internal stress and strain states before and after creep investigated in nickel-base superalloys containing rhenium and ruthenium.* Materials Science and Engineering, 2009. A 510-511: p. 295-300.
41. Zhang, J.X., et al., *Dependence of creep strengh on the dislocations in a fourth generation SC superalloy TMS-138.* Scripta Materialia, 2003. 48: p. 287-293.
42. Zhang, J.X., et al., *Interfacial dislocation networks strengthening a fourth generation single-crytal TMS-138 superalloy.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2002. 33A.

43. Zhang, J.X., et al., *The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 4623-4633.
44. Waltson, W.S., et al., *René N6: Third generation songle crystal superalloy.* Superalloys 1996, ed. par R.D. Kissinger et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 1996: p. 27-34.
45. Reed, R.C., et al., *Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: Effects of rafting at high temperature.* Acta Materialia, 1999. 42(12): p. 3367-3381.
46. Louchet, F. and A. Hazotte, *A model for low stress cross-diffusional creep and directional coarsening of superalloys.* Scripta Materialia, 1997. 37(5): p. 589-597.
47. Peng, Z., et al., *Change of phase morphologies during creep of CMSX-4 at 1253K.* Scripta Materialia, 1996. 34(2): p. 221-226.
48. Cox, D.C., C.M.F. Rae, and R.C. Reed, *Characterisation of damage accumulation during the creep deformation of CMSX-4 at 1150°C.* Life Assessment of Hot Section Gas Turbine Components, Institute of Materials (2000), (Edinburgh; UK; 5-7 Oct. 1999), 1999: p. 119-133.

Chapitre V

Comportement mécanique en fluage anisotherme

V.1. Simulation d'une surchauffe OEI 152

V.1.1. Principe d'un essai anisotherme 152

V.1.2. Moyens d'essai pour chaque phase de l'essai anisotherme 153

a. Essai de préfluage : Banc FR 153
b. Surchauffe OEI : Banc Thalie 153
c. Essai de fluage résiduel : Banc FL 156

V.2. Etude des effets d'un OEI lors des essais de fluage anisotherme 157

V.2.1. Influence d'un OEI sur le comportement en fluage 157

a. Présentation générale d'un essai anisotherme 157
b. Hausse de la vitesse de déformation induite par un OEI 159
c. Influence d'un OEI sur le comportement macroscopique : comparaison à l'isotherme ... 161
d. Bilan sur les effets d'un OEI sur le comportement en fluage du MCNG 168

V.2.2. Influence d'un OEI sur la microstructure γ/γ' 169

a. OEI initial 150s 169
b. OEI après 100 heures de fluage 171
c. OEI après 200 heures de fluage 174
d. Conclusions 177

V.3. Discussion 177

V.4. Synthèse 181

Bibliographie du Chapitre V 183

Ce chapitre traite de la simulation des effets d'une surchauffe représentative des conditions rencontrées par une aube de turbine haute pression lors d'un régime d'urgence OEI. Il s'agit de caractériser l'influence de cette surchauffe OEI sur le comportement du matériau et sur sa durée de vie résiduelle lors du retour aux conditions normales de sollicitation, et cela, en fonction de son histoire thermomécanique.

V.1. Simulation d'une surchauffe OEI

V.1.1. Principe d'un essai anisotherme

Dans le cas où un moteur d'un appareil biturbine vient à stopper, le pilote a besoin d'un surcroît de puissance afin de compenser la perte d'altitude engendrée par la défaillance de propulsion. Le turbomoteur restant en fonctionnement connaît alors une phase de surrégime durant laquelle la vitesse de rotation moteur et la température de fonctionnement augmentent brutalement : c'est le régime d'urgence OEI (« One Engine Inoperative »). Ce surrégime dure quelques secondes et une fois le vol stabilisé, le moteur encore opérationnel retrouve des conditions de fonctionnement proches de la normale en terme de température et de sollicitation mécanique.

Dans le cadre des essais de laboratoire, un vol standard est assimilé à une essai de fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa. Un régime OEI est assimilé à une montée rapide à 1200°C, cette température est maintenue quelques secondes avec une légère surcharge par rapport au vol standard. La simulation d'un régime OEI qui surviendrait au cours d'un vol standard consiste alors à inclure une surchauffe OEI de courte durée au cours d'un essai de fluage à 1050°C / 140 MPa. Cette simulation est réalisée par le biais d'un essai de fluage anisotherme qui comporte 3 phases (Figure V-1) : (i) un essai de préfluage à 1050°C / 140 MPa d'une durée $t_{pré}$, (ii) une surchauffe OEI à 1200°C / 145 MPa d'une durée t_{OEI} et (iii) un essai de fluage résiduel à 1050°C / 140 MPa d'une durée $t_{rés}$ jusqu'à la rupture.

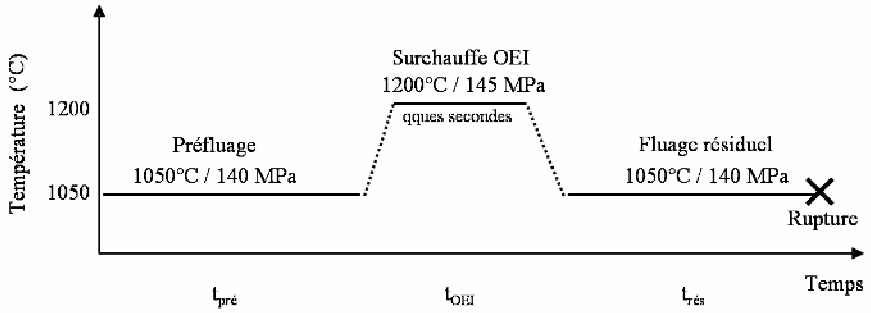


Figure V-1: Les différentes phases d'un essai de fluage anisotherme

Les effets d'un OEI sont observés lors du retour en fluage à 1050°C / 140 MPa après la surchauffe (fluage résiduel). On compare alors les caractéristiques de cette phase de l'essai anisotherme à celles de l'essai de fluage isotherme standard conduit en continu à 1050°C / 140 MPa (Chapitre IV).

V.1.2. Moyens d'essai pour chaque phase de l'essai anisotherme

Nous avions à notre disposition différents moyens d'essai de fluage pour réaliser chacune des trois phases de l'essai anisotherme. Le choix du moyen d'essai utilisé pour réaliser le préfluage, la surchauffe OEI ou le fluage résiduel est un compromis entre la représentativité des conditions d'essai vis-à-vis des conditions moteur réelles, de la reproductibilité des conditions d'essai et bien évidemment de la faisabilité de la phase de l'essai anisotherme en terme de contrainte, de température, de cinétique de chauffage ou de refroidissement...

a. Essai de préfluage : Banc FR

La phase de préfluage est réalisée dans le banc FR dont les caractéristiques techniques ont été décrites au Chapitre IV (§ IV.1.2.a). Ce moyen d'essai a essentiellement été choisi parce qu'il offre deux lignes de fluage disposées en parallèle. Ainsi lorsqu'il s'agit de comparer deux essais anisothermes de même durée de préfluage, on peut disposer de deux éprouvettes ayant connu exactement les mêmes conditions expérimentales lors de la première phase de l'essai. Les dispersions sont donc minimisées et se limitent à la dispersion matière.

b. Surchauffe OEI : Banc Thalie

Le choix du banc d'essai pour simuler les surchauffes OEI est dicté par des impératifs techniques liés aux cinétiques de montée et de descente en température entre 1050°C et 1200°C. En effet, lors d'un régime d'urgence, l'élévation de la température de la turbine se fait environ en 5 secondes.

Le four à résistance est d'emblée exclu car sa vitesse de montée en température est beaucoup trop lente. En effet, au-delà de 1050°C, la vitesse de montée en température est inférieure à 150°C/h. Il faut donc plus d'une heure pour atteindre 1200°C. Or, nous avons vu au chapitre III que la dissolution de la phase γ' est très rapide au-delà de 1050°C ; une exposition d'une heure entre 1050°C et 1200°C, entraînerait donc une forte diminution de la fraction de phase γ'. Ces conditions généreraient une

microstructure non représentative de l'état microstructural du matériau en conditions réelles au début du palier à 1200°C (qui ne dure en plus que quelques dizaines de secondes).

Le banc de fluage équipé d'un four à lampes (Chapitre IV, § IV.1.2.b) présente une cinétique de montée en température plus intéressante que le banc FR autour de 10°C/s, mais celle-ci reste encore assez faible [1]. De plus, la température maximale de fonctionnement du four est de 1250°C. La simulation d'une surchauffe OEI nécessite donc d'utiliser le four à lampes à sa limite de puissance, et une montée rapide à 1200°C présente de forts risques de dépassement de la température visée (« overshoot »). L'« overshoot » dure environ 15 secondes, la température de pointe pouvant atteindre 1220°C. Lors de l'étude des régimes d'urgence sur le MC2 [2], une équivalence temps température a montré qu'un OEI de 30 secondes, conduit dans le banc FL, correspondait en fait à 30 secondes à une température de 1210°C. A ces niveaux de température, un dépassement de la température peut avoir de réelles conséquences sur la microstructure du matériau et donc sur son comportement.

Par ailleurs la vitesse de refroidissement offerte par le four à lampes est relativement faible (10°C/s), et conduit, lors de la redescente en température sous charge constante depuis 1200°C, à des évolutions de la microstructure non négligeables [2].

En définitive, simuler une surchauffe OEI dans le banc FL favorise trop fortement le cumul de déformation pendant le chauffage et le refroidissement à 1200°C, l'essai est alors beaucoup plus endommageant qu'un véritable OEI [2].

Afin de reproduire au mieux les conditions rencontrées par une pale de turbine HP lors d'un OEI, un banc spécifique a été utilisé [1]. Le banc d'essai THALIE (Annexe 2) permet de simuler un régime de surchauffe sous chargement mécanique en autorisant un passage rapide de la température de fonctionnement normale (1050°C) à la température de surchauffe (1200°C) puis une redescente en température encore plus rapide.

A l'origine, le banc THALIE (THermique et Aérodynamique de Liners Expérimentaux) est un moyen expérimental dédié à l'étude des écoulements gazeux autour de parois multiperforées représentatives du tube à flamme des chambres de combustion des turbomachines. Il a été adapté à la problématique de la tenue mécanique des superalliages en régimes OEI [2] lors d'une collaboration entre le LMPM UMR-CNRS 6617 (Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux) et le LCD UPR-CNRS 9028 (Laboratoire de Combustion et de Détonique) dans le cadre de la fédération P-PRIMME (Pôle Poitevin de Recherche pour l'Ingénieur en Mécanique, Matériaux et Energétique) des laboratoires de Poitiers.

Le banc THALIE (Figure V-2) est une véritable chambre de combustion qui permet de reproduire des conditions expérimentales proches de celles rencontrées dans les moteurs aéronautiques : il permet de générer un flux de gaz brûlés à très haute température (1200°C) représentatif d'un régime OEI, tout en assurant des vitesses de montée et de descente en température très rapides là encore représentatives des conditions rencontrées dans un turboréacteur. Celles-ci sont impossibles à atteindre avec les moyens d'essai conventionnels. En effet, on passe de 1050°C à 1200°C en 3 à 5 secondes (30 à 50 °C/s) et, à la fin des surchauffes ainsi que lors de l'arrêt de la combustion, des vitesses de refroidissement jusqu'à 60°C/s peuvent être obtenues dans le flux de gaz : le matériau subit alors une hypertrempe [1].

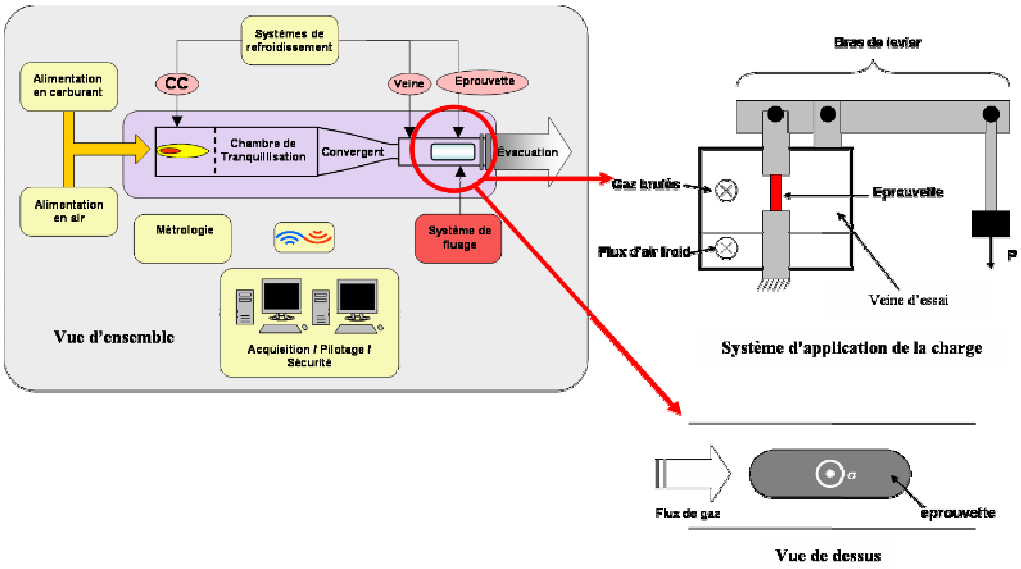


Figure V-2: Schéma de principe du banc THALIE

Tout comme dans les bancs d'essai de fluage FR et FL, les éprouvettes sont sollicitées à la fois thermiquement et mécaniquement grâce à un bras de levier qui permet d'appliquer le chargement mécanique (Figure V-2).

Chargement thermique et mécanique :

La Figure V-3 présente le chargement thermique subi par l'éprouvette sur le banc THALIE.

→ Allumage de la veine à 750°C et montée en quelques secondes à 1050°C (1)
→ Stabilisation de 1 à 2 minutes à 1050°C avant la mise en charge mécanique (2)
→ Montée à 1200°C en 3 à 4 secondes
→ Maintien à 1200°C sous charge pendant t_{OEI} (3)
→ Redescente en 3 à 4 secondes à 950°C sous charge palier de 1 minute (4)
→ Redescente à 750°C, palier de 1 minute (5)
→ Arrêt de la combustion et redescente de 750°C à 80°C à 60°C/s puis de 80°C à l'ambiante en 10 minutes environ.

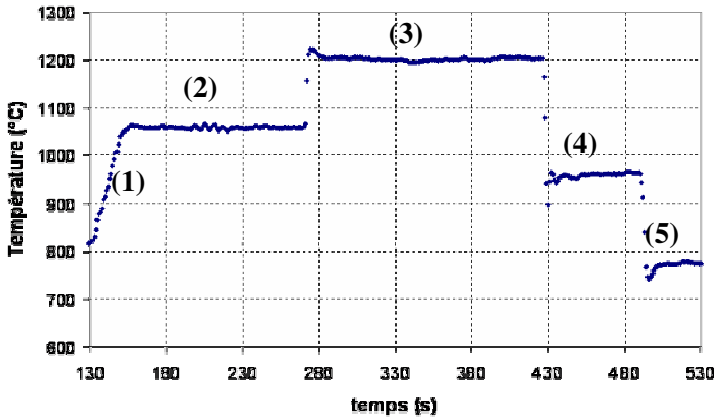


Figure V-3: Suivi de la température de l'éprouvette lors d'un essai de surchauffe sur le banc THALIE

La déformation plastique qu'a subi une éprouvette lors d'un OEI est évaluée par un calcul de déformation classique après avoir comparé la longueur de l'éprouvette en sortie d'essai dans le banc THALIE avec sa longueur avant l'essai de surchauffe.

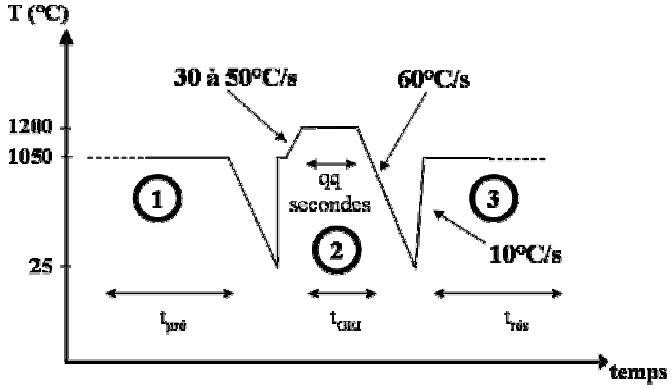
Si le banc d'essai THALIE permet de simuler un régime de surchauffe OEI, la totalité de l'essai anisotherme (préfluage + OEI + résiduel) ne peut pas être réalisé dans ce moyen d'essai qui n'est pas adapté pour un fonctionnement à très haute température sur des temps longs (échauffement des paroi de la chambre de combustion, forte consommation de kérosène..). L'ensemble éprouvette-mandrins est donc démonté après l'OEI et doit être réinstallé dans un banc d'essai conventionnel FR ou FL pour la phase de fluage résiduel à 1050°C / 140 MPa.

c. Essai de fluage résiduel : Banc FL

Les essais de fluage résiduel sont réalisés dans le banc équipé d'un four à lampes. Par rapport au banc FR, le banc FL présente une cinétique de montée en température bien plus rapide, ce qui permet, lors de la reprise du fluage après l'OEI dans le banc THALIE, un retour rapide à la condition 1050°C /140 MPa. Cette remontée plutôt rapide à 1050°C limite les évolutions de la microstructure développée lors de la surchauffe à 1200°C (diffusion, recoalescence…). Lors de l'essai de fluage résiduel, le temps de stabilisation thermique est également réduit au minimum de façon à ce que l'essai intervienne sur une microstructure la plus représentative possible de celle développée lors de l'OEI.

En définitive, la simulation en laboratoire d'un incident OEI au cours de la vie d'une pale HP de turbomoteur suit la séquence présentée en Figure V-4. Au cours de l'essai anisotherme, les cinétiques de montée et de descente en température ont été privilégiées aux dépens de deux passages par la

température ambiante lors du changement de moyen d'essai pour réaliser la surchauffe OEI. La cinétique élevée de montée en température entre 1050°C et 1200°C dans THALIE empêche une évolution trop importante de la microstructure du fait d'une trop longue dissolution. L'hypertrempe entre 1200°C et la température ambiante après l'OEI, suivie de la remontée en température relativement rapide lors du retour à 1050°C permettent que le fluage résiduel soit réalisé sur une microstructure représentative de celle développée lors de l'OEI.



1: Préfluage à 1050°C/140 MPa, banc FR - 2: Surchauffe à 1200°C/145 MPa, banc THALIE - 3: Vie résiduelle à 1050°C/140 MPa, banc FL

Figure V-4: Décomposition d'un essai anisotherme au laboratoire

V.2. Etude des effets d'un OEI lors des essais de fluage anisotherme

Les variables d'un essai anisotherme sont, d'une part, $t_{pré}$ qui représente le temps de préfluage c'est-à- dire le temps au bout duquel intervient la surchauffe OEI et d'autre part, t_{OEI} qui représente la durée de la surchauffe OEI. Le but de l'étude est de déterminer l'influence de la variation de $t_{pré}$ et t_{OEI} sur le comportement macroscopique et microscopique du matériau.

V.2.1. Influence d'un OEI sur le comportement en fluage

a. Présentation générale d'un essai anisotherme

Lors de la campagne d'essais de fluage anisotherme, deux durées de surchauffe ont été testées : t_{OEI} = 30 ou 150 secondes. Les surchauffes OEI sont intervenues après des durées de préfluage de $t_{pré}$ = 0, 50, 100, 200 et 400 heures. Pour chaque durée de préfluage, au moins deux éprouvettes ont été préfluées en parallèle dans le banc FR, avant que chacune subisse une durée d'OEI différente. Cela a permis de s'épargner de la variabilité des conditions d'essai lors de l'étude de l'effet de t_{OEI}.

Le récapitulatif des résultats de la campagne d'essais de fluage anisotherme est donné dans le Tableau V-1. Les rapports $t_{pré}/t_{réf}$ et $t_{rés}/t_{réf}$ sont respectivement les rapports de durée d'essai de préfluage et de durée de vie résiduelle sur la durée de vie référence en fluage isotherme dans le moyen d'essai utilisé ($t_{réf}$ ~ 600 h dans le banc FR et $t_{réf}$ ~ 280 h dans le banc FL, Cf. Chapitre IV).

Durée OEI (s)	Durée préfluage (h)	$t_{pré}/t_{ref}$	Déformation pendant OEI (%)	Vie résiduelle (h)	$t_{rés}/t_{ref}$	Moyens d'essai
30	0	0		118	0.42	FR/THALIE/FL
	50	0.08	~ 0	182	0.66	FR/THALIE/FL
	100	0.16	~ 0	264	0.95	FR/THALIE/FL
	200	0.34	0.14	103	0.37	FR/THALIE/FL
	400	0.68	0.1	50	0.18	FR/THALIE/FL
150	0	Rupture lors de l'OEI dans THALIE (éprouvette non monocristalline)				
	50	0.08	~ 0	158	0.57	FR/THALIE/FL
	100	0.16	0.14	195	0.7	FR/THALIE/FL
	200	0.34	0.22	86	0.31	FR/THALIE/FL
	400	0.68	0.2	13	0.05	FR/THALIE/FL
	100	0.16		572	0.95	FR/THALIE/FR
	90	0.3		147	0.52	FL/THALIE/FL

Tableau V-1: Récapitulatif des essais de fluage anisotherme

La Figure V-5 présente les courbes de fluage typiques en déformation (Figure V-5a) et en vitesse (Figure V-5b) d'un essai anisotherme. Il s'agit de courbes reconstituées à partir des courbes de préfluage et de fluage résiduel en tenant compte, entre les deux, de la déformation plastique cumulée lors de la surchauffe OEI. Le cas présenté correspond à un essai anisotherme avec une durée de préfluage de $t_{pré}$ = 200 h et une durée d'OEI de t_{OEI} = 30s.

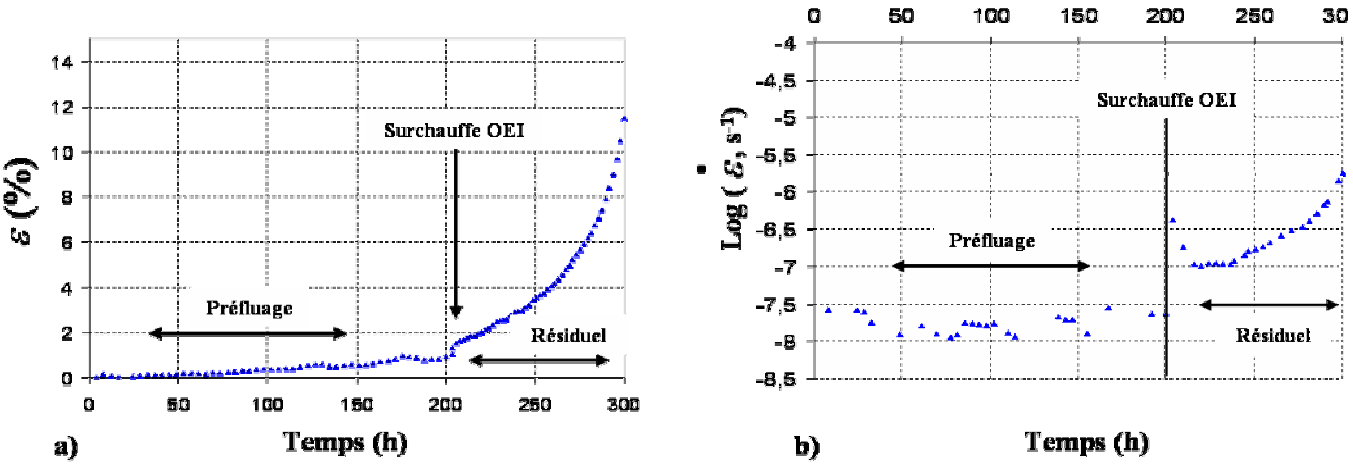


Figure V-5: Courbes de fluage d'un essai anisotherme ($t_{pré}$ = 200 h, t_{OEI} = 30 s)
a) $\varepsilon = f(t)$
b) $\dot{\varepsilon} = f(t)$

Lors d'une surchauffe OEI, le MCNG se déforme très peu, jamais plus de 0.3% (Tableau V-1).

Lors du fluage résiduel, le matériau présente à nouveau les 3 stades classiques de déformation en fluage (Figure V-5), le comportement du MCNG est très comparable au comportement du matériau en isotherme. Comme en isotherme, le stade secondaire est très court et l'essentiel du fluage résiduel se fait lors d'un long stade tertiaire (Figure V-5). Quel que soit l'essai, un nouveau primaire apparaît en début d'essai de fluage résiduel (Figure V-5). On constate également une augmentation de la vitesse de déformation après la surchauffe quelles que soient les valeurs de $t_{pré}$ et t_{OEI} (Figure V-5b). Logiquement, plus la vitesse de déformation minimale atteinte lors du fluage résiduel est grande, plus la durée de vie résiduelle après l'OEI est écourtée (Figure V-6).

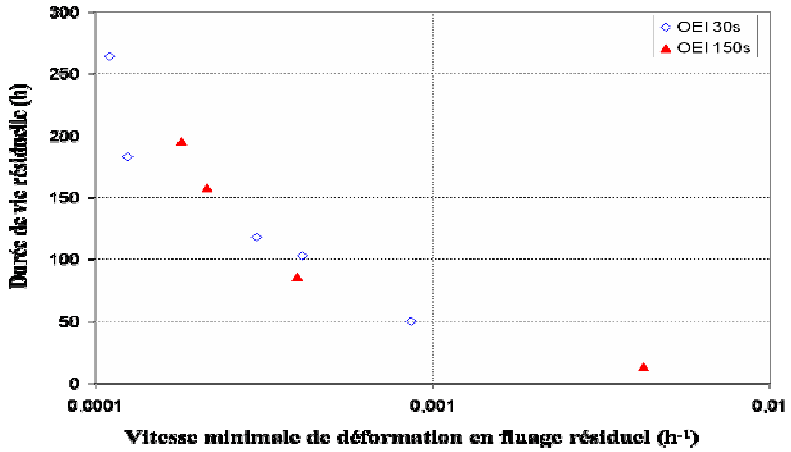


Figure V-6: Evolution de la durée de vie résiduelle post-OEI avec l'augmentation de la vitesse de déformation

b. Hausse de la vitesse de déformation induite par un OEI

Au chapitre IV (§ IV.1.2.b), il a été montré que la vitesse minimale de fluage est plus élevée dans le banc FL que dans le banc FR ($\dot{\varepsilon}\min_{iso-FR} = 4\times10^{-5}$ h^{-1}, $\dot{\varepsilon}\min_{iso-FL} = 9\times10^{-5}$ h^{-1}). De ce fait, il a été constaté que, si un passage du banc FR au banc FL intervenait au cours d'un essai de fluage à 1050°C / 140 MPa, il se produisait un saut de vitesse de déformation lors de la reprise de l'essai dans le banc FL (Chapitre IV, Figure 6). Les deux exemples d'essai qui sont décrits ci-après permettent de démontrer que l'augmentation de la vitesse de déformation du fait de l'OEI (Figure V-5b) est bien réelle et n'est pas induite par le fait que le préfluage soit réalisé dans le banc FR et le fluage résiduel dans le banc FL.

i) *Comparaison entre un essai OEI initial ($t_{pré}$ = 0h, t_{OEI} = 30s) et l'essai isotherme dans le banc FL*

On considère un essai OEI sur un matériau vierge ($t_{pré}$ = 0h), les courbes de fluage du résiduel de l'essai avec OEI (réalisées dans le banc FL) sont directement comparables à celles de l'essai de fluage isotherme référence dans le banc FL (Figure V-7), puisque, hormis la surchauffe réalisée dans THALIE, l'essai anisotherme ne se déroule que dans le banc FL.

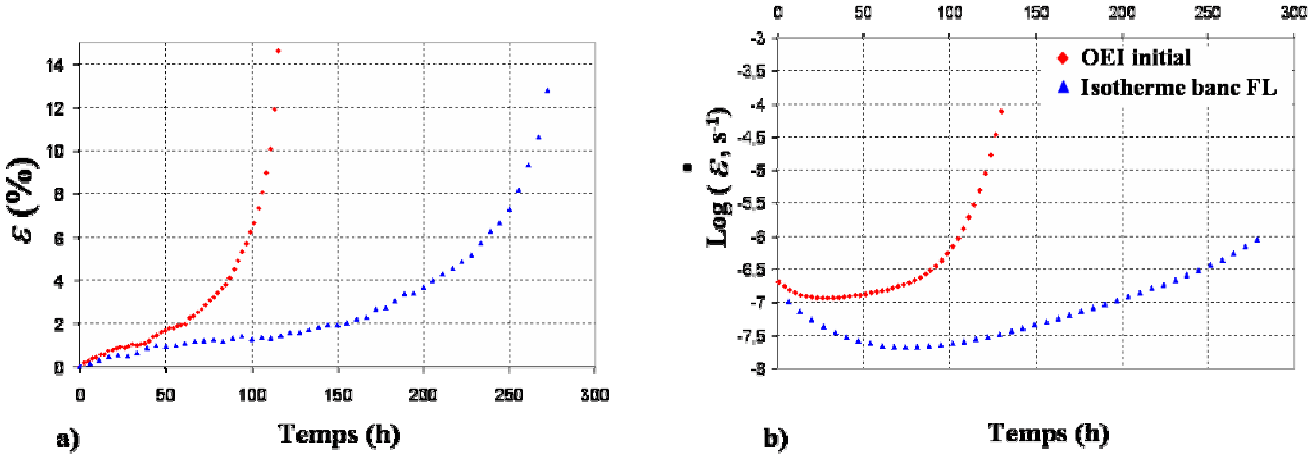


Figure V-7: Comparaison de l'essai OEI initial de 30s avec l'essai de fluage isotherme dans le banc FL

On observe clairement, sur la Figure V-7b, que la vitesse minimale de fluage de l'essai précédé d'un OEI 30 secondes est supérieure à la vitesse de fluage de l'essai isotherme (i.e. sans OEI) alors que les deux essais ont été conduits dans le même banc de fluage. L'OEI implique bien une hausse de la vitesse de déformation par rapport à l'essai isotherme.

ii) *Comparaison entre l'essai anisotherme ($t_{pré}$=200h, t_{OEI}= 150s) et l'essai isotherme (200h banc FR + suite banc FL)*

Les essais suivants ont été réalisés pour caractériser les effets d'une surchauffe OEI sur le comportement macroscopique isotherme du MCNG. Deux éprouvettes ont été fluées à 1050°C / 140 MPa pendant 200h. Après cela, seule l'une d'elles a subi une surchauffe OEI de 150 secondes. Les deux éprouvettes ont ensuite été sollicitées de nouveau à 1050°C / 140 MPa au cours d'un essai de fluage « résiduel » interrompu (après 8h, 30h, 50h, 70h et 90h) dans le banc FL. Les courbes de fluage de

chaque essai interrompu ont été enregistrées puis les courbes de fluage totales ont été reconstituées pour être comparées (Figure V-8). Après chaque interruption, la microstructure de chaque éprouvette a été observée au MEB. Ces observations seront exploitées ultérieurement.

La Figure V-8 compare donc les courbes de vitesse de fluage de l'essai anisotherme défini par la séquence {préfluage banc FR ($t_{pré}$ = 200h) / **OEI banc THALIE (t_{OEI}= 150s)** / résiduel banc FL (~90h)} et de l'essai « isotherme » défini par la séquence {préfluage banc FR ($t_{pré}$ = 200h) / résiduel banc FL (~90h)}. Si les deux éprouvettes ont, avant l'OEI, la même vitesse de déformation, lors de la reprise du fluage dans le banc FL, les deux essais présentent des vitesses de déformation différentes. Bien que l'on constate sur la courbe de l'essai « isotherme » que le changement de moyen d'essai induit une augmentation de la vitesse de déformation (Cf. Chapitre IV, § IV.1.2.c), la vitesse minimale de déformation de l'essai comportant l'OEI est bien plus importante que celle de l'essai isotherme ($\Delta\dot{\varepsilon}_{aniso} > \Delta\dot{\varepsilon}_{iso}$, Figure V-8); cela montre une nouvelle fois qu'un OEI accélère la vitesse de déformation lors du retour en fluage à 1050°C / 140 MPa qui suit la surchauffe.

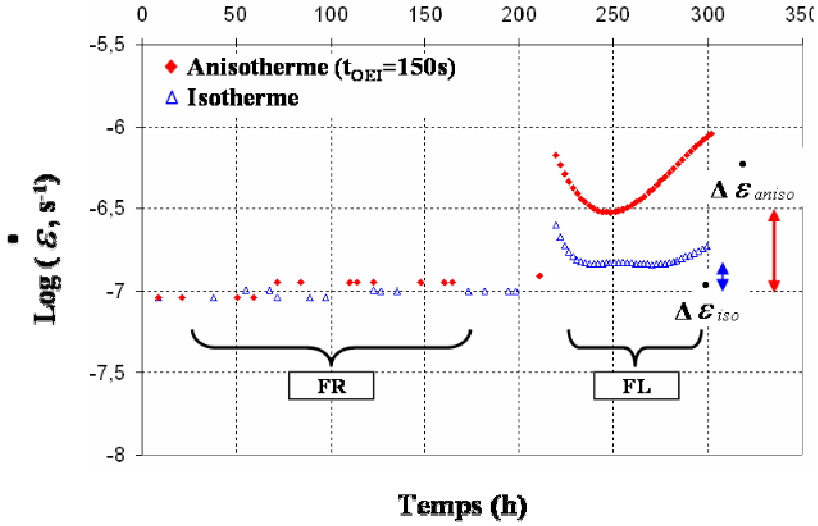


Figure V-8: Mise en évidence de l'accélération de la déformation après un OEI

c. Influence d'un OEI sur le comportement macroscopique : comparaison à l'isotherme

i) *Modifications induites par un OEI*

La Figure V-9 ne présente que la partie des courbes de vitesse lors du retour dans le banc FL des deux essais présentés à la Figure V-8. La comparaison de ces deux courbes de fluage résiduel permet de

constater les modifications induites par un OEI sur le comportement macroscopique en fluage du MCNG.

Pour l'essai de fluage anisotherme, après l'OEI, il apparaît un nouveau stade primaire de fluage. Ce stade primaire de fluage résiduel est différent de celui qui peut être observé pour l'essai « isotherme » lors de la reprise de l'essai dans le banc FL (Figure V-9 et Cf. Chapitre IV, § IV.1.2.c) ; il est plus marqué puisqu'il est plus long, présente une vitesse plus élevée (Figure V-9, graphe principal) et cumule plus de déformation (Figure V-9, insert). En fait, les mécanismes microstructuraux à l'origine de ces primaires sont différents, ceux du nouveau primaire de l'essai isotherme ont été décrits au Chapitre IV (§ IV.1.2.c) et ceux du nouveau primaire de l'essai anisotherme seront décrits au § V.3. de ce chapitre.

Du fait de l'accélération de la vitesse de déformation après l'OEI, on constate que le stade secondaire résiduel de l'essai anisotherme est extrêmement réduit (voire quasi inexistant) par rapport à celui du fluage résiduel de l'essai isotherme : le stade tertiaire se déclenche plus tôt lorsque le MCNG a subi un OEI. Par ailleurs, l'accélération de la déformation qui se produit lors du stade tertiaire de déformation est plus importante lorsque le matériau a subi un OEI. Ces remarques sont également applicables à la comparaison entre l'essai comportant un OEI initial et l'essai isotherme de référence dans le banc FL présentée à la Figure V-7.

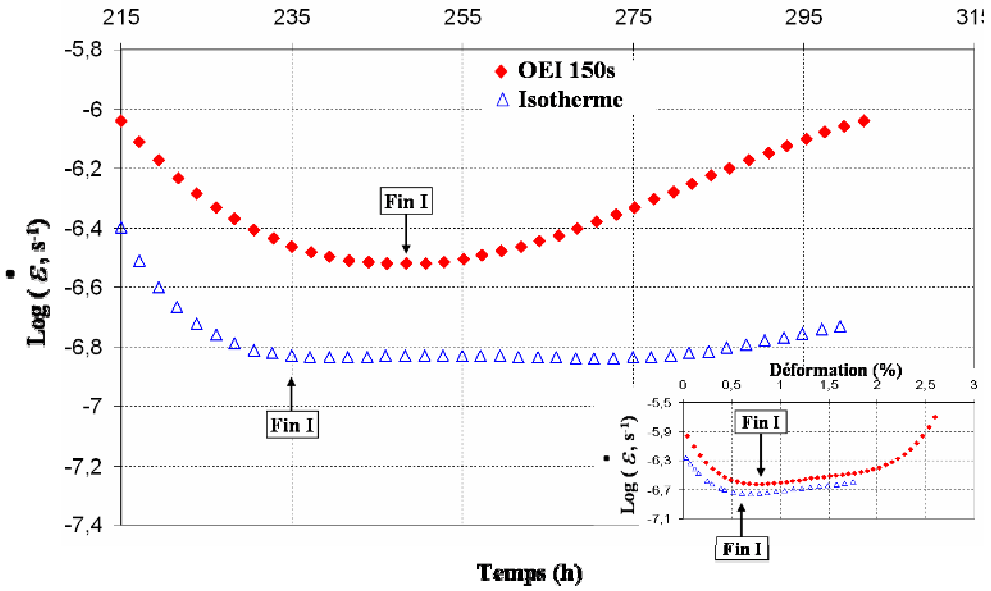


Figure V-9: Comparaison des fluages résiduels des essais {préfluage banc FR ($t_{pré}$ = 200h) / OEI banc THALIE (t_{OEI}= 150s) / résiduel banc FL} et {préfluage banc FR ($t_{pré}$ = 200h) / résiduel banc FL}

ii) *Influence de la durée d'OEI (t_{OEI})*

On constate tout d'abord dans le Tableau V-1 que la déformation cumulée lors de l'essai de surchauffe OEI dans le banc THALIE croit avec le temps d'OEI.

Par ailleurs, l'influence de la durée d'OEI sur le comportement du MCNG lors du fluage résiduel post-OEI peut être observée à la Figure V-10 qui, pour chaque durée de préfluage, présente la comparaison des courbes $\varepsilon = f(t)$, $\dot{\varepsilon} = f(t)$ et $\dot{\varepsilon} = f(\varepsilon)$ obtenues pour les deux durées d'OEI étudiées.

La vitesse de déformation en résiduel est généralement plus importante après la durée d'OEI la plus longue (graphes $\dot{\varepsilon} = f(t)$ et $\dot{\varepsilon} = f(\varepsilon)$). Sur toutes les courbes de fluage résiduel des graphes $\dot{\varepsilon} = f(t)$, on constate que le stade secondaire est extrêmement réduit, il est quasi inexistant pour $t_{OEI} = 150s$. De fait, on constate que le déclenchement du stade tertiaire est plus précoce lorsque l'OEI est plus long. Il semble également que l'accélération de la vitesse de déformation lors du stade tertiaire soit plus grande après un OEI 150s qu'après un OEI 30s (graphes $\dot{\varepsilon} = f(t)$).

Concernant le stade primaire du fluage résiduel, le cumul de déformation est plus grand pour la durée d'OEI la plus longue. En effet, on constate sur les graphes $\dot{\varepsilon} = f(\varepsilon)$ que la vitesse minimale de déformation, qui marque la fin du stade primaire, est atteinte pour une déformation plus grande après un OEI de 150 secondes. Enfin, concernant la durée du stade primaire (graphes $\dot{\varepsilon} = f(t)$), celle-ci est relativement comparable pour les deux durées de surchauffe.

En définitive, le cumul de déformation plus important lors de l'OEI et du stade primaire résiduel, ainsi que la vitesse de déformation plus élevée, qui ont été observés pour la durée d'OEI la plus longue impliquent un déclenchement du stade tertiaire plus précoce. En conséquence, pour une même durée de préfluage, les durées de vie résiduelle obtenues après les OEI 150s sont plus courtes que celles obtenues après les OEI 30s (graphes $\varepsilon = f(t)$), ce qui signifie que plus la durée d'OEI est longue, plus la durée de vie du MCNG est pénalisée.

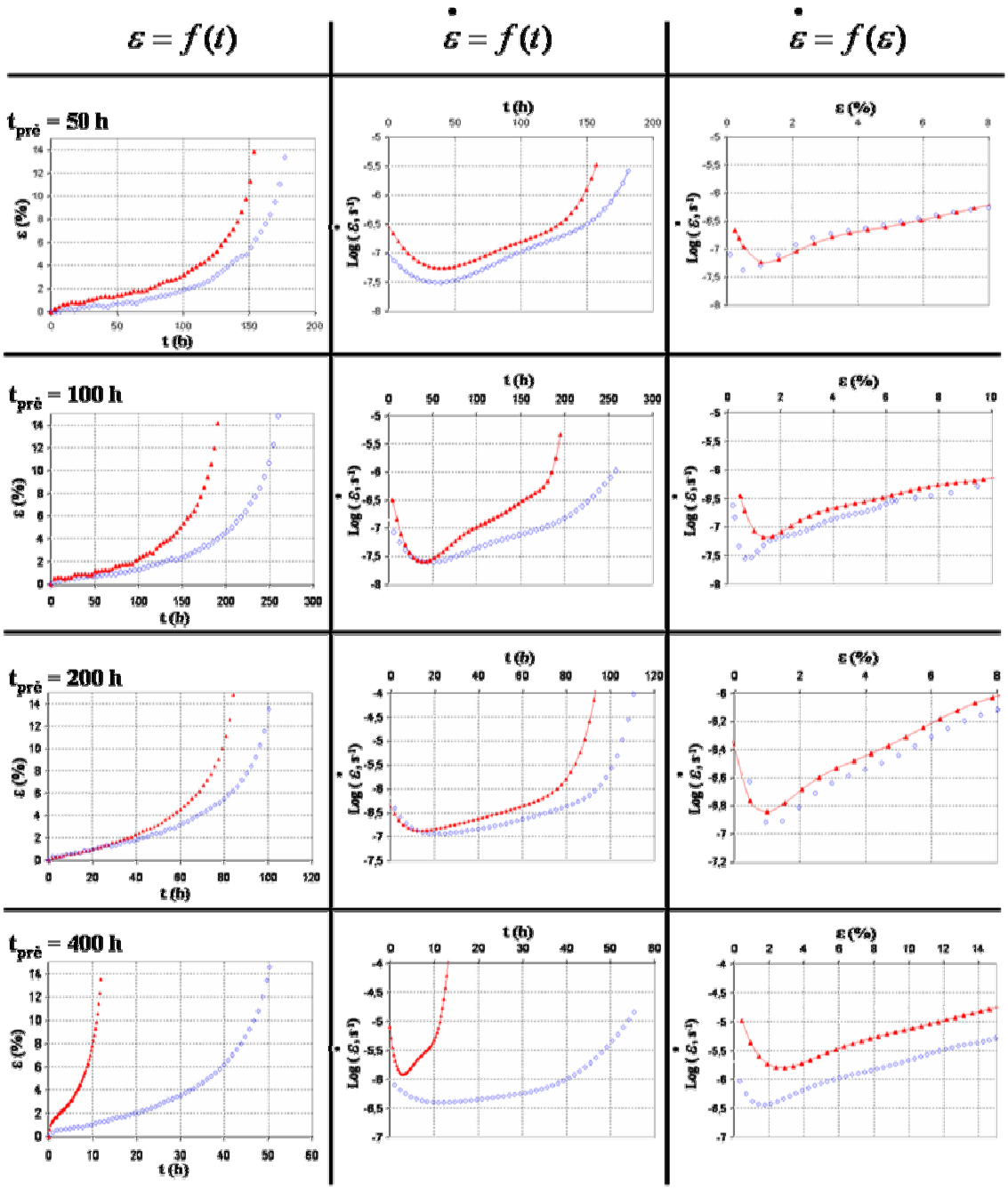


Figure V-10: Effet de t_{OEI} sur le comportement en fluage résiduel du MCNG
◇ t_{OEI} = 30s, ▬ t_{OEI} = 150s

iii) *Influence du temps de préfluage ($t_{pré}$)*

Si l'on compare les courbes de déformation de tous les essais de fluage résiduel (Figure V-11), le lien entre la durée de préfluage ($t_{pré}$) et la durée de vie résiduelle ($t_{rés}$) n'est pas évident.

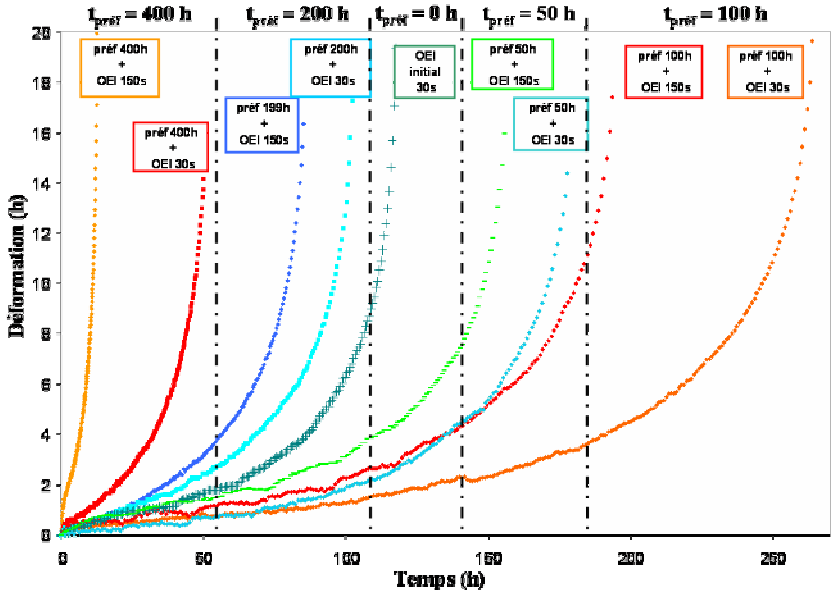


Figure V-11: Courbes de déformation des essais de fluage résiduel

La Figure V-12 regroupe les résultats des essais de fluage anisotherme dans une graphique qui présente en ordonnée la durée de vie résiduelle normée ($t_{rés}/t_{réf}$) en fonction de la durée de préfluage normée ($t_{pré}/t_{réf}$) en abscisse. L'utilisation de ces fractions de durée de vie normées (par la durée de vie isotherme référence dans le moyen d'essai considéré) s'avère essentielle lorsqu'il s'agit de comparer les durées de vie entre les essais anisothermes qui ont des temps de préfluage différents ou de discuter de l'influence d'un OEI sur la durée de vie du matériau par rapport à l'isotherme, car elle permet de s'affranchir du changement de moyen d'essai entre l'essai de préfluage et l'essai de fluage résiduel. Dès lors, la représentation des résultats d'essais telle qu'elle est donnée à la Figure V-12 permet de dégager une tendance quant à la relation entre le temps de préfluage et la durée de vie en fluage résiduel du matériau.

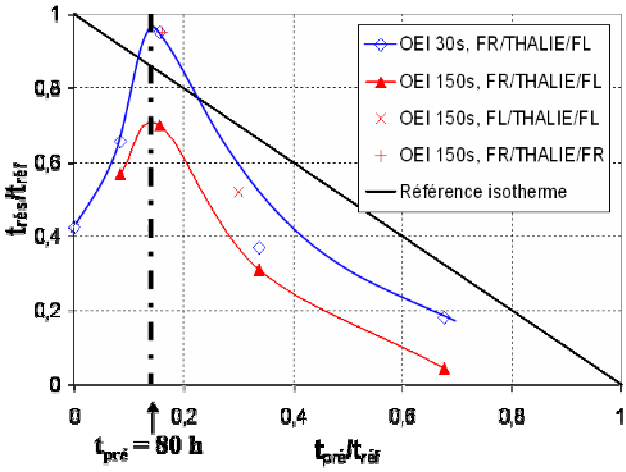


Figure V-12: Evolution de la durée de vie résiduelle après un OEI en fonction de la durée de préfluage Abattement de la durée de vie par rapport à l'isotherme du MCNG

La tendance quant à l'effet de la durée de préfluage sur la durée de vie résiduelle s'inverse vers 80 heures de préfluage. Pour $t_{pré}$ < 80 heures, la durée de vie résiduelle augmente avec la durée de préfluage, au contraire pour $t_{pré}$ > 80 heures, la vie résiduelle diminue avec la durée de préfluage. Il semble donc qu'il existe une durée de préfluage optimale pour laquelle une surchauffe OEI pénalise moins la durée de vie résiduelle. Il est important de constater que cette tendance est la même pour les deux durées d'OEI étudiées (Figure V-12). On constate également que la courbe de tendance décrite pour les essais qui ont subi un OEI 30s se situe au dessus de celle des essais qui ont subi un OEI 150s, ce qui confirme que la durée d'OEI la plus longue pénalise plus la durée de vie du matériau (§ V.2.1.c.i.).

Si l'on se réfère au chapitre IV (§ IV.3.1.), l'étude de l'évolution de la microstructure γ/γ' au cours du fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa a mis en évidence que la mise en radeaux se faisait entre 50 et 100 heures dans le MCNG. Attendu que la transition observée à la Figure V-12 se produit vers 80 heures, il parait raisonnable de relier cette transition à l'établissement de la structure en radeaux (Figure V-13). Il semble donc que la durée de vie post-OEI soit favorisée lorsque la surchauffe intervient sur une microstructure complètement en radeaux, régulière et stable (Figure V-13). En effet, avant 80 heures de fluage, la microstructure cubique évolue progressivement vers les radeaux. Très vite après la mise en radeaux, la microstructure γ/γ' se déstabilise et l'évolution de la microstructure est inhomogène dans la structure dendritique.

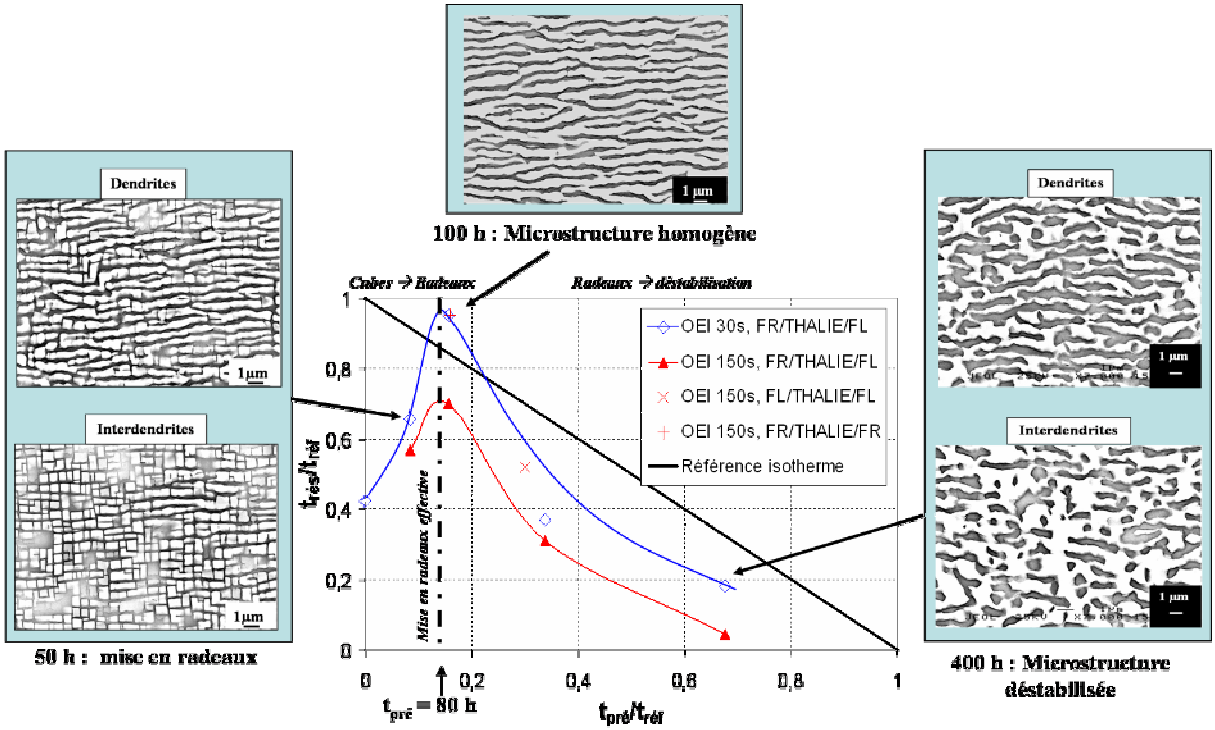


Figure V-13: Influence l'état microstructural après $t_{pré}$ sur la durée de vie résiduelle

Sur la Figure V-12 est également reportée la référence isotherme, représentée par la droite passant par les points extrêmes (1,0) et (0,1). Ces points extrêmes représentent respectivement la durée de vie isotherme du matériau lors d'un essai complet dans le banc FR ou dans le banc FL. Les autres points de cette droite représentent les durées de vie isothermes du MCNG pour des essais de fluage à rupture menés dans l'un puis l'autre moyen d'essai sans qu'une surchauffe n'ait été réalisée. La majeure partie des points d'essai se situe en dessous de la référence isotherme (Figure V-12), ce qui montre qu'une surchauffe pénalise effectivement la durée de vie du matériau par rapport à la condition isotherme. Cet abattement de la durée de vie du matériau lors des essais anisothermes est relié au déclenchement précoce du stade tertiaire résiduel (qui conduit à la rupture) (Figure V-9). Par ailleurs, l'abattement de la durée vie totale du matériau est plus marqué pour les OEI de 150 secondes car le stade tertiaire de déformation se déclenche d'autant plus tôt que la durée d'OEI est longue (§ V.2.1.c.i.).

Enfin, pour la majeure partie des essais anisothermes qui ont été réalisés, la phase de préfluage a été effectuée dans le banc FR, l'OEI dans le banc THALIE et le fluage résiduel dans le banc FL. Pour simplifier, une telle séquence est notée FR/THALIE/FL. C'est à partir des points représentatifs de ces essais que les tendances quant au lien entre la durée de préfluage ($t_{pré}$) et la durée de vie résiduelle ($t_{rés}$) ont été tracées sur la Figure V-12. En plus des résultats des essais anisothermes FR/THALIE/FL, les résultats de deux essais anisothermes dont la phase de préfluage et la phase de fluage résiduel ont été réalisées dans le même moyen d'essai (la surchauffe étant toujours réalisée dans le banc THALIE) sont également reportés sur la Figure V-12. Le premier de ces essais a donc consisté en la séquence anisotherme suivante : {Préfluage banc FL (90 h) / OEI banc THALIE (t_{OEI}= 150s) / Fluage résiduel banc FL}, notée FL/THALIE/FL. Le second essai à subi la séquence : {Préfluage banc FR (100 h) / OEI banc THALIE (t_{OEI}= 150s) / Fluage résiduel banc FR}, notée FR/THALIE/FR.

Ces deux essais confirment les différents points qui ont été abordés dans les paragraphes ci-dessus. Tout d'abord, les points représentatifs de ces deux essais, qui ne comportent pas de changement de banc de fluage pour les phases d'essais qui entourent l'OEI, sont en dessous de la référence isotherme dans la Figure V-12. En effet, dans les cas où les phases de préfluage et de fluage résiduel sont réalisées dans le même moyen d'essai, la référence isotherme est à 1 (et non plus sur l'oblique qui prend en compte un changement de moyen entre le préfluage et le fluage résiduel). De plus ces deux points d'essais suivent relativement bien la tendance décrite par les essais anisotherme FR/THALIE/FL. Ces remarques montrent que l'abattement de durée de vie engendré lors d'un essai anisotherme ainsi que le lien entre la durée de préfluage et la durée de vie résiduelle sont peu influencés par un changement de moyen d'essai entre la phase de préfluage et la phase de fluage résiduel. En fait, les points représentatifs des essais FL/THALIE/FL et FR/THALIE/FR se situent entre la courbe qui décrit les résultats des essais FR/THALIE/FL comportant un OEI 30 secondes et celles des essais comportant un OEI 150s, alors que

ces deux essais ont subi un OEI 150s. Ces essais présentent donc une durée de vie résiduelle post-OEI légèrement supérieure à celle des FR/THALIE/FL incluant un OEI 150s. Il y a deux raisons à cela : tout d'abord, lors de la reprise du fluage résiduel, l'accélération de la vitesse de déformation est plus faible que pour les essais FR/THALIE/FL pour lesquels le saut de vitesse lié au passage banc FR/banc FL s'est ajouté à l'effet de l'OEI. D'autre part, concernant l'essai FR/THALIE/FR, il vient certainement s'ajouter le fait que lors de la reprise du fluage résiduel, la montée à 1050°C est trop longue dans le banc FR. De ce fait, la phase γ' dissoute lors de l'OEI a le temps de recoalescer (en partie) aux radeaux et le fluage résiduel intervient sur une microstructure vraisemblablement plus proche de celle qui aurait été développée au cours d'un OEI 30 secondes.

d. Bilan sur les effets d'un OEI sur le comportement en fluage du MCNG

- Quelles que soient les durées de préfluage ou de surchauffe, le MCNG présente à nouveau les trois stades de fluage lors du fluage résiduel à 1050°C / 140 MPa post surchauffe.

- Le MCNG se déforme très peu au cours d'un OEI (jamais plus de 0.3%).

- Le stade primaire de déformation du fluage résiduel post-OEI est plus marqué que ceux qui ont pu être observés en isotherme. L'amplitude du stade primaire post-OEI est d'autant plus importante que la durée d'OEI est longue.

- Une surchauffe OEI accélère la vitesse de déformation du matériau par rapport à sa vitesse de déformation avant l'OEI (préfluage). Cette accélération de la vitesse de déformation restreint considérablement le stade secondaire et précipite le déclenchement du stade tertiaire. En conséquence, un OEI conduit à un abattement de la durée de vie du matériau par rapport à la condition isotherme (Figure V-12).

- Une durée d'OEI de 150 secondes pénalise plus la durée de vie du matériau qu'un OEI de 30 secondes. En fait, un OEI plus long implique un déclenchement du stade tertiaire plus précoce, qui conduira plus rapidement à la rupture.

- La relation entre la durée de préfluage et la durée de vie résiduelle est la même pour chacune des durées d'OEI. Il existe une durée de préfluage optimale pour laquelle l'abattement de durée de vie causé par l'OEI est le plus faible. Le pic de durée de vie résiduelle est obtenu pour une durée de préfluage d'environ 80 heures, il semble donc lié au temps nécessaire pour former une microstructure en radeaux régulière sur l'ensemble de la structure dendritique (Cf. Chapitre IV).

V.2.2. Influence d'un OEI sur la microstructure γ/γ'

Que ce soit lors des essais de fluage isotherme (Chapitre IV) ou lors des essais de fluage anisotherme, il existe un lien fort entre la microstructure γ/γ' et le comportement macroscopique du MCNG. L'objectif de cette partie est donc d'identifier les effets des surchauffes OEI sur la microstructure du MCNG.

La caractérisation des évolutions de la phase γ' au cours du fluage à 1050°C / 140 MPa a été réalisée au chapitre IV. Cela a permis d'identifier l'état microstructural sur lequel les surchauffes OEI sont intervenues lors des essais de fluage anisotherme présentés dans ce chapitre.

Dans cette partie, des essais OEI ont été réalisés sur des éprouvettes non préfluées (OEI initial) et préfluées 100 heures ou 200 heures à 1050°C / 140 MPa. Les microstructures développées juste après les surchauffes ont été observées au MEB et quantifiées par analyses d'image pour être comparées aux microstructures présentes avant que l'OEI ne soit réalisé.

a. OEI initial 150s

Initialement, i.e. après les traitements thermiques standards et avant tout fluage, la phase γ' dans le MCNG est présente sous forme de cubes. La fraction volumique de précipités est proche de 66 % (Chapitre I).

Au-delà de 950°C, la phase γ' se dissout. Au Chapitre III, des essais de dissolution de la phase γ' à 1200°C pendant 0, 15, 30, 60 et 90 minutes ont été décrits. Ces essais ont permis de déterminer l'évolution de la fraction de phase γ' jusqu'à l'équilibre thermodynamique en l'absence de chargement mécanique (Figure V-14).

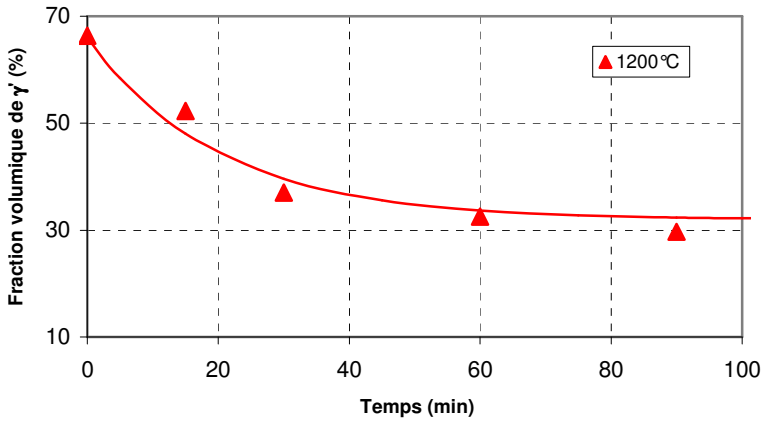


Figure V-14: Courbe de dissolution de la phase γ' à 1200°C en l'absence de chargement mécanique

La fraction volumique de cubes de γ' mesurée sur l'échantillon ayant subi l'OEI initial (sollicitation sous 1200°C / 140 MPa) est de 55 % en moyenne (53.6 % dans les dendrites, 56 % dans les interdendrites), alors qu'en l'absence de chargement mécanique, elle est d'environ 64 % après 150 secondes d'exposition à 1200°C d'après la Figure V-14.

Il y a donc une nette accentuation de la dissolution lors d'une surchauffe OEI. Ces observations confirment l'effet de la contrainte sur l'accélération de la cinétique de dissolution de la phase γ'.

Lors de l'étude de l'influence des régimes OEI sur MC2 [2], l'observation par MET des microstructures obtenues après un OEI a mis en évidence, qu'après 90 secondes d'OEI seulement, des dislocations étaient présentes aux interfaces des précipités (Figure V-15) alors que pas ou peu de dislocations étaient observées après une exposition à 1200°C pendant un temps équivalent mais sans qu'une contrainte ne soit appliquée. Les dislocations jouent le rôle de courts circuits de diffusion et favorisent donc la dissolution lors de l'OEI par rapport à la simple exposition à 1200°C [3]. Il est fort probable que ce comportement soit commun à tous les superalliages et en particulier au MCNG.

Par ailleurs, il a été vu au chapitre III et dans différentes autres études sur les superalliages que la dissolution des précipités ne se fait pas de manière homogène par un amincissement uniforme du contour de tous les γ', mais par une dissolution préférentielle de certains précipités [2, 4-6]. De fait, après l'OEI initial de 150 secondes, les géométries des cubes du MCNG sont assez irrégulières, et la répartition de tailles encore plus dispersée que dans la structure initiale (Figure V-15).

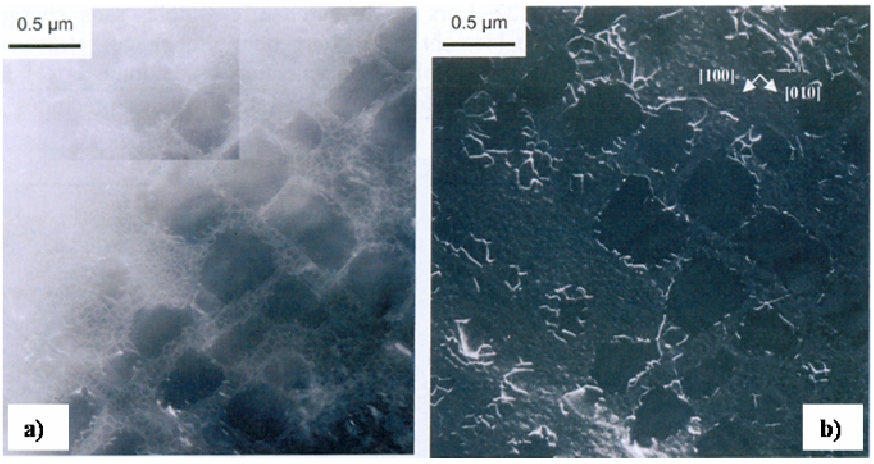


Figure V-15: Microstructure MET du MC2 après un OEI initial de 90s sur le banc THALIE sous 145 MPa a) Champ clair, b) Champ sombre (plan de la lame: $\vec{b} = [001]$) [2]

De plus, la dissolution, plutôt importante en un temps si bref d'exposition en température (150s), se traduit par une diminution de la taille des cubes de γ' et donc par un élargissement des couloirs de matrice.

Enfin, la dissolution des précipités γ' implique une mise en solution des éléments γ'-gènes dans les couloirs de matrice qui se retrouvent sursaturés en ces éléments. De ce fait, lors du refroidissement jusqu'à l'ambiante après l'OEI (Figure V-4), une précipitation γ' ultrafine recoalesce dans les couloirs de matrice. Cette fine reprécipitation a déjà été reportée au chapitre III lors des essais de dissolution sans chargement mécanique (Figure 4 du chapitre III) et après un OEI dans le MC2 [2]. D'après de précédentes études, cette reprécipitation apparaît probablement lorsque la température passe en dessous de 1000°C [7-9] en raison d'une vitesse de refroidissement inférieure à 10000°C/min, valeur pour laquelle la microstructure à haute température serait complètement figée [10].

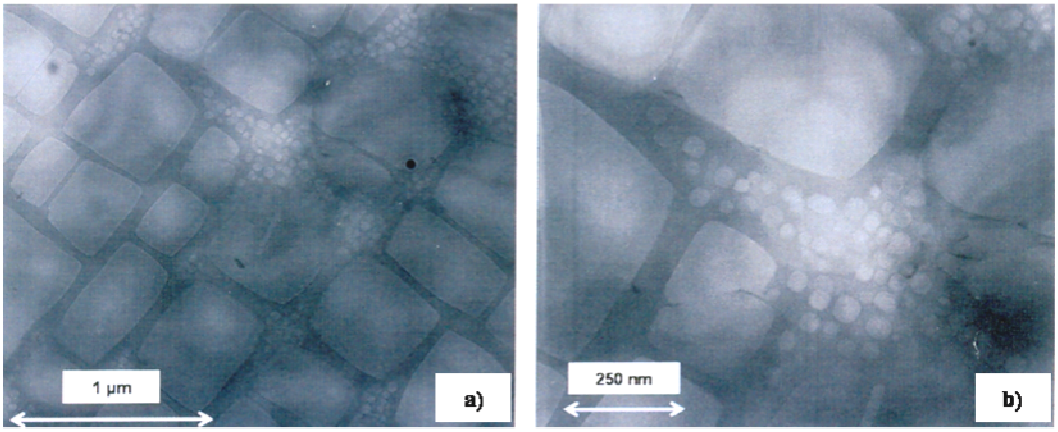


Figure V-16: Microstructure du MC2 après un OEI initial de 30s sur le banc THALIE, mise en évidence de la fine reprécipitation γ' après le refroidissement depuis 1200°C [2]

En définitive, après un OEI initial, la microstructure du MCNG avant que ne reprenne le fluage résiduel à 1050°C / 140 MPa est constituée de précipités de γ' dont les interfaces γ/γ' sont irrégulières car marquées par des dislocations qui favorisent leur dissolution. Les précipités n'ont pas tous subi le même degré de dissolution [2, 4-6], les tailles de cubes sont donc très inhomogènes. Du fait de la dissolution des cubes de γ', les couloirs de matrice entre les précipités sont élargis par rapport à la microstructure initiale et sont décorés d'une précipitation γ' ultrafine apparue lors du refroidissement depuis 1200°C.

b. OEI après 100 heures de fluage

Après 100 heures de fluage, avant que l'OEI ne soit simulé, la microstructure γ/γ' se présente sous forme de radeaux de γ' et de couloirs de matrice γ orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation. La fraction surfacique moyenne de phase γ' est de 60 % dans les dendrites et de 61.5 %

dans les interdendrites. Les largeurs des couloirs de γ et les épaisseurs des radeaux de γ' à ce stade de l'essai de fluage à 1050°C / 140 MPa sont présentées dans le Tableau 4 du Chapitre IV.

i) *OEI 30s*

Après une surchauffe OEI de 30 secondes, une fraction des radeaux de γ' a été dissoute. La fraction moyenne de phase γ' dans les dendrites vaut $Fs_{\gamma'\text{-dendrites}}$ = 56.3 % et dans les interdendrites $Fs_{\gamma'\text{-interdendrites}}$ = 59.8 %. Les résultats des quantifications de l'épaisseur des radeaux de γ' ainsi que de la largeur des couloirs de matrice γ sont présentés dans le Tableau V-2.

	Dendrites	**Interdendrites**
$Fs_{\gamma'}$	**56,3 %**	**59,8 %**
Largeurs des couloirs de γ (± 15 nm)	**385 nm**	**404 nm**
Epaisseurs des radeaux de γ' (± 15 nm)	**461 nm**	**517 nm**

Tableau V-2: Caractéristiques de la microstructure γ/γ' après 100h de fluage + OEI 30s

Les variations relatives de la fraction surfacique, de l'épaisseur des radeaux de γ' et de la largeur des couloirs de γ par rapport à l'état microstructural avant OEI sont répertoriées dans le Tableau V-3.

	Dendrites	**Interdendrites**
$\Delta Fs_{\gamma'}$ Variation de la fraction surfacique de γ'	**-6 %**	**-3 %**
$\Delta L\gamma$ Variation de la largeur des couloirs de γ	**+ 15 %** (+ 53 nm)	**+ 18 %** (+ 67 nm)
$\Delta L\gamma'$ Variation de l'épaisseur des radeaux de γ'	**- 10 %** (- 49 nm)	**- 9 %** (- 49 nm)

Tableau V-3: Variations relatives des grandeurs caractéristiques de la microstructure entre l'état flué 100h et l'état flué 100h + OEI 30s

Lors d'un OEI, la dissolution de la phase γ' s'effectue par une mise en solution des éléments γ'-formeurs dans la phase γ ce qui conduit à une diminution de l'épaisseur des radeaux et à un épaississement des couloirs de matrice ($\Delta L\gamma' < 0$ et $\Delta L\gamma > 0$, Tableau V-3).

On constate, qu'en valeur absolue, l'élargissement des couloirs de γ est plus important que l'affinement des radeaux de γ' ($|\Delta L\gamma| > |\Delta L\gamma'|$, Tableau V-3). Cette remarque témoigne du fait que, pendant la surchauffe OEI, sous l'effet de la contrainte appliquée, les couloirs de matrice γ se déforment

localement. La déformation des couloirs de matrice va s'ajouter au phénomène de dissolution γ'→ γ et contribuer à l'élargissement plus important de la phase γ par rapport à l'amincissement de radeaux de γ'.

La variation plus importante de la fraction de phase γ' au cours de l'OEI dans les zones dendritiques que dans les zones interdendritiques (Fsγ', Tableau V-3) tient plus de la différence de variation de la largeur des couloirs de matrice (ΔL_γ, Tableau V-3) que de la dissolution des radeaux de γ' représentée par la variation de l'épaisseur des radeaux ($\Delta L_{\gamma'}$, Tableau V-3). En effet, la dissolution des radeaux est relativement semblable entre les dendrites et les interdendrites ($\Delta L_{\gamma'\text{-dendrites}} \sim \Delta L_{\gamma'\text{-interdendrites}}$, Tableau V-3) alors que l'élargissement des couloirs de matrice est plus marqué dans les interdendrites ($\Delta L_{\gamma\text{-dendrites}} < \Delta L_{\gamma\text{-interdendrites}}$, Tableau V-3). Comme constaté au chapitre IV, il semble que lorsque la structure γ/γ' est en radeaux, les couloirs des interdendrites se déforment localement plus que ceux des dendrites (diffusion ralentie, dureté plus élevée, solution solide renforcée…Cf. Chapitre IV).

ii) *OEI 150s*

Les résultats des quantifications de la microstructure γ/γ' après un OEI de 150 secondes sont présentés dans le Tableau V-4. Dans le Tableau V-5 apparaissent les variations relatives de la fraction surfacique de γ', de l'épaisseur des radeaux de γ' et de la largeur des couloirs de γ par rapport à l'état microstructural avant l'OEI.

	Dendrites	**Interdendrites**
$Fs_{\gamma'}$	**53 %**	**57.5 %**
Largeurs des couloirs de γ (± 15 nm)	**385 nm**	**423 nm**
Epaisseurs des radeaux de γ' (± 15 nm)	**416 nm**	**502 nm**

Tableau V-4: Caractéristiques de la microstructure γ/γ' après 100h de fluage + OEI 150s

	Dendrites	**Interdendrites**
$\Delta Fs_{\gamma'}$ Variation de la fraction surfacique de γ'	**- 12,5 %**	**- 7 %**
ΔLγ Variation de la largeur des couloirs de γ	**+ 15 %** (+ 53 nm)	**+ 23 %** (+ 86 nm)
ΔLγ' Variation de l'épaisseur des radeaux de γ'	**- 19,5 %** (- 94 nm)	**- 12%** (- 64 nm)

Tableau V-5: Variations relatives des grandeurs caractéristiques de la microstructure entre l'état flué 100h et l'état flué 100h + OEI 150s

Comme après un OEI 30 secondes, la diminution de la fraction surfacique de précipités correspond à un amincissement des radeaux de γ' (dissolution) et à un élargissement des couloirs de matrice (effet de la dissolution γ'→ γ et déformation sous contrainte). Le phénomène de dissolution lors d'un OEI 150 secondes est logiquement plus important qu'après un OEI 30 secondes ($|\Delta L_{\gamma'\text{-OEI 30s}}| < |\Delta L_{\gamma'\text{-OEI 30s}}|$) du fait du temps d'exposition plus long à 1200°C sous 145 MPa. Comme la variation des largeurs de couloirs de matrice est relativement comparable entre un OEI 30s et un OEI 150 ($|\Delta L_{\gamma\text{-OEI 30s}}| \sim |\Delta L_{\gamma\text{-OEI 150s}}|$), la diminution de la fraction surfacique de précipités est plus marquée après un OEI 150s ($|\Delta F_{S\gamma'\text{-OEI 30s}}| < |\Delta F_{S\gamma'\text{-OEI 150s}}|$).

Dans le cas de l'OEI 150 secondes, la dissolution des γ' est significativement plus marquée dans les dendrites que dans les interdendrites ($|\Delta L_{\gamma'\text{-dendrites}}| > |\Delta L_{\gamma'\text{-interdendrites}}|$, Tableau V-5). La dissolution étant assistée par le phénomène de « pipe diffusion » [3], la densité plus importante de dislocations aux interfaces γ/γ' générée dans les dendrites (misfit plus élevé) pendant la mise en radeaux doit favoriser la dissolution dans ces régions.

Dans les interdendrites, comme pour un OEI 30 secondes, l'élargissement des couloirs de γ est plus important en valeur absolue que l'amincissement des radeaux (effet de la déformation plus important dans les couloirs d'interdendrites de la structure en radeaux). Au contraire, dans les dendrites l'amincissement de la phase γ' est plus importante en valeur absolue que l'épaississement de la matrice. Nous n'avons pas d'explication précise pour étayer ce phénomène. Peut-être que le phénomène de dissolution de la phase γ' est privilégié dans les dendrites et masque le phénomène de déformation, la structure en radeaux des dendrites étant la moins sensibles à la déformation lors de l'OEI.

c. OEI après 200 heures de fluage

Nous avons également réalisé un OEI 30s sur une microstructure préfluée 200 heures. Une fois encore, la fraction de phase γ' diminue lors de l'OEI ($\Delta Fs_{\gamma'}$ = - 5.5 % en moyenne dans la structure dendritique). L'importance de ce phénomène sur la microstructure γ/γ' développée après 200h de fluage est comparable à celle sur la microstructure développée après 100 heures de fluage pour une même durée d'OEI. La diminution de la fraction de γ' est de nouveau plus importante dans les régions interdendritiques.

Par ailleurs, nous avons observé l'évolution de la microstructure γ/γ' développée après un OEI 150s lors du fluage résiduel et nous l'avons comparée à celle d'un échantillon qui n'avait pas subi de surchauffe. Les micrographies de la microstructure γ/γ' réalisées au cours des essais de fluage résiduels interrompus présentés au § V.2.1.c.i. sont reportées sur les courbes de vitesses reconstituées de ces

essais (Figure V-17). Les microstructures qui ont été observées dans les zones dendritiques sont relativement similaires pour les deux types d'essai de fluage résiduel (précédé ou pas par un OEI). En revanche, les évolutions de la microstructure dans les zones interdendritiques sont différentes, ce sont donc les micrographies de ces zones qui sont portées sur la Figure V-17.

On constate sur la Figure V-17 que la microstructure γ/γ' se désoriente bien plus vite après qu'un OEI ait été réalisé sur le MCNG : les branchements de la phase γ' entre les radeaux orientés suivant l'axe normal à la contrainte sont beaucoup plus nombreux et se développent plus vite lors du fluage résiduel post-OEI. De ce fait, dans le cas de l'essai de fluage résiduel qui intervient après l'OEI, de nombreux « couloirs de phase γ' » verticaux se développent (Flèches pointillées sur la Figure V-17), il se développe également beaucoup plus de « gros carrefours » de phase γ' (cercles pointillés sur la Figure V-17). Dans le cas de l'essai sans OEI, tout au long du résiduel, l'orientation de la microstructure γ/γ' reste relativement proche de la normale à l'axe de la contrainte. Pour un même temps de fluage résiduel, l'inversion topologique est beaucoup plus marquée dans le cas du fluage résiduel qui a été précédé d'un OEI, les inclusions de phase γ dans la « matrice de γ' » sont bien plus courtes lorsque le matériau a subi un OEI.

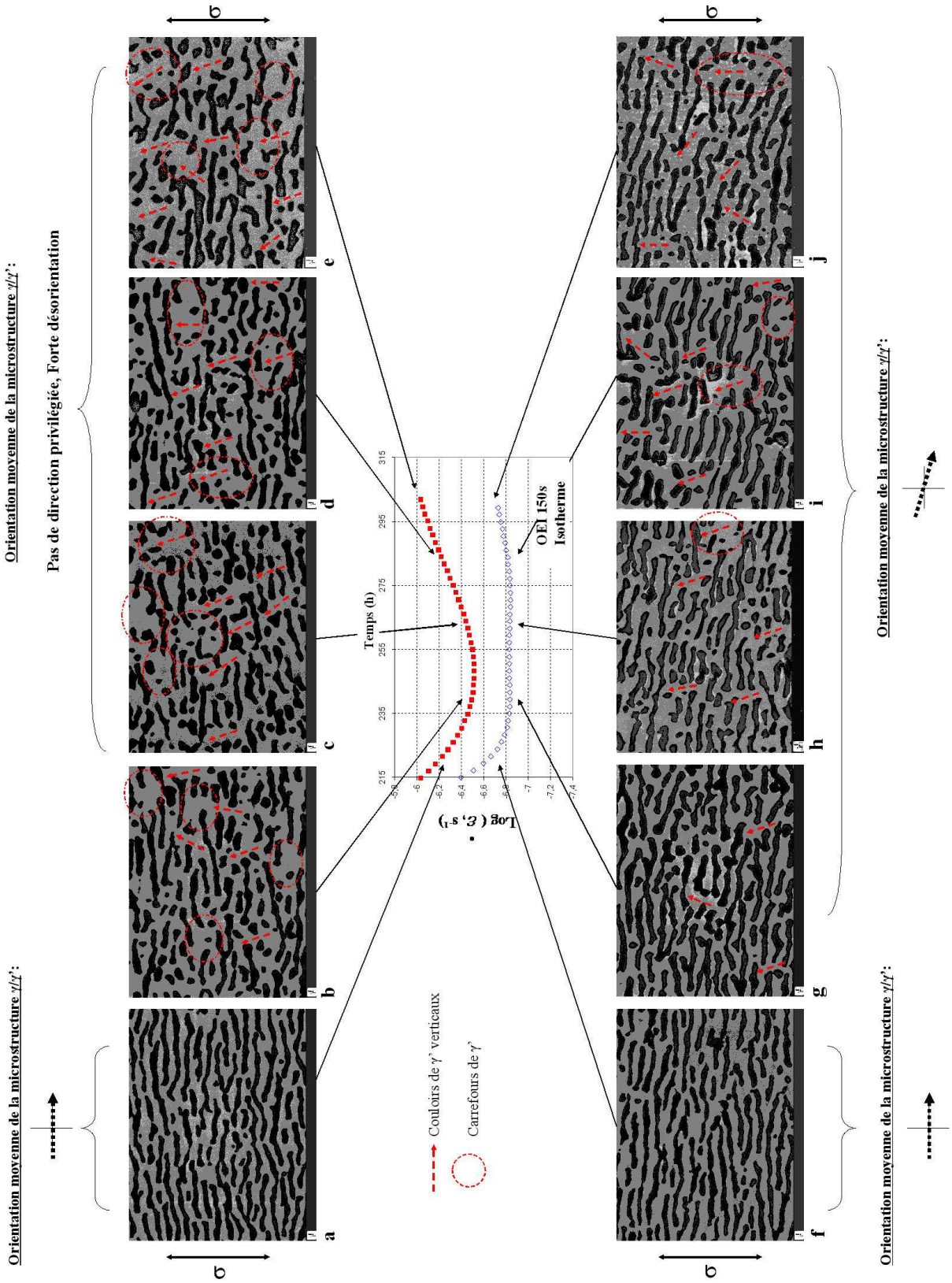


Figure V-17: : Evolution de la microstructure γ/γ' en fluage résiduel après 200h de préfluage (γ' clair)
◆ 200h à 1050°C/140MPa (banc FR) + Pas d'OEI + Résiduel à 1050°C / 140 MPa (banc FL)
■ 200h à 1050°C/140MPa (banc FR) + OEI 150s + Résiduel à 1050°C / 140 MPa (banc FL)

d. Conclusions

Lors des essais OEI à 1200°C / 145 MPa, la fraction de phase γ' est réduite (Tableau V-6). Ce phénomène résulte de la dissolution de la phase γ' conduisant à un amincissement des précipités de γ' au profit d'un élargissement des couloirs de matrice. Par ailleurs, lors de l'OEI, l'élargissement des couloirs de matrice est amplifié par la déformation de ceux-ci, ce qui contribue à accentuer la baisse de la fraction de γ'. Logiquement, la dissolution est d'autant plus importante que la durée d'OEI est longue (Tableau V-6).

	t_{OEI} = 30s	t_{OEI} = 150s
Microstructure initiale		ΔFs γ' = - 13.4 %
Microstructure après $t_{pré}$ = 100h	ΔFs γ' = - 5 %	ΔFs γ' = - 10 %
Microstructure après $t_{pré}$ = 200h	ΔFs γ' = - 5.5 %	

Tableau V-6: Réduction moyenne de la fraction de phase γ' lors d'un OEI

La comparaison de l'évolution des microstructures γ/γ' de fluage d'un échantillon ayant subi un OEI avec celles d'un échantillon sollicité en condition isotherme montre que c'est essentiellement le comportement des zones interdendritiques qui diffère entre les deux conditions d'essai. Il semble que les couloirs de matrice de ces zones soient plus sensibles à la déformation aussi bien lors de la phase d'OEI que lors du fluage à 1050°C / 140 MPa. Dans les zones interdendritiques, après un OEI, la désorganisation de la microstructure γ/γ' (désorientation, épaississement, inversion topologique…) se fait plus vite qu'en condition isotherme. Ce sont donc les interdendrites (les zones de dureté la moins élevée et les zones de misfit initial le plus faible, Chapitre II) qui semblent gouverner le déclenchement du tertiaire et la déformation macroscopique des éprouvettes.

V.3. Discussion

Nous allons tenter dans cette partie de faire le lien entre le comportement macroscopique et les évolutions microstructurales du MCNG constatées lors d'une surchauffe OEI ou lors du fluage résiduel qui suit. En fluage isotherme (Cf. Chapitre IV), il a été constaté que les effets couplés des évolutions de la microstructure γ/γ' et des structures de dislocations gouvernaient le comportement du MCNG. Les modifications apportées par un OEI sur ces paramètres vont être discutées.

Nous allons tout d'abord considérer le stade primaire de fluage qui apparaît après l'OEI à chaque reprise du fluage résiduel à 1050°C / 140 MPa. Il est rappelé que l'importance de ce stade primaire, en terme de déformation cumulée, croît avec la durée d'OEI.

Il est coutume d'attribuer la fin du stade primaire de fluage pour les superalliages monocristallins sollicités à haute température et faible contrainte à la mise en radeaux complète de la phase γ' [11-15] (Chapitre IV). Ce raisonnement ne s'applique pas au primaire post-OEI qui est observé lors des fluages résiduels des essais anisothermes. En effet, un nouveau primaire est systématiquement obtenu après chaque OEI, que celui-ci ait été réalisé sur une microstructure en cubes ($t_{pré}$ < 100 heures, Cf. Chapitre IV) ou déjà en radeaux ($t_{pré}$ > 100 heures).

Pour expliquer le primaire post-OEI, il faut avoir à l'idée qu'un stade primaire de déformation en fluage correspond à une diminution de la vitesse de déformation jusqu'à une vitesse minimale qui marque le début du stade secondaire.

Dans le cadre des essais de fluage anisotherme, après la surchauffe OEI, les couloirs de matrice sont plus larges qu'à la fin du préfluage du fait de la dissolution (Tableau V-3 et Tableau V-5). Toutefois, lors de l'hypertrempe depuis 1200°C, les éléments γ'-gènes mis en solution à 1200°C dans la matrice (sursaturée) vont reprécipiter sous forme de γ' ultrafins (Figure V-16). En sollicitant de nouveau le matériau en fluage à 1050°C lors du fluage résiduel, une partie de ces fines particules est remise en solution pour assurer un taux de γ' correspondant à l'équilibre thermodynamique à cette température. Les précipités hyperfins restants grossissent et recoalescent aux radeaux originels (non dissous pendant l'OEI) pour régénérer la microstructure établie avant la surchauffe. Cette recoalescence, qui s'opère lors des premières heures du fluage résiduel, induit un rétrécissement progressif des couloirs de matrice et donc une diminution de la contrainte d'Orowan (Eq-V.1) et de la densité de dislocations mobiles qui peut circuler dans les couloirs de matrice après l'OEI (d'après la relation d'Orowan $\dot{\varepsilon} = \rho_m b v$).

$$\sigma_{or} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu \times b}{L_\gamma} \qquad \textbf{Eq-V.1}$$

où μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et L_γ la largeur de couloirs de matrice)

Ces processus conduisent à un ralentissement de la vitesse de déformation qui caractérise le nouveau régime primaire post-OEI.

La dissolution de la phase γ' plus importante après 150 secondes d'OEI corrobore le fait que l'on observe un stade primaire résiduel de plus grande amplitude après un OEI 150 secondes qu'après un OEI 30 secondes, puisqu'une dissolution plus importante lors d'un OEI plus long autorise une plus grande déformation du matériau lors du phénomène de régénération de la fraction de γ' à 1050°C.

Les arguments qui viennent d'être avancés pour expliquer l'apparition et les caractéristiques du stade primaire de fluage lors de la phase de fluage résiduel d'un essai anisotherme sur MCNG confirment les mécanismes qui avaient été proposés lors des travaux menés sur les surchauffes OEI appliquées au MC2 [2, 16, 17].

Concernant les essais pour lesquels la surchauffe OEI intervient sur une microstructure en radeaux ($t_{pré}$ > 100 heures), malgré la recoalescence qui se produit lors du primaire résiduel, les observations des microstructures quelques dizaines d'heures après la reprise du fluage à 1050°C / 140 MPa révèlent qu'on ne retrouve pas la largeur des couloirs telle qu'elle était à la fin du préfluage. Cet incrément de largeur des couloirs de matrice favorise les écoulements plastiques [18, 19], et explique que la vitesse de déformation du matériau soit accélérée après un OEI et que, par suite, la microstructure commence à se déstabiliser.

Outre l'élargissement des couloirs de matrice du fait de la dissolution, l'étude des surchauffes OEI sur MC2 [2] a montré que la densité de dislocations aux interfaces γ/γ' diminuait lors de la surchauffe (processus de restauration dynamique). Ce phénomène, couplé à l'élargissement des couloirs de γ, participe au cisaillement important des radeaux γ' dans les premiers temps du fluage résiduel [12, 20-23]. Comme évoqué au chapitre IV, le cisaillement des γ' crée des défauts à la surface de ceux-ci qui sont des sites privilégiés pour l'épaississement de la phase γ' et l'amorçage de sa déstabilisation [22, 24, 25]. La recoalescence de la précipitation γ' ultrafine va notamment pouvoir se faire de façon privilégiée au niveau de ces défauts et contribuer au développement de branchements entre les γ' et accroître la désorganisation de la structure en radeaux. Enfin, du fait de la température très élevée, la surchauffe OEI favorise la migration des éléments γ'-formeurs (mis en solution lors de la dissolution) via les dislocations des réseaux d'interface. Elle va donc renforcer le mécanisme d'inversion topologique décrit par Epishin et al. [24] (Figure 31, chapitre IV).

En définitive, l'épaississement de la phase γ', les branchements entre les particules de γ' et donc l'inversion topologique entre γ et γ' sont favorisés lorsqu'un OEI intervient sur le matériau. Tous ces phénomènes favorisent la déstabilisation de la structure γ/γ' (comme observée à la Figure V-17). La déstabilisation de la structure γ/γ' étant étroitement liée au déclenchement du stade tertiaire [18, 22, 25-28] qui conduit à la rupture, un OEI, en accentuant les mécanismes de la déstabilisation, conduit donc inévitablement à l'abattement de la durée de vie du MCNG en régime anisotherme. Par ailleurs, plus la durée d'OEI sera longue plus la déstabilisation de la microstructure sera favorisée et plus l'abattement de la durée de vie sera important.

Le pic de durée de vie résiduelle observée sur la Figure V-13 autour de 100 heures de préfluage est lié au fait que la surchauffe OEI intervient sur une microstructure en radeaux régulière. Cet état microstructural est le moins enclin à être déstabilisé par un OEI.

Au-delà de 100 heures de préfluage, avec l'augmentation de la durée de préfluage, la surchauffe OEI intervient sur une microstructure en radeaux de plus en plus dégradée. Les effets induits par un OEI ont un impact d'autant plus grand que la microstructure sur laquelle ils sont réalisés est dégradée. Ceci

explique que pour $t_{pré}$> 100 heures, la durée de vie résiduelle décroît avec le temps de préfluage (Figure V-12).

Lorsque l'OEI intervient sur un matériau non complètement mis en radeaux ($t_{pré}$ < 100 heures), la dissolution des cubes de γ' ne procède pas suivant un amincissement homogène du contour de tous les précipités [4, 5]. La répartition des tailles de cubes de γ' est donc très inhomogène après l'OEI. Cette inhomogénéité de taille est accentuée par le fait que les précipités cubiques les plus petits sont plus dissous que les gros (Cf. Chapitre III). La régularité des radeaux étant directement liée à la structure en cubes initiale [22, 29], la structure en radeaux qui se forme lors du fluage résiduel post-OEI doit être plus irrégulière que celle qui se forme lors d'un essai isotherme. La microstructure en radeaux plus irrégulière est plus sensible à l'épaississement et à la déstabilisation (les irrégularités des interfaces γ/γ' favorisant l'empilement de dislocations et le cisaillement) [22]. De ce fait, par rapport à la condition isotherme, la microstructure γ/γ' de l'essai qui a subi un OEI se déstabilise vraisemblablement plus vite, le déclenchement du stade tertiaire se fait plus tôt [18, 22, 25-28] ce qui contribue à expliquer l'abattement de durée de vie observé pour les essais de fluage anisotherme avec $t_{pré}$ < 100 heures.

De plus, les phénomènes de dissolution-repécipitation, qui se produisent entre l'hypertrempe depuis 1200°C et le retour en fluage résiduel à 1050°C, laissent entre les cubes de γ' à la fois des éléments γ'-formeurs et une reprécipitation γ' ultrafine (Figure V-16). D'autre part, la surchauffe introduit un surplus de plasticité aux interfaces γ/γ' (Figure V-15) ainsi que dans les couloirs de matrice γ par rapport à la condition de fluage à 1050°C / 140 MPa. Lors du fluage post-OEI à 1050°C / 140 MPa, il est probable que la fine reprécipitation γ' entre les cubes, aidée par la plasticité développé lors de l'OEI [30-32], ainsi que la diffusion des éléments γ'-formeurs au travers des dislocations, contribuent à l'accélération de la mise en radeaux par rapport à la condition isotherme. Cette hypothèse d'une mise en radeaux accélérée après qu'un OEI ait été réalisé (pour $t_{pré}$ < 100h) semble être appuyée par les courbes de fluage de la Figure V-7 sur lesquelles on constate que la fin du stade primaire (qui marque la fin de la mise en radeaux) intervient plus tard pour l'essai de fluage isotherme de référence que pour l'essai d'OEI initial. Par la suite, la déstabilisation de la microstructure se produisant très rapidement après la mise en radeaux dans le MCNG (Cf. Chapitre IV), la déstabilisation devrait s'initier plus tôt lors de l'essai anisotherme et conduire à l'abattement de la durée de vie par rapport à la condition isotherme.

L'augmentation de la durée de vie résiduelle post-OEI avec le temps de préfluage pour $t_{pré}$ < 100 heures (Figure V-12) peut être reliée au fait qu'avec l'augmentation du temps de préfluage, le matériau se rapproche de la microstructure en radeaux régulière la moins sensible aux effets de l'OEI (Figure V-13).

De plus, on a pu voir au chapitre III que la cinétique de dissolution des précipités les plus gros était moins élevée. Cette observation est confirmée au Tableau V-6 de ce chapitre où l'on peut constater que la microstructure en cubes est plus dissoute que celle en radeaux au cours d'un OEI. Peut-être qu'au fur

et à mesure que le matériau se rapproche d'une mise en radeaux complète, et que donc les particules de γ' grossissent, il devient moins sensible à la dissolution. L'adoucissement du MCNG induit par un OEI serait de moins en moins important en s'approchant de la mise en radeaux complète et donc la durée de vie résiduelle serait accrue pour un temps de préfluage qui approche la fin de la mise en radeaux.

Les arguments qui viennent d'être avancés pour expliquer l'abattement de la durée de vie et la relation entre la durée de préfluage et la durée de vie résiduelle (Figure V-12) pour les essais de fluage anisotherme réalisés pour $t_{pré} < 100h$ doivent être corroborés par une analyse microstructurale que nous n'avons pas pu mener lors de ces travaux de thèse. Il s'agirait, par exemple, de réaliser des essais de fluage résiduels interrompus après un OEI réalisé à $t_{pré} = 0h$ pour constater si la mise en radeaux se fait effectivement plus rapidement que dans le cas d'un essai isotherme et si la déstabilisation de la microstructure intervient également plus tôt et/ou plus rapidement.

V.4. Synthèse

L'effet d'une surchauffe de quelques secondes à 1200°C / 145 MPa sur les propriétés en fluage à 1050°C / 140 MPa a été étudié afin de simuler les régimes OEI rencontrés en service sur les turbomoteurs des hélicoptère bi-turbine. Il a été constaté que :

- Lorsque le matériau subit un OEI, la durée de vie totale de l'essai anisotherme est diminuée (voire égale) par rapport à la référence en isotherme. L'impact d'un OEI sur la durée de vie du MCNG est le moins marqué lorsque le matériau a été préflué autour de 100 heures.

- Lors de la phase de surchauffe OEI, le MCNG subit peu de déformation. En revanche, le comportement en fluage est modifié durant la vie résiduelle qui suit l'OEI : un nouveau stade primaire est systématiquement observé, la vitesse de fluage est accélérée par rapport au préfluage (ou à l'état de référence isotherme). Cette accélération de la vitesse de déformation conduit à un déclenchement du régime tertiaire précoce, qui, de plus, cumule plus rapidement la déformation que le régime tertiaire isotherme. Le déclenchement prématuré d'un régime tertiaire plus sévère que dans la condition isotherme est à l'origine de l'abattement de la durée de vie du MCNG lorsqu'un OEI est intervenu.

- Le comportement en fluage résiduel dépend de la durée d'OEI : plus celle-ci est longue, plus l'amplitude du primaire résiduel est importante, plus la vitesse minimale de déformation est élevée et plus la durée de vie résiduelle est réduite.

Des essais interrompus ont permis de caractériser la microstructure γ/γ' du matériau durant le fluage anisotherme:

- Durant l'OEI, la fraction de phase γ' diminue du fait de la dissolution rapide du γ' et de l'élargissement des couloirs de γ. L'élargissement des couloirs de matrice résulte à la fois de la dissolution du γ' et de la déformation.

- Lors du retour en fluage à 1050°C après l'OEI, les couloirs de matrice tendent à retrouver leur largeur d'avant surchauffe du fait de la recoalescence de la fine reprécipitation γ' qui s'était formée lors du refroidissement après l'OEI. Cette régénération de la microstructure est à l'origine du fluage primaire post-OEI. Le fluage primaire résiduel sera d'autant plus long que la dissolution aura été importante (OEI long).

- Malgré tout, la largeur des couloirs telle qu'elle était avant la surchauffe n'est pas exactement retrouvée lors du fluage résiduel, ce qui amène à l'accélération de la vitesse de fluage en résiduel par rapport au préfluage.

- De manière générale, un OEI accélère les processus de déstabilisation de la microstructure γ/γ' (désorientation des interfaces γ/γ', épaississement du γ', inversion topologique entre γ et γ', cisaillement du γ'), ce qui conduit au déclenchement plus rapide du stade de fluage tertiaire par rapport au matériau flué sans avoir subi d'OEI. Les effets d'un OEI sont d'autant moins marqués qu'il intervient sur une microstructure en radeaux régulière, qui n'est présente dans le MCNG qu'autour de 100 heures de fluage à 1050°C / 140 MPa.

Bibliographie du Chapitre V

1. Cormier, J., et al., *Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy.* Advanced Engineering Materials, 2008. 10(1-2): p. 56-61.
2. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
3. Legros, M., et al., *Giant diffusivity along dislocations cores.* Science, 2008. 319(5870): p. 1646-1649.
4. Grosdidier, T., A. Hazotte, and A. Simon, *On the dissolution mechanisms of the γ' precipitates in nickel-based superalloys.* Scripta Materialia, 1994. 30(10): p. 1257-1262.
5. Grosdidier, T., A. Hazotte, and A. Simon, *Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys.* Materials science and Engineering, 1998. A256: p. 183-196.
6. Cormier, J., X. Milhet, and J. Mendez, *Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy.* Journal of Material Science, 2007. 42: p. 7780-7786.
7. Erickson, G.L., *The development and application of CMSX-10.* Superalloys 1996, ed. par R.D. Kissinger et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 1996.
8. Duval, S.e.a., *Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2.* Acta Metallurgica et Materialia, 1994. 42(1): p. 185-194.
9. Kakehi, K., *Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a Ni-based superalloy.* Metallurgical and Materials Transactions A, 1999. 30: p. 1249-1259.
10. Mao, J.e.a., *Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT.* Materials Science and engineering, 2002. A332: p. 318-329.
11. Pollock, T.M. and S. Argon, *Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates.* Acta Metallurgica Materialia, 1994. 42(6): p. 1859-1874.
12. Zhang, J.X., et al., *The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep.* Acta Materialia, 2005. 53: p. 4623-4633.
13. Reed, R.C., et al., *Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: Effects of rafting at high temperature.* Acta Materialia, 1999. 42(12): p. 3367-3381.
14. Louchet, F. and A. Hazotte, *A model for low stress cross-diffusional creep and directional coarsening of superalloys.* Scripta Materialia, 1997. 37(5): p. 589-597.
15. Reed, R.C., d.c. Cox, and c.m.f. Rae, *Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150°C.* Materials Science and Engineering, 2007. A 448: p. 88-96.
16. Cormier, J., X. Milhet, and J. Mendez, *Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2.* Acta Materialia, 2007. 55: p. 6250-6259.
17. Cormier, J., et al., *Non-isothermal creep behavior of a second generation Ni-based single crystal superalloy: experimental characterisation and modeling.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA,USA, 2008.
18. Caron, P., F. Diologent, and C. Ramusat, *Relationship between morphological evolution of the γ/γ' microstructure and creep behaviour of ni-based single crystal superalloys.* TMS letters, 2006. 3(2): p. 47-48.
19. Peng, Z., et al., *Change of phase morphologies during creep of CMSX-4 at 1253K.* Scripta Materialia, 1996. 34(2): p. 221-226.
20. Zhang, J.X., et al., *Dependence of creep strengh on the dislocations in a fourth generation SC superalloy TMS-138.* Scripta Materialia, 2003. 48: p. 287-293.
21. Zhang, J.X., et al., *Interfacial dislocation networks strengthening a fourth generation single-crytal TMS-138 superalloy.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2002. 33A.
22. Nathal, M.V. and R.A. Mackay, *The stability of lamellar γ–γ' structures.* Materials Science and Engineering, 1987. 85: p. 127-138.

23. Nathal, M.V., R.A. Mackay, and R.G. Garlick, *Temperature dependence of γ–γ′ lattice mismatch in nickel-base superalloys.* Materials Science and Engineering, 1985. 75: p. 195-205.
24. Epishin, A., et al., *Kinetics of the topological inversion of the γ/γ′ microstructure during creep of a nickel-based superalloy.* Acta Materialia, 2001. 49: p. 4017-4023.
25. Epishin, A., et al., *Evolution of the γ/γ′ microstructure creep of a nickel-base superalloy.* Acta Materialia, 2000. 48: p. 4169-4177.
26. Caron, P., *High γ′ solvus new generation Ni based superalloys for single crystal turbine blade applications.* Superalloys 2000, ed. par T.M. Pollock et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2000: p. 737-746.
27. Caron, P., *Influence of the γ′ fraction on the γ/γ′ topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA, USA, 2008: p. 159-167.
28. Caron, P., et al., *Creep behaviour at 1050°C of Re-containing single crystal superalloy.* Proceedings of International Symposium on Materials ageing and Life Management (ISOMALM 2000), (Eds.) Baldev Raj, K. Bhanu Sankara Rao, T. Jayakumar, and R.K. Dayal, Allied Publishers Ltd., Chennai, India, 2000: p. 148 (Kalpakkam, Inde, 3-6 octobre 2000).
29. Caron, P. and T. Khan, *Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment.* Materials Science and Engineering, 1983. 61: p. 173-184.
30. Véron, M. and P. Bastie, *Strain induced directional coarsening in nickel based superalloys: investigation on kinetics using the small angle neutron scaterring (SANS) technique.* Acta Materialia, 1997. 45(8): p. 3277-3282.
31. Véron, M., Y. Brechet, and F. Louchet, *Directional coarsening of Ni-based superalloys: computer simulation at the mesoscopic level.* Acta Materialia, 1996. 44(9): p. 3633-3641.
32. Véron, M., Y. Bréchet, and F. Louchet, *Strain induced directional coarsening in Ni based superalloys.* Scripta Materialia, 1996. 34(12): p. 1883-1886.

Chapitre VI

Modélisation du comportement en fluage isotherme et anisotherme

VI.1. Essais de traction 186

VI.2. Modélisation du fluage isotherme à 1050°C 187

VI.2.1. Loi de type Norton 187
a. Identification des paramètres n et K 190
b. Identification des paramètres r et A 191
c. Résultats 192

VI.2.2. Loi de comportement viscoplastique de type Chaboche couplée à l'endommagement 193
a. Présentation des équations du modèle 194
b. Identification des constantes du modèle 196
c. Résultats 198

VI.3. Modélisation du fluage anisotherme 201

VI.3.1. Modifications introduites par un OEI 201
a. Motivations du modèle 201
b. Modifications des équations du modèle 202

VI.3.2. Résultats de la modélisation anisotherme 204

VI.3.3. Commentaires sur les résultats du modèle anisotherme 207
a. Primaire résiduel 207
b. Prise en compte de la déstabilisation 207

VI.4. Conclusions 210

Bibliographie du Chapitre VI 212

Les chapitres IV et V ont permis de relier le comportement en fluage isotherme ou anisotherme du MCNG aux évolutions de la microstructure γ/γ'. En particulier, en fluage isotherme, le long stade tertiaire de déformation a été relié à la déstabilisation de la microstructure en radeaux : la désorientation des interfaces γ/γ' des radeaux favorise leur cisaillement, leur épaississement et l'inversion topologique. En fluage anisotherme, les mécanismes microstructuraux du nouveau stade primaire observé lors du fluage résiduel ont été expliqués et l'abattement de la durée de vie par rapport à la condition isotherme a été relié au déclenchement précoce du tertiaire du fait de la déstabilisation accélérée de la microstructure en radeaux après l'OEI.

Ce chapitre présente la modélisation du comportement mécanique du MCNG dans les conditions de fluage isotherme et anisotherme présentées aux chapitres IV et V. Cette modélisation s'efforce de traduire les évolutions microstructurales qui nous ont paru contrôler le comportement en fluage du matériau.

Des essais de traction, menés à 1050°C et 1200°C pour différentes vitesses de déformation, ont permis d'appréhender le caractère viscoplastique du MCNG et d'identifier les constantes d'une loi de comportement viscoplastique de type Chaboche qui a servi à la modélisation du fluage en régime isotherme. Cette loi a été couplée à un endommagement de type Rabotnov ainsi qu'à un dommage lié à la prise en compte de la déstabilisation de la microstructure en radeaux observée au cours du fluage à 1050°C du MCNG. Le modèle isotherme est ensuite modifié pour rendre compte des effets d'une surchauffe OEI sur l'endommagement du matériau et le comportement lors des essais anisothermes.

VI.1. Essais de traction

Nous avons réalisé des essais de traction monotone sur MCNG pour différents niveaux de température (1050°C et 1200°C) et différentes vitesses de déformation (10^{-3}, 10^{-4} et 10^{-5} s^{-1}). Le détail de ces essais est présenté dans l'Annexe 3.

Dans ce paragraphe, on se limite à présenter les courbes des essais de traction à 1050°C (Figure VI-1). Ces courbes représentent la contrainte conventionnelle (force/surface initiale) en fonction de la déformation conventionnelle (allongement de la partie utile/longueur utile initiale). Le Tableau VI-1 présente les caractéristiques de chacune des courbes d'essai.

Ces courbes de traction ont surtout permis l'identification des constantes d'une loi viscoplastique de type Chaboche, qui permet de modéliser le comportement en fluage du matériau au § VI.2.2.

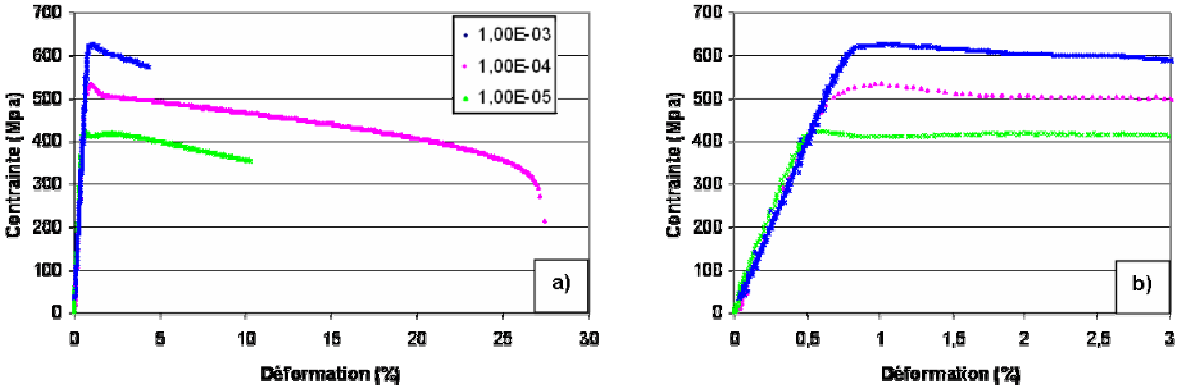


Figure VI-1: Courbes de traction du MCNG à 1050°C
a) Courbes complètes, b) Zoom sur les 3 premiers % de déformation

T (°C)	Vitesse (s^{-1})	E (GPa)	R_M (MPa)	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	A (%) (courbes)
1050	10^{-3}	83	627	620	
	10^{-4}	83	533	522	27
	10^{-5}	83	426	419	10

Tableau VI-1: Caractéristiques des courbes de traction
(E est le module d'Young, RM la contrainte d'écoulement maximale, σ0.2% la limite d'élasticité à 0.2% de déformation, A est la déformation à rupture)

VI.2. Modélisation du fluage isotherme à 1050°C

VI.2.1. Loi de type Norton

Il est courant de modéliser le comportement en fluage des superalliages par un modèle d'endommagement de type Katchanov (Eq. VI-6), couplé à une loi d'écoulement de type Norton (Eq. VI-1).

Les travaux sur la modélisation de la viscoplasticité des matériaux, et en particulier des alliages métalliques, ont débuté dès 1929 avec ceux de Norton [1] qui a proposé la première loi de viscoplasticité reliant la vitesse de fluage stationnaire et la contrainte σ imposée (Eq. VI-1). Dans Eq. VI-1, n et K sont des paramètres dépendant du matériau. La loi de Norton modélise plutôt le stade de fluage secondaire.

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^n \qquad \textbf{Eq. VI-1}$$

Pour décrire le stade de fluage tertiaire de manière correcte, il est indispensable de tenir compte de l'endommagement du matériau au cours de l'essai à modéliser.

L'approche par endommagement continu décrit l'évolution du dommage entre l'état vierge du matériau et l'amorçage de fissures macroscopiques. Il convient donc de définir ce que l'on entend par dommage.

Suivant le matériau, le type de sollicitation et les mécanismes microstructuraux identifiés, le dommage peut être de différents types. Plusieurs mécanismes d'endommagement ont notamment été proposés par Dyson et McLean [2], allant de l'endommagement plastique-ductile à l'endommagement de fluage, en passant par l'endommagement de fatigue, celui d'oxydation ou de corrosion. Suivant les cas, le dommage correspond à la croissance de fissures à partir de cavités, à la densité de pores, à la décohésion aux joints de grains…

Concernant l'état vierge, il est défini comme un état sans défauts. Cependant, lors de leur élaboration, la plupart des matériaux présentent déjà des défauts pouvant constituer des sources d'endommagement. Plutôt que de parler d'état vierge, on préférera parler d'état initial (moment à partir duquel il y a application de la sollicitation), auquel on associera un dommage D_0, nul ou non, suivant la nature des défauts initialement présents (endommageants ou pas).

Afin de définir la variable d'endommagement, un élément de volume de taille suffisante est considéré pour qu'il soit représentatif des hétérogénéités présentes dans le matériau. La définition de la variable d'endommagement D_n, suivant une face de normale $\vec{n}$ est définie comme suit :

$$D_n = \frac{S_d}{S_0} \qquad \textbf{Eq. VI-2}$$

S_d représente la surface des défauts et S_0 la surface totale de la face de l'élément de volume orienté par $\vec{n}$. Une valeur de D_n nulle est obtenue pour un matériau vierge de tout défaut alors qu'une valeur de 1 caractérise l'état rompu. En pratique, la rupture se produit pour des valeurs de dommage inférieures à 1 (de 0,8 à 0,9).

La notion de la variable d'endommagement s'accompagne aussi de la notion de contrainte effective. En effet, on définit la contrainte effective σ_{eff} comme étant la contrainte résultant de l'application de l'effort F sur la surface endommagée S_0-S_d (Eq. VI-3):

$$\sigma_{eff} = \frac{F}{(S_0 - S_d)} = \frac{F}{S_0(1-\frac{S_d}{S_0})} = \frac{F}{S_0(1-D)} \qquad \textbf{Eq. VI-3}$$

En posant $\sigma_0 = \frac{F}{S_0}$ la contrainte usuelle satisfaisant aux équations d'équilibre, on obtient :

$$\sigma_{eff} = \frac{\sigma_0}{(1-D)} \qquad \textbf{Eq. VI-4}$$

On peut alors coupler l'endommagement à la loi de comportement de Norton :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\sigma_{eff}}{K}\right)^n \text{, avec } \sigma_{eff} = \frac{\sigma_0}{1-D} \qquad \textbf{Eq. VI-5}$$

Il s'agit donc désormais d'établir des lois d'évolution du dommage D qui permettent de rendre compte du comportement du matériau sur la totalité d'un essai de fluage.

La modélisation de la détérioration progressive du matériau (sur la base d'observations expérimentales) est apparue pour la première fois avec les travaux de Katchanov [3] en 1958. Cet auteur a proposé de modéliser l'évolution de l'endommagement viscoplastique D comme présenté à Eq. VI-6, où A_0 et r sont deux coefficients caractéristiques du matériau, r pouvant dépendre de la température.

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma_0}{A_0(1-D)}\right)^r \qquad \textbf{Eq. VI-6}$$

Rabotnov améliora cette loi en y introduisant un nouveau coefficient k traduisant la plus grande influence de l'endommagement sur la vitesse d'endommagement comparativement à celle induite par le chargement mécanique. L'exposant k dépend en principe de la contrainte mais on le suppose constant à une température donnée et l'on prend r = k (hypothèse de Katchanov).

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma_0}{A}\right)^r (1-D)^{-k} \qquad \textbf{Eq. VI-7}$$

L'intégration des équations différentielles couplées conduit aux relations suivantes :

$$D(t) = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{1}{k+1}} \text{, avec le temps à rupture } t_r = \frac{1}{k+1}\left(\frac{\sigma_0}{A}\right)^{-r} \qquad \textbf{Eq. VI-8}$$

$$\varepsilon_p(t) = \varepsilon_0 + \frac{1}{n-k-1} \times \frac{\sigma^{n-k}}{K^n} \times A^k \left[\left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{k+1-n}{k+1}} - \left(1 - \frac{t}{t_0}\right)^{\frac{k+1-n}{k+1}} \right] \qquad \textbf{Eq. VI-9}$$

$\varepsilon_p(t)$ est l'expression de la déformation viscoplastique en fonction du temps qui permet de reconstruire une courbe de fluage. Cette loi ne tient pas compte du fluage primaire, c'est pour cela que les paramètres ε_0 et t_0 sont ajoutés pour simuler la déformation et le temps correspondant à l'initiation du secondaire. Cependant, dans la condition 1050°C / 140 MPa, le MCNG ne présente pas de primaire (ou un primaire très faible), on choisira donc ε_0 et t_0 nuls.

Les constantes n, K, A et r sont identifiées grâce aux caractéristiques des courbes de fluage à 1050°C sous différentes contraintes (140, 200 et 230 MPa) (Chapitre IV).

a. Identification des paramètres n et K

Le fluage secondaire se manifeste par une accumulation constante de la déformation au cours du temps, d'autant plus rapide que la contrainte et la température sont élevées. La loi de Norton tient compte de l'effet simultané de ces deux paramètres (Eq. VI-5). Elle fait intervenir deux paramètres n et K, caractéristiques du matériau et de la température. Ils se déduisent des essais expérimentaux en prenant le logarithme de la loi (Eq. VI-5). Le paramètre n représente alors la pente du graphe vitesse – contrainte et $K = 10^{-\frac{ordonnée.à.origine}{N}}$ (Figure VI-2).

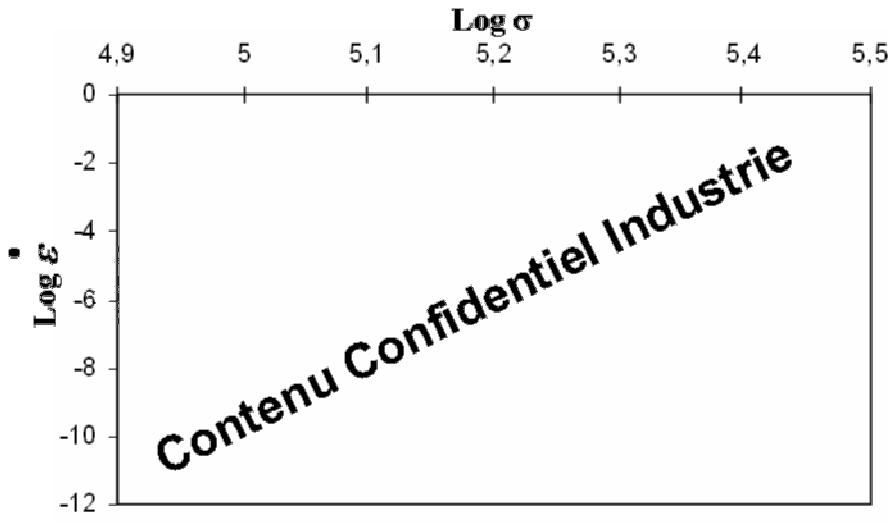


Figure VI-2: Identification de n et K

On trouve n = *!*[*] et K = *!*.

b. Identification des paramètres r et A

Le paramètre r peut être identifié à partir de l'expression du temps à rupture du modèle de Katchanov (Eq. VI-8) en traçant les points d'essai à 1050°C dans un diagramme bilogarithmique contrainte – durée de vie (Figure VI-3). D'après le modèle, ces points sont alignés suivant une droite de pente -1/r. Le paramètre A s'obtient à partir de la relation $A = (r+1)^{-\frac{1}{r}}$.

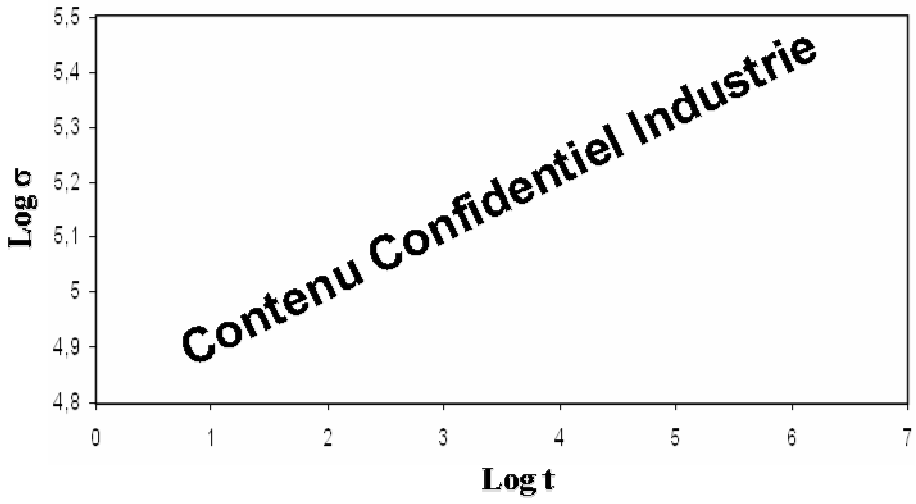


Figure VI-3: Identification de r et A

D'après la régression linéaire présentée sur la Figure VI-3, on trouve r = *!* et A = *!*.

[*] *! = Contenu Confidentiel Industrie*

c. Résultats

L'utilisation de l'équation Eq. VI-9 avec les paramètres identifiés ci-avant donne les résultats suivants (Figure VI-4 à Figure VI-6) :

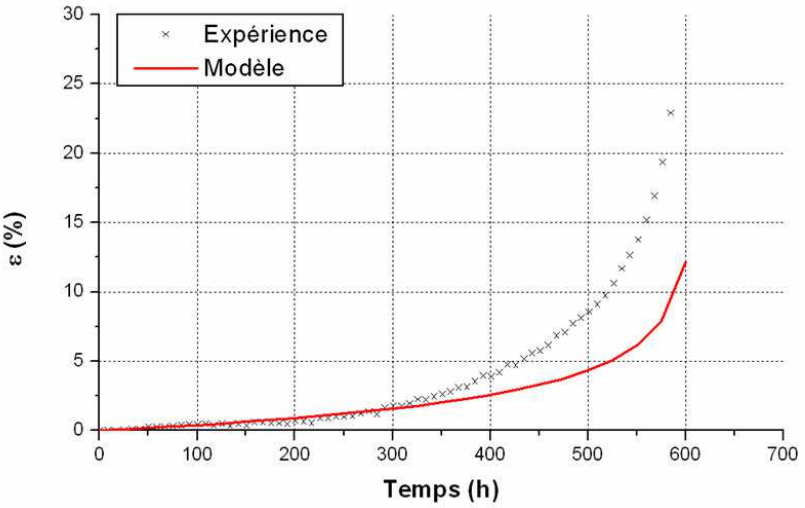


Figure VI-4: Modélisation de l'essai de fluage 1050°C / 140 MPa

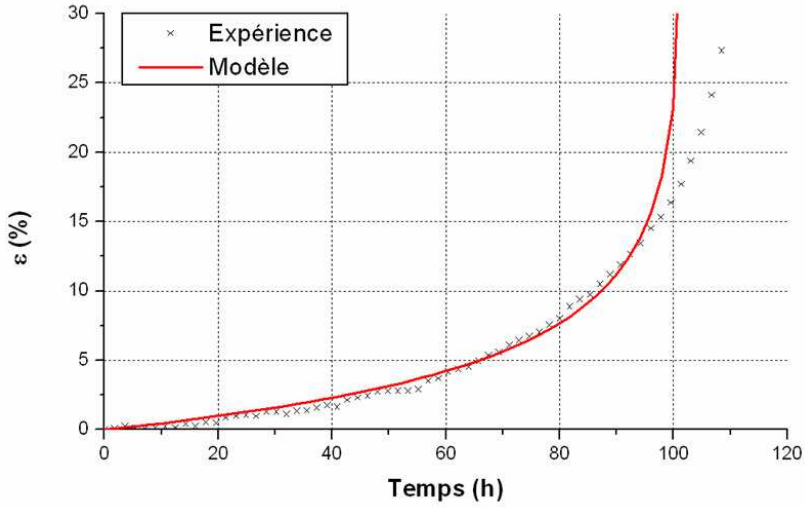


Figure VI-5: Modélisation de l'essai de fluage 1050°C / 200 MPa

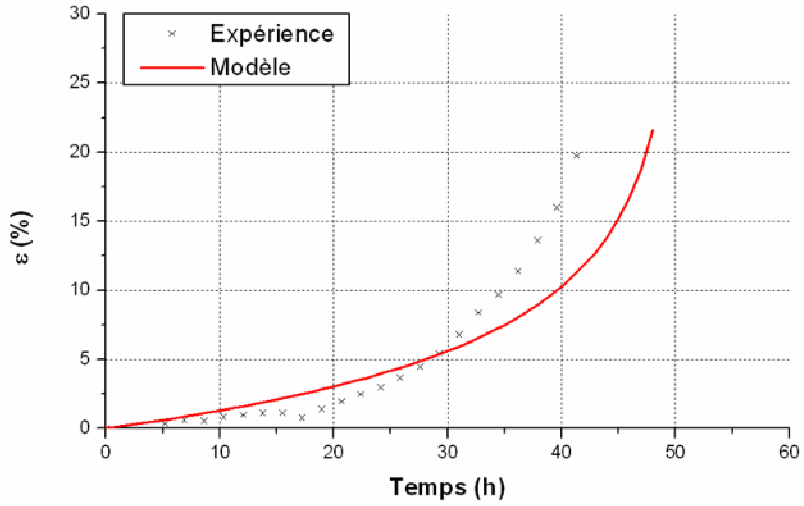


Figure VI-6: Modélisation de l'essai de fluage 1050°C / 230 MPa

Si l'intégration des équations de Norton et Katchanov ainsi que l'identification des constantes de ces lois sont assez simples, le modèle ne décrit pas parfaitement le comportement du MCNG. L'imprécision entre le modèle et les courbes expérimentales réside plus dans la description du tertiaire que dans la description du comportement en fluage secondaire. La description de l'endommagement par le biais de la réduction de la surface porteuse de l'effort dans la loi de Katachanov n'est pas suffisante pour décrire le fluage tertiaire du MCNG. D'autre part, en raison de la forme de la loi de comportement (Eq. VI-5), le fluage primaire n'est pas du tout décrit : la simple loi de Norton ne permet pas de rendre compte de l'évolution des contraintes internes du matériau au cours du stade primaire de fluage et donc de l'évolution de l'écrouissage [4, 5]. Cette loi ne pourra donc pas être utilisée pour la modélisation du comportement en fluage anisotherme au cours duquel un nouveau primaire apparaît systématiquement après une surchauffe OEI (Cf. Chapitre V).

VI.2.2. Loi de comportement viscoplastique de type Chaboche couplée à l'endommagement

Afin de combler les lacunes de la modélisation qui viennent d'être mises en avant au paragraphe précédent, une modélisation basée sur la prise en compte des contraintes internes a été adoptée. Une loi viscoplastique de type Chaboche a donc été retenue. Une telle modélisation avait déjà été utilisée pour décrire le comportement du superalliage MC2 [6, 7] et s'était avérée pertinente.

Dans le cadre de la modélisation du fluage du MC2 à 1050°C / 140MPa, condition dans laquelle l'essentiel de la durée de vie du matériau se fait lors du stade secondaire, la loi de Chaboche a simplement été couplée à la loi d'endommagement de Katchanov. Dans le cas du MCNG, il a été constaté aux chapitres IV et V que le stade de fluage tertiaire couvrait la majeure partie de la durée de vie du matériau à 1050°C / 140 MPa. La désorganisation de la microstructure γ/γ' s'est révélée être liée au déclenchement et au développement du stade tertiaire. Le parti a donc été pris de considérer la désorganisation de la microstructure γ/γ' comme du dommage. Il a été introduit, en plus du dommage classique de Katchanov, un terme supplémentaire traduisant la désorientation locale des interfaces γ/γ' de la structure en radeaux par rapport à l'axe de sollicitation en radeaux.

a. Présentation des équations du modèle

La loi de Chaboche (Eq. VI-10), qui est une évolution de la loi de Norton, permet de décrire l'évolution des contraintes internes décomposées en deux variables internes servant à décrire l'écrouissage isotrope R et l'écrouissage cinématique X [8-12].

$$\dot{\varepsilon}_p = \left\langle \frac{\left|\sigma_{eff} - X\right| - R - R_0}{K} \right\rangle^n \operatorname{sgn}\left(\sigma_{eff} - X\right) \qquad \textbf{Eq. VI-10}$$

K et n sont des constantes matériau qui dépendent notamment de la température.

Dans le cas des essais de fluage (chargement monotone), cette loi peut être simplifiée en retirant l'écrouissage cinématique qui rend compte des sollicitations en fatigue ou d'un déplacement du centre de la surface de charge dans l'espace des contraintes principales lors d'un cyclage (Eq. VI-11). L'équation Eq. VI-10 devient alors :

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\sigma_{eff} - R - R_0}{K} \right)^n \qquad \textbf{Eq. VI-11}$$

L'écrouissage isotrope est défini par l'expression par Eq. VI-12 [13], Q et b étant des constantes dépendantes du matériau et de la température :

$$\dot{R} = b(Q - R) \times \dot{\varepsilon}_p \qquad \textbf{Eq. VI-12}$$

Pour simuler le régime tertiaire, on utilise de nouveau le dommage D_1 de Rabotnov et Katchanov (Eq. VI-7), qui traduit l'évolution du dommage lié à l'ouverture et la percolation des pores.

Par ailleurs, à 1050°C / 140 MPa, le MCNG décrit un long stade tertiaire qui s'initie dès 200 heures de fluage et qui couvre environ 60% de la durée de vie du matériau. Ce comportement en fluage a été relié à l'instabilité de la microstructure γ/γ' tout au long de l'essai (Chapitre IV): au-delà de 100 heures de fluage, les radeaux γ' ondulent et la microstructure se désoriente progressivement au fur et à mesure du cumul de la déformation. En se basant, sur les observations microstructurales des évolution de la structure γ/γ' au cours du fluage à 1050°C / 140MPa, nous avons donc ajouté au modèle un dommage D_2 (Eq. VI-13) lié à la désorientation des radeaux mesurée au cours du fluage du MCNG:

$$D_2 = 1 - \sin\theta \qquad \textbf{Eq.VI-13}$$

Dans Eq. VI-13, la variable interne θ traduit la désorientation des radeaux par rapport à l'axe de sollicitation, et s'exprime comme suit (Eq. VI-14) :

$$\theta(t) = \theta_\infty + \theta_1 \times \exp\left(-\frac{t - t_0}{\tau}\right) \qquad \textbf{Eq. VI-14}$$

La désorientation ne s'initie que lorsque $t > t_0$ et se produit avec un temps caractéristique τ. Les constantes θ_1 et θ_∞ fixent les orientations initiale et finale des radeaux de γ'.

L'ensemble des équations décrivant le modèle en fluage isotherme du MCNG à 1050°C sous une contrainte σ_0 est le suivant :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_p = \left(\dfrac{\sigma_{eff} - R - R_0}{K}\right)^n & \textbf{Eq. VI-11} \\ \sigma_{eff} = \dfrac{\sigma_0}{1 - D} & \textbf{Eq. VI-4} \\ \dot{R} = b(Q - R) \times \dot{\varepsilon}_p & \textbf{Eq. VI-12} \\ D = D_1 + D_2 & \textbf{Eq. VI-15} \\ \dot{D}_1 = \left(\dfrac{\sigma_0}{A_0(1 - D_1)}\right)^r \quad \text{avec} \quad D_1(0) = 0 & \textbf{Eq. VI-7} \\ D_2 = 1 - \sin\theta \quad \text{avec} \quad D_2(0) = 0 & \textbf{Eq. VI-13} \\ \theta(t) = \theta_\infty + \theta_1 \times \exp\left(-\dfrac{t - t_0}{\tau}\right) & \textbf{Eq. VI-14} \end{cases}$$

L'identification du modèle isotherme consiste désormais à déterminer les 11 paramètres « matériaux » (n, K, R_0, b, Q, A, r, θ_∞, θ_1, t_0 et τ) à la température de 1050°C.

b. Identification des constantes du modèle

Les constantes n, K, R_0, b et Q sont identifiées à partir des essais de traction à 1050°C pour les vitesses de déformation imposées 10^{-3}, 10^{-4} et 10^{-5} s^{-1}. L'identification est réalisée en utilisant le module d'optimisation Z-Opt du code de calcul Zébulon® qui permet de trouver le meilleur jeu de paramètres pour décrire les trois courbes de traction expérimentales. Le paramètre n est ensuite réajusté sur les courbes de fluage.

Pour les constantes r et A, les valeurs identifiées à partir des courbes de fluage au § VI.2.1.b ont été conservées.

Les constantes de la loi d'évolution de la désorientation des radeaux (Eq. VI-14) sont directement identifiées à partir des observations microstructurales réalisées lors des essais de fluage interrompus à 1050°C / 140 MPa (Chapitre IV).

La situation est la suivante: les observations des évolutions de la microstructure γ/γ' ont révélé que la structure en radeaux commence à évoluer très vite après la mise en radeaux complète dès 100 heures de fluage isotherme. On décide donc de fixer t_0 = *!*[*] heures. La mesure de la désorientation θ(t) (Eq. VI-14) se fait par rapport à l'axe d'application de la charge (Figure VI-7).

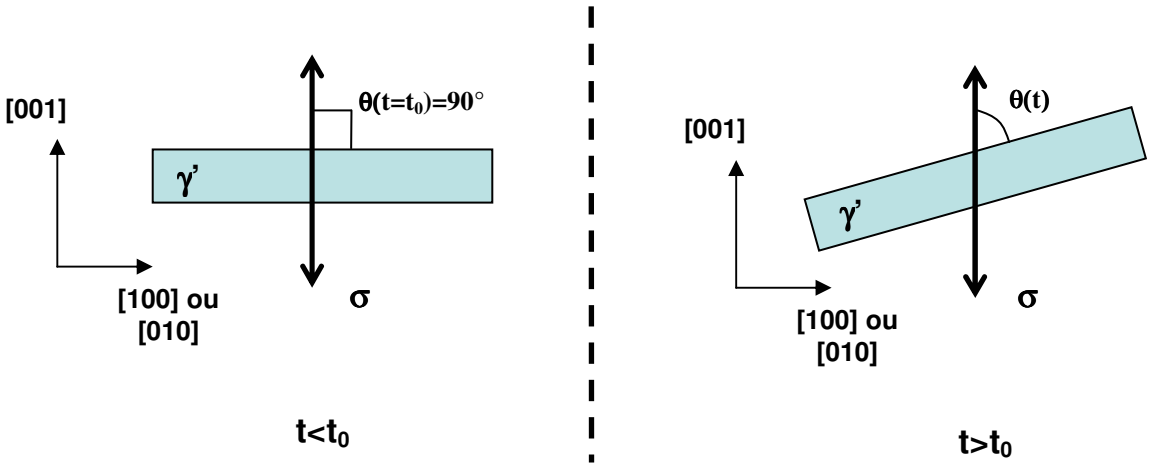


Figure VI-7: Désorientation des radeaux de γ'

[*] *! = Contenu Confidentiel Industrie*

Initialement et jusqu'au déclenchement de la désorientation (à t_0), les interfaces des radeaux sont perpendiculaires à cet axe, soit $\theta(t=t_0) = 90°$. De plus, on fait l'hypothèse que $\theta(t)$ reste toujours supérieure à 40° par rapport à l'axe de sollicitation. En effet, les observations microstructurales ont montré que, lorsque le cumul de déformation est trop important, la microstructure est trop désorganisée et les particules de γ' sont trop épaisses (Figure VI-8). Il est difficile alors de définir l'orientation (ou la désorientation) de la microstructure. De plus, il est considéré qu'en deçà de $\theta = 40°$, le dommage de Katchanov devient prépondérant. Les conditions quant au domaine de variation de la désorientation θ qui viennent d'être précisées ($\theta(t=\infty) = 40° < \theta(t) < \theta(t=t_0) = 90°$) permettent de déterminer que $\theta_\infty = !°$* et $\theta_1 = !°$ dans Eq. VI-14.

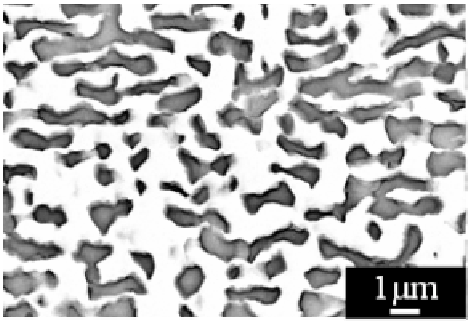


Figure VI-8: Microstructure détériorée dans une dendrite après 400 heures de fluage (γ' en clair)

Enfin, les observations microstructurales ont permis de mesurer qu'après 200 heures de fluage, les interfaces des radeaux ont tourné d'environ 15° par rapport à leur direction initiale, perpendiculaire à la contrainte, soit $\theta(t=200h) = 75°$. Cette observation permet d'estimer la constante de temps de la désorientation $\tau = !$ heures.

Les valeurs des constantes du modèle isotherme à 1050°C sont répertoriées dans le Tableau VI-2. Pour la simulation des essais de fluage aux contraintes supérieures à 140 MPa, seule l'évolution de la désorientation de la structure γ/γ' est modifiée. Il est estimé que la désorientation des radeaux s'initie pour un même ratio (temps à rupture / t_0). En revanche, la cinétique de désorientation est accrue avec l'augmentation de la charge appliquée, c'est-à-dire que la constante de temps de la déstabilisation, τ, diminue avec l'augmentation du niveau de chargement (Figure VI-9).

T(°C)	σ	r	A	n	K	R0	b	Q	θ_{inf}	θ_1	t_0	τ
1050°C	140	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!
	200										!	!
	230										!	!

Tableau VI-2 : Constantes du modèle de comportement en fluage

* *! = Contenu confidentiel Industrie*

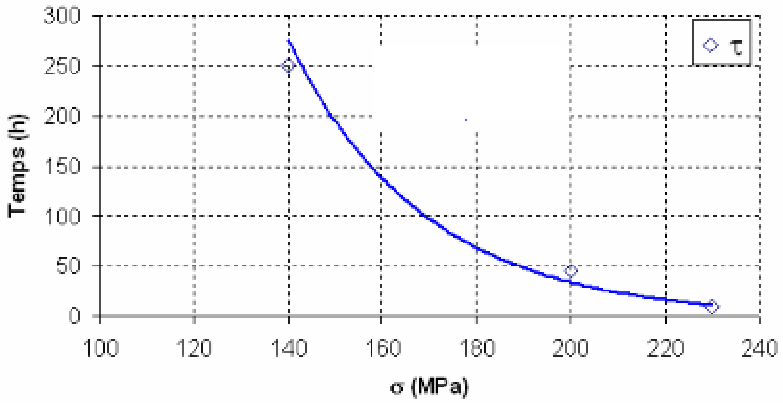


Figure VI-9: Evolution de τ avec la charge (approximation de la tendance par une loi exponentielle)

c. Résultats

Les résultats de la modélisation du fluage isotherme à 1050°C en utilisant la loi de type Chaboche couplée au dommage $D = D_1 + D_2$ (Eq. VI-15) sont présentés sur les Figure VI-10 à Figure VI-14.

La Figure VI-10 présente la simulation de l'évolution de la désorientation de la structure lamellaire γ/γ' sous 1050°C / 140MPa. La Figure VI-11 présente l'évolution des dommages D_1 et D_2 dans la même condition.

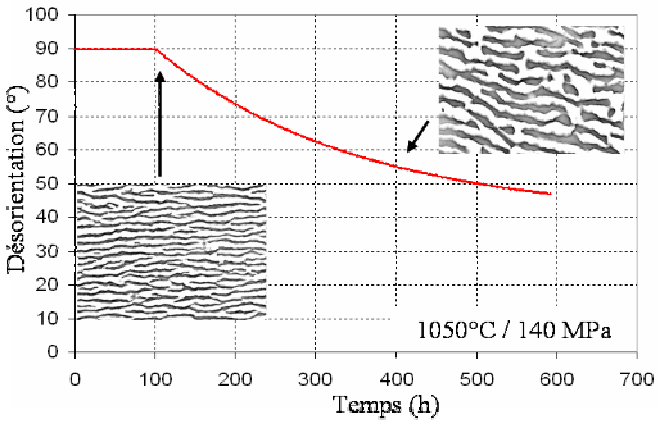


Figure VI-10 : Evolution de la désorientation de la structure γ/γ' à 1050°C/140 MPa

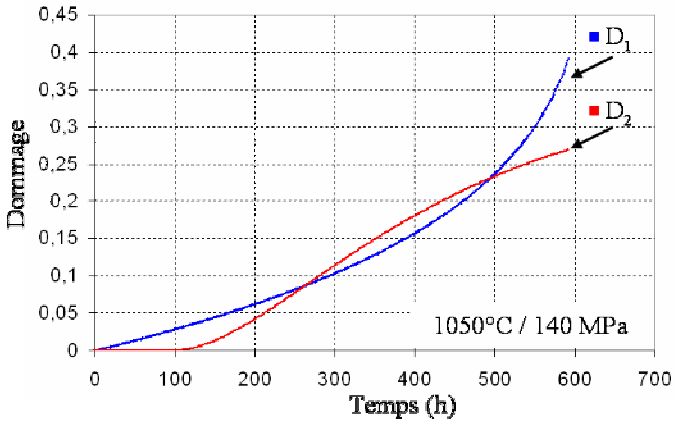


Figure VI-11: Evolution des dommages D_1 (Katchanov) et D_2 (désorientation) au cours du fluage à 1050°C/140 MPa

Les Figure VI-12 à Figure VI-14 présentent les résultats de la modélisation des essais de fluage isotherme à 1050°C pour les trois niveaux de contraintes testés.

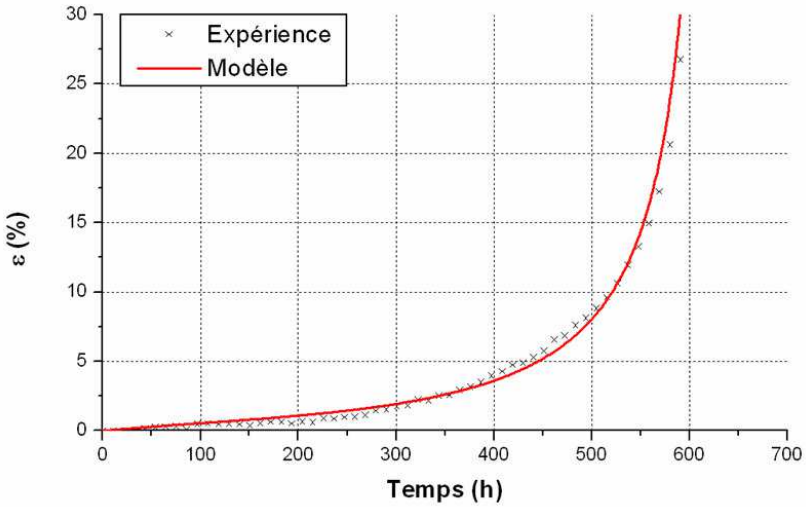


Figure VI-12: Modélisation du fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa

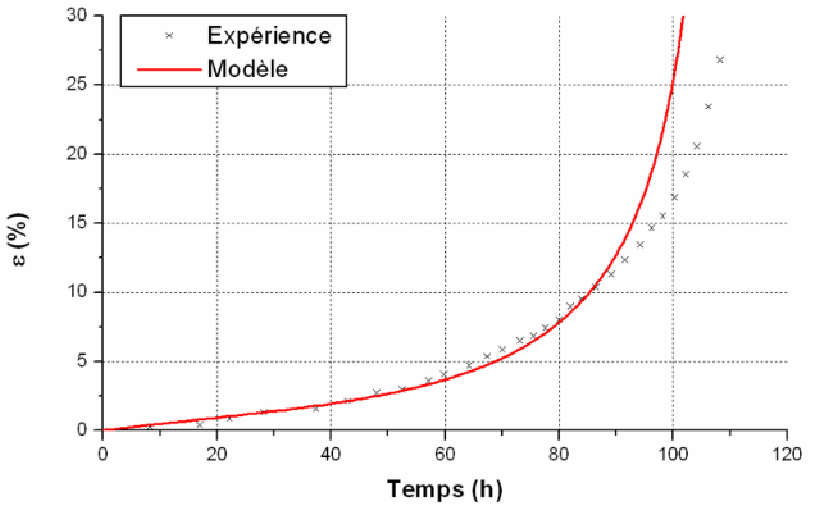


Figure VI-13: Modélisation du fluage isotherme à 1050°C / 200 MPa

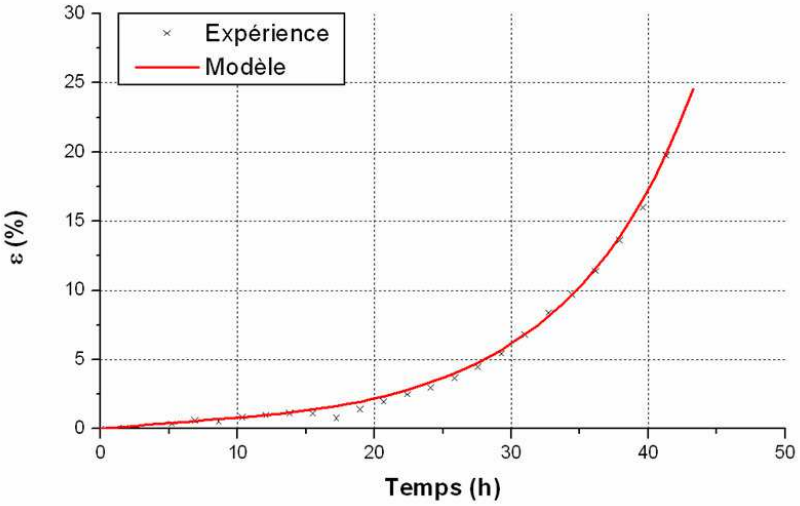


Figure VI-14: Modélisation du fluage isotherme à 1050°C / 230 MPa

En définitive, la modélisation du comportement mécanique du MCNG par une loi de viscoplasticité à écrouissage isotrope de type Chaboche, en prenant en compte l'endommagement de Rabotnov et le dommage lié à la désorientation de la microstructure en radeaux, fournit les meilleurs résultats en terme de durée de vie, de comportement et de description du stade tertiaire. Elle permet également de simuler le stade de fluage primaire [6], ce qui s'avérera extrêmement important lors de la modélisation du fluage anisotherme.

VI.3. Modélisation du fluage anisotherme

La modélisation du comportement en fluage anisotherme du MCNG est basée sur le même jeu d'équations que la modélisation isotherme. La loi de comportement utilisée pour modéliser le fluage en isotherme permet de décrire le comportement durant le préfluage. Après la surchauffe, les équations du modèle isotherme sont modifiées de façon à traduire les principales répercussions des modifications microstructurales introduites par un OEI qui ont été identifiées au Chapitre V.

VI.3.1. Modifications introduites par un OEI

a. Motivations du modèle

Lors du fluage résiduel, le matériau présente un stade primaire de fluage qui s'amplifie avec la durée de surchauffe t_{0EI}. A la fin du stade primaire, le comportement du matériau semble comparable à ce qu'il est en condition isotherme : le stade secondaire est très court et l'essentiel du fluage se fait lors d'un long stade tertiaire. Toutefois, la vitesse de fluage résiduel est toujours plus élevée que la vitesse de préfluage. Cette accélération de la déformation conduit à une initiation du stade tertiaire plus précoce, qui mène finalement à une durée de vie réduite en anisotherme.

Ces observations macroscopiques ont trouvé leur explication dans les effets de la surchauffe OEI sur la microstructure du matériau (Chapitre V). Le primaire résiduel résulte de la dissolution de la phase γ' qui survient lors de l'OEI et de sa recoalescence lors du retour en fluage à 1050°C. Lors de l'OEI, il y a dissolution de la phase γ' : les couloirs de matrice s'élargissent et les mécanismes de plasticité se trouvent favorisés. Le matériau s'adoucit et le terme $R+R_0$ décroît (Eq. VI-11). Après l'OEI, lors de la reprise du fluage à 1050°C / 140 MPa, les couloirs de matrice rétrécissent avec la recoalescence des radeaux grâce aux éléments γ'-gènes mis en solution lors de l'OEI. Dans ces conditions, la vitesse de déformation diminue au fur et à mesure que la largeur des couloirs de matrice diminue: la microstructure se régénère et l'activité plastique diminue. Pour traduire l'effet de la variation de la fraction de phase γ' (f) au cours d'un essai anisotherme, l'évolution de l'écrouissage isotrope va donc être modifiée par l'ajout du terme R* [6, 7] qui sera directement couplé à l'évolution de f.

Les micrographies de la microstructure γ/γ' réalisées au cours des essais de fluage résiduel interrompus présentés au Chapitre V (§ V.2.1.b.ii) ont montré que, dans les interdendrites, la phase γ' se désorganise plus vite après une surchauffe. En particulier, la microstructure γ/γ' se désoriente plus vite après un OEI et conduit à un déclenchement du stade tertiaire de déformation anticipé par rapport à la

condition isotherme. Après une surchauffe, la loi de désorientation de la structure γ/γ' (Eq. VI-14) doit donc être modifiée de façon à rendre compte de l'accélération observée.

En définitive, pour nourrir les équations du modèle anisotherme et représenter correctement l'accélération de la déformation après une surchauffe, on doit prendre en compte les effets de la surchauffe sur la microstructure. Il s'agit de traduire à la fois la dissolution de la phase γ' intervenant lors de la surchauffe et l'accélération de la déstabilisation de la microstructure qui se produit lors du fluage résiduel par rapport à un essai isotherme.

b. Modifications des équations du modèle

L'équation de base du modèle anisotherme reste celle de l'approche Chaboche. Toutefois, par rapport à l'équation Eq.VI-11 du modèle isotherme, le terme supplémentaire d'écrouissage R^* [6, 7] est ajouté (Eq. VI-16).

$$\dot{\varepsilon}_p = \left(\frac{\sigma_{eff} - R - R^* - R_0}{K} \right)^n \qquad \textbf{Eq. VI-16}$$

R^* traduit l'adoucissement du matériau lié à la surchauffe et à la diminution du taux de phase γ'. R^* intervient dès qu'il y a un transitoire thermique qui implique un écart de la fraction de γ' (f) par rapport à la fraction d'équilibre (f_{eq}), il est défini comme suit (Eq. VI-17) :

$$\dot{R}^* = -\frac{R^*}{\tau_\mu} + \alpha \times (f - f_{eq}) \qquad \textbf{Eq. VI-17}$$

avec

$$\dot{f} = \frac{f_{eq} - f}{\tau_\mu} \qquad \textbf{Eq. VI-18}$$

et $\tau_\mu = \tau_\mu(T)$, $f_{eq} = f_{eq}(T)$

L'analyse de l'évolution de la fraction de phase γ' avec la température au Chapitre III, ainsi qu'au cours des essais anisothermes au Chapitre V permet de décrire l'évolution de f par une exponentielle. Celle-ci est définie par une constante de temps τ_μ qui caractérise la dissolution du γ' pendant la surchauffe à 1200°C (τ_μ(1200°C)) et la restauration de la microstructure pendant le début du fluage résiduel à 1050°C (τ_μ(1050°C)) (Eq. VI-18). La variation de R^* est couplée à f en introduisant une

proportionnalité entre R* et l'écart entre la fraction de γ' instantanée et celle à l'équilibre thermodynamique (f_{eq}) (Eq. VI-17). La constante α permet de coupler les mécanismes de dissolution/précipitation avec ceux d'adoucissement. Elle est déterminée à partir des divers essais de fluage anisotherme comportant une surchauffe. La constante de temps τ_μ, ainsi que les fractions de γ' à l'équilibre (f_{eq}), ont été déterminées à partir des quantifications de microstructure réalisées lors d'essais de fluage interrompus dans les premiers temps après la surchauffe.

Les constantes n, K, R_0, Q et b sont les mêmes que celles identifiées pour le modèle isotherme (§ VI.2.2.b., Tableau VI-2).

Pour rendre compte de l'accélération de la déstabilisation de la microstructure après un OEI, le dommage D_2 présente les caractéristiques suivantes lors d'un essai anisotherme.

$$D_2 = D_{2iso} = f(\theta_{iso}) \text{ avant l'OEI}$$
$$D_2 = D_{2res} = f(\theta_{res}) \text{ après l'OEI}$$

θ_{iso} représente l'évolution de la désorientation des radeaux par rapport à l'axe de la contrainte au cours du fluage isotherme, son expression est donnée dans Eq. VI-14. θ_{res} (Eq. VI-19) représente l'évolution de la désorientation des radeaux après que soit intervenue la surchauffe (à $t_{pré}$).

$$\theta_{res}(t) = \theta_\infty + \theta_{1res} \times \exp\left(-\frac{t - t_{acc}}{\tau_{res}}\right) \qquad \textbf{Eq. VI-19}$$

L'expression de θ_{res} est semblable à celle de θ_{iso} mais avec une constante de temps τ_{res} plus faible que celle déterminée en isotherme pour simuler l'accélération de la désorientation après l'OEI. θ_∞ reste le même qu'en isotherme, θ_{1res} est déterminé de façon à assurer la continuité de la désorientation après l'OEI (au déclenchement de l'accélération de la désorientation). t_{acc} indique l'instant auquel se déclenche l'accélération de la désorientation de la microstructure.

VI.3.2. Résultats de la modélisation anisotherme

Les valeurs des nouvelles constantes utilisées dans les équations du modèle anisotherme sont répertoriées dans le Tableau VI-3.

τ_μ (h)	α (MPa/h)	$t_{pré}$ (h)	t_{acc} (h)	t_{OEI} (s)	θ_∞ (°)	θ_{1res} (°)	τ_{res} (h)
τ_μ (1200°C) = 0.096 τ_μ (1050°C) = 5	!*	0	!	30	!	!	!
		50	!	30		!	!
		50	!	150		!	!
		100	!	30		!	!
		100	!	150		!	!
		200	!	30		!	!
		200	!	150		!	!

Tableau VI-3: Constantes du modèle de comportement en fluage anisotherme

La Figure VI-15 présente l'exemple d'une simulation de l'évolution du taux de phase γ' lors d'un essai anisotherme ($t_{pré}$ = 100h, t_{OEI} = 150s). Le modèle prend bien en compte la dissolution rapide lors de la surchauffe à 1200°C puis le retour plus lent à la fraction d'équilibre pendant le fluage résiduel à 1050°C.

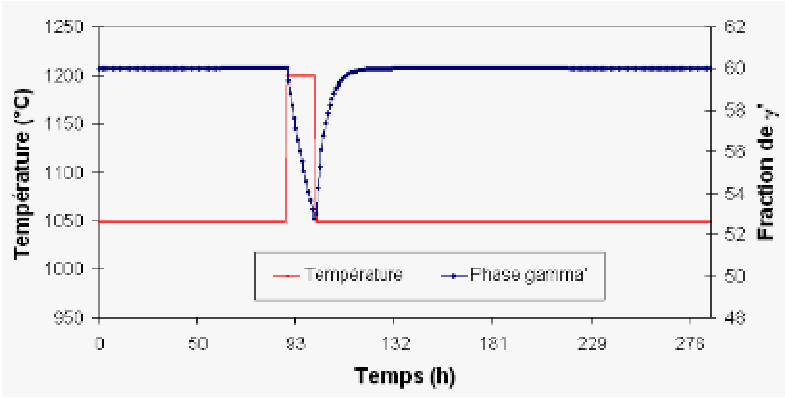


Figure VI-15: Evolution de la fraction de phase γ' lors d'un essai anisotherme, $t_{pré}$ = 100h et t_{OEI} = 150s

La Figure VI-16 montre des exemples de comparaison de l'évolution de la désorientation des radeaux en condition isotherme et lors du fluage résiduel après qu'un OEI ait été réalisé. L'accélération de la désorientation après un OEI est clairement mise en évidence (Figure VI-16a et b). De plus, pour une même durée de préfluage, la désorientation est d'autant plus rapide que l'OEI est long (Figure VI-16a).

* *! = Contenu Confidentiel Industrie*

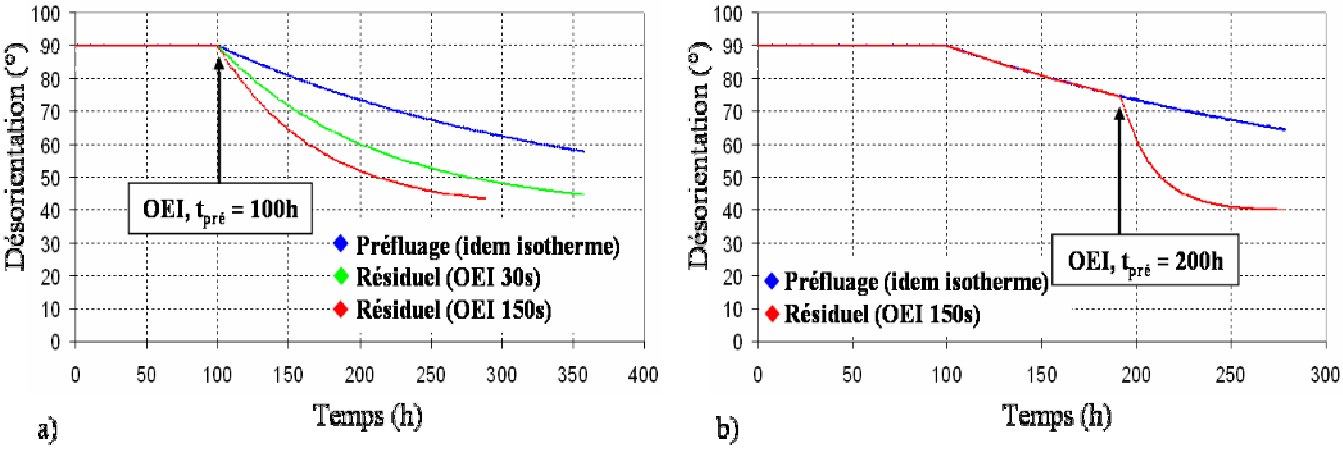


Figure VI-16: Effet d'un OEI sur l'évolution de la désorientation des γ' lors du fluage résiduel
a) $t_{pré}$ = 100h
b) $t_{pré}$ = 200h

Les Figure VI-17 à Figure VI-20 présentent des exemples de modélisation d'essais de fluage anisotherme pour différentes durées de préfluage et les deux durées d'OEI (30 et 150s). Les cas de simulation, donnés dans le Tableau VI-3 mais qui n'apparaissent pas dans les exemples qui suivent, sont présentés dans l'Annexe 5.

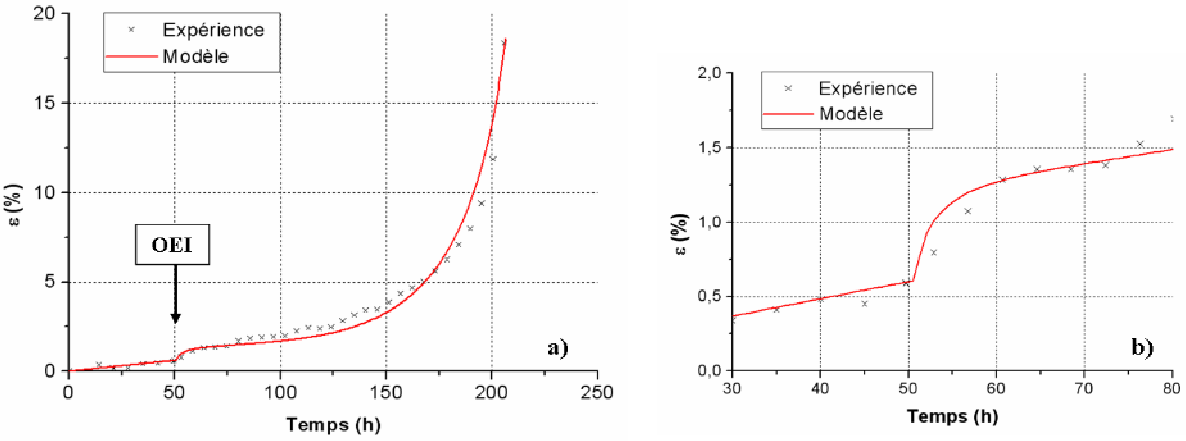


Figure VI-17: Modélisation pour $t_{pré}$ = 50h, t_{OEI} = 150s
a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel

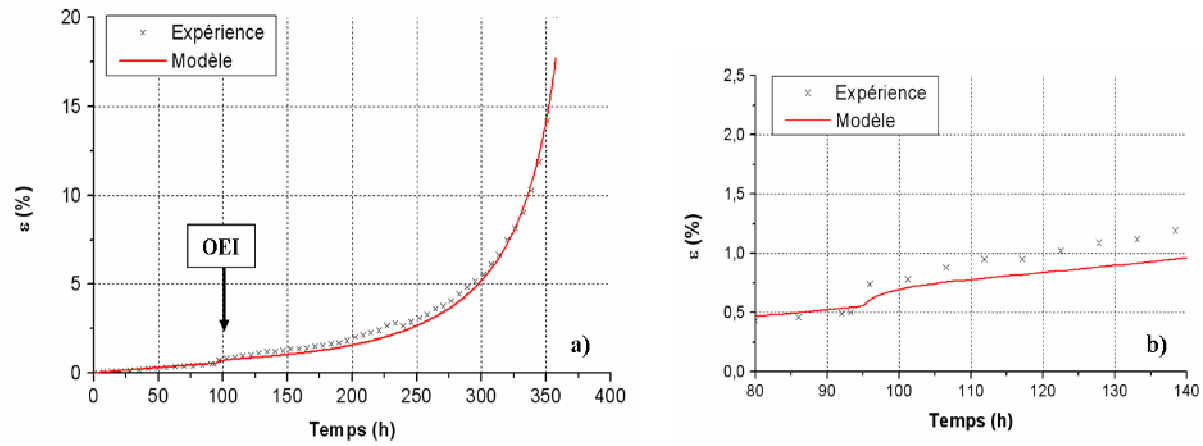


Figure VI-18: Modélisation pour $t_{pré}$ = 100h, t_{OEI} = 30s
a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel

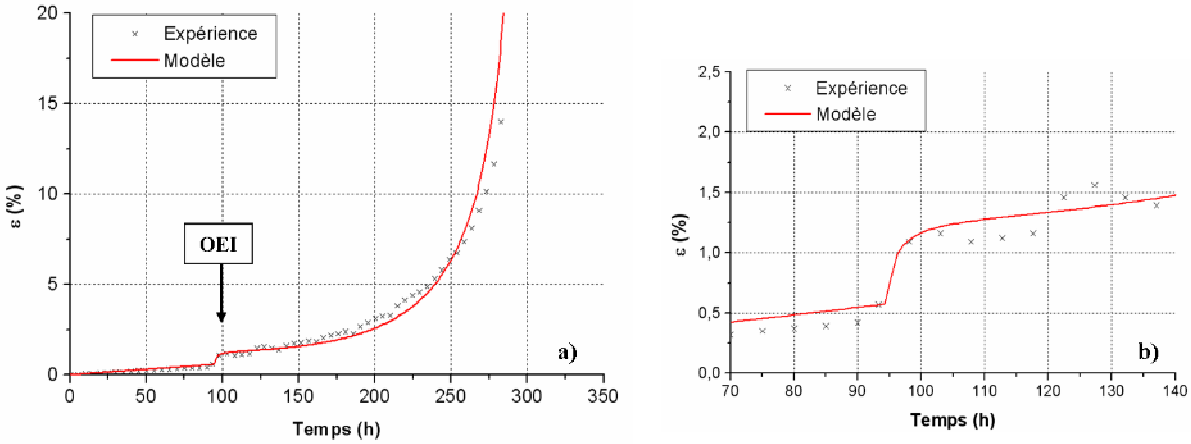


Figure VI-19: Modélisation pour $t_{pré}$ = 100h, t_{OEI} = 150s
a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel

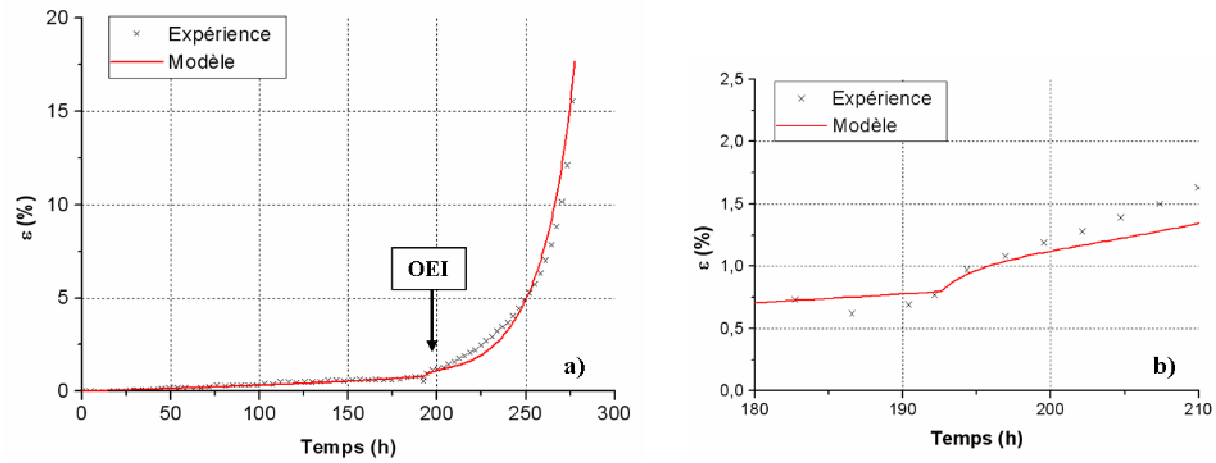


Figure VI-20: Modélisation pour $t_{pré}$ = 200h, t_{OEI} = 150s
a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel

VI.3.3. Commentaires sur les résultats du modèle anisotherme

D'après les Figure VI-17 à Figure VI-20, une assez bonne prédiction du comportement anisotherme est obtenue : le primaire résiduel est bien mis en évidence, l'accélération de la déformation après l'OEI et la déformation lors du long stade tertiaire résiduel sont décrites de façon assez satisfaisante, bien qu'en toute fin d'essai le modèle cumule un peu plus vite la déformation.

a. Primaire résiduel

L'introduction de la fonction R^*, après que soit intervenu un OEI, permet une bonne description des stades de fluage primaire résiduel et de l'augmentation de la déformation cumulée lors de ces primaires avec l'augmentation de la durée d'OEI. L'introduction de cette fonction s'était déjà montrée efficace lors de l'étude des OEI sur MC2 [6] pour décrire les primaires résiduels. Il semble donc que l'interprétation microstructurale que traduit R^* soit pertinente pour expliquer les primaires résiduels sur deux générations d'alliage. R* traduit donc un effet intrinsèque à l'OEI.

b. Prise en compte de la déstabilisation

i) *Déclenchement de la déstabilisation de la microstructure γ/γ'*

Lorsque la surchauffe OEI est réalisée après un temps de préfluage supérieur ou égal à 100 heures, la microstructure γ/γ' en radeaux est bien établie dans tout le matériau. L'accélération de la déstabilisation de cette microstructure induite par un OEI s'initie dès que la surchauffe est intervenue, c'est-à-dire que pour $t_{pré} > 100$ h, on a $t_{acc} = t_{pré}$ (Tableau VI-3).

Lorsque la surchauffe OEI est réalisée pour un temps de préfluage inférieur à 100 heures, elle intervient sur une microstructure γ/γ' en cubes (OEI initial, $t_{pré} = 0$ h) ou partiellement mise en radeaux ($t_{pré} = 50$ h). Dans ces cas de simulation, l'accélération de la déstabilisation de la structure en radeaux ne se déclenche pas juste après la fin du temps de préfluage ($t_{pré} \neq t_{acc}$) pour la simple raison que les radeaux ne sont pas encore établis. Dans les cas de simulation où $t_{pré} < 100$ h, on trouve $t_{pré} < t_{acc} < t_0$ (t_0 est le temps au bout duquel la mise en radeaux est effective en isotherme, Eq. VI-14). De telles valeurs de t_{acc} peuvent signifier que, lorsque un OEI intervient sur une microstructure en cubes ou partiellement mise en radeaux, la mise en radeaux s'achève plus rapidement que dans la condition isotherme. Une telle interprétation des résultats du modèle conforte l'hypothèse d'une mise en radeaux accélérée par un OEI qui a été formulée lors de la discussion du Chapitre V.

ii) *Constante de déstabilisation de la structure en radeaux*

La Figure VI-21compare la courbe de fluage anisotherme expérimentale avec les réponses du modèle lorsque l'accélération de la désorientation introduite par l'OEI est prise en compte ou non (Eq. VI-19 diffère de Eq.VI-14 ou pas). L'introduction de l'accélération de la désorientation des γ' après l'OEI, en diminuant la valeur de τ, s'avère essentielle pour décrire correctement le comportement réel du matériau en fluage anisotherme et notamment l'augmentation de la vitesse de déformation lors de la vie résiduelle (Figure VI-21).

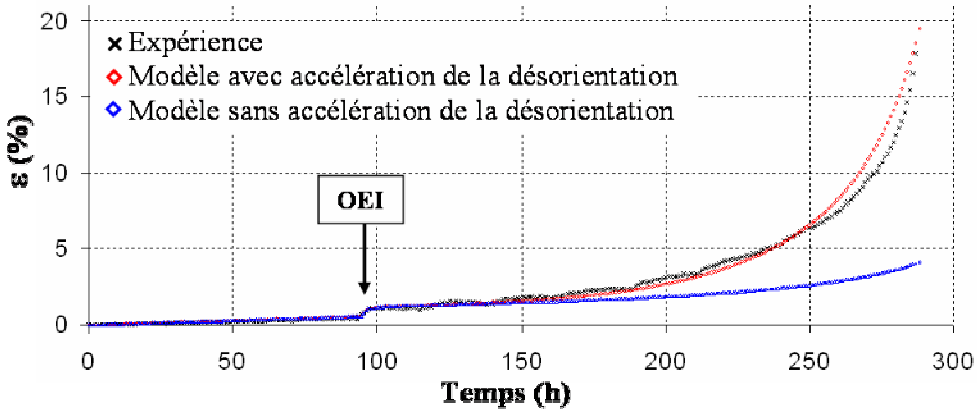


Figure VI-21: Réponse du modèle avec ou sans introduction de l'accélération de la désorientation après l'OEI ($t_{pré}$ = 100h, t_{OEI} = 150s)

Les constantes de temps de la déstabilisation de la structure γ/γ' lors du résiduel (τ_{res}) qui ont été identifiées (Tableau VI-3) et les courbes de désorientation qui en découlent (Figure VI-16) traduisent correctement les observations expérimentales faites au Chapitre V. En effet, les constantes τ_{res} présentées au Tableau VI-3 sont toutes plus petites que la constante de temps de la désorientation en isotherme à 140 MPa (τ = !* h, Tableau VI-2). Cela témoigne bien du fait qu'un OEI accélère la déstabilisation de la microstructure par rapport à la condition isotherme, ce qui se traduit, d'un point de vue comportement en fluage, par un déclenchement du tertiaire précoce qui conduit plus rapidement à la rupture. De plus, quelle que soit la durée de préfluage, la constante de temps τ_{res} diminue avec l'augmentation de la durée d'OEI (Tableau VI-3), ce qui est en accord avec l'observation faite au Chapitre V selon laquelle le déclenchement du tertiaire s'initie plus tôt avec l'augmentation de la durée d'OEI.

Si on utilise la loi d'évolution de la constante de temps de la déstabilisation en fonction de la contrainte en régime isotherme donnée à la Figure VI-9, on constate, par exemple, que les constantes de déstabilisation des essais de fluage résiduel après 100 heures de préfluage (Tableau VI-3) sont équivalentes à celles qui seraient obtenues lors d'un essai isotherme sous une charge appliquée

* *! = Contenu Confidentiel Industrie*

d'environ 165 MPa (pour l'OEI 30s) et 180 MPa (pour l'OEI 150s). D'un point de vue comportement en fluage, la simulation d'un OEI est donc équivalente à une augmentation du chargement mécanique appliqué, qui est d'autant plus grande que l'OEI est long.

Enfin, il est intéressant de constater qu'en traçant, pour chaque durée d'OEI, l'évolution des valeurs de τ_{res} en fonction de la durée de préfluage (Figure VI-22), on retrouve une tendance très comparable à celle qui lie la durée de vie résiduelle et la durée de préfluage observée au Chapitre V (Chapitre V, Figure 12). Après un OEI, la désorientation de la microstructure γ/γ' est la plus lente lorsque la surchauffe est intervenue autour de 100 heures de préfluage.

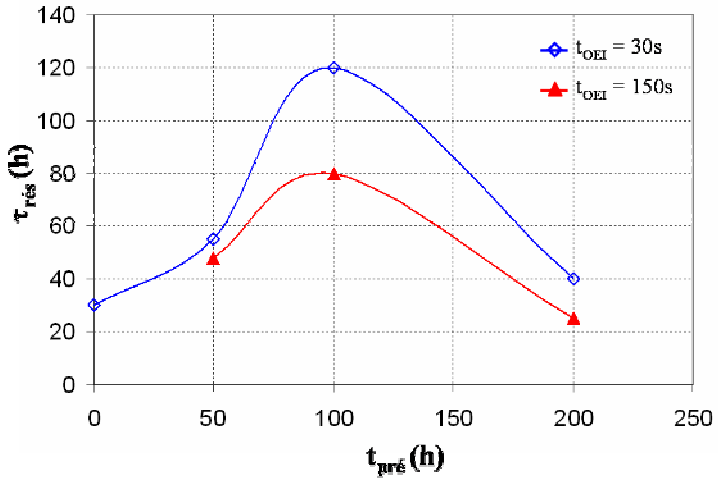


Figure VI-22: Evolution de la constante de temps de la déstabilisation de la microstructure en fluage résiduel en fonction de la durée de préfluage

En définitive, comme lors de la simulation du fluage isotherme, où la déstabilisation de la microstructure devait être prise en compte dans le modèle (Eq. VI-14) pour décrire de façon correcte la comportement du matériau, la prise en compte de l'accélération de la déstabilisation (Eq. VI-19) dans le modèle anisotherme est nécessaire pour décrire le comportement du MCNG en fluage résiduel. De telles réponses de la modélisation confirment que ces phénomènes microstructuraux (désorientation et accélération de la désorientation après un OEI) sont pertinents pour expliquer les tendances du comportement macroscopique du MCNG.

VI.4. Conclusions

Dans ce chapitre, une modélisation du comportement du MCNG en fluage isotherme à 1050°C a été mise en place. Cette modélisation est basée sur une loi de comportement viscoplastique de type Chaboche plus apte à décrire l'ensemble des stades de déformation du fluage du matériau qu'une simple loi de Norton.

Les paramètres matériau de la loi de comportement du MCNG en fluage isotherme ont été identifiés à partir d'essais de traction menés sous différentes vitesses de déformation et dont les courbes ont été traitées à l'aide du module d'optimisation Z-opt du logiciel Zébulon®.

La loi de comportement a été couplée à une loi d'endommagement de type Katchanov prenant à la fois en compte le dommage lié à l'ouverture des pores au cours du fluage (dommage D_1) et le dommage lié à la déstabilisation de microstructure γ/γ' (dommage D_2). La prise en compte dans le modèle de la déstabilisation de microstructure γ/γ', observée expérimentalement au chapitre IV, s'est avérée efficace pour traduire le comportement macroscopique du MCNG en isotherme.

L'effet d'une surchauffe (fluage anisotherme) est pris en compte en modifiant les équations du modèle isotherme. Il a été introduit des variables internes (R^*, f et θ) capables de décrire les évolutions du comportement observées lors du fluage résiduel au Chapitre V (nouveau stade primaire, accélération de la vitesse de déformation en fluage par rapport à l'isotherme d'autant plus marquée que l'OEI est long). Pour cela, les modifications microstructurales induites par un OEI, identifiées au Chapitre V, ont été traduites dans le modèle. Ainsi, la variable interne R^* a été introduite pour rendre compte des variations de fraction de phase γ' lors de l'OEI à 1200°C et du retour en fluage à 1050°C. R^* a ainsi permis la description du primaire résiduel. L'accélération de la déformation après l'OEI, et le déclenchement plus précoce du stade tertiaire qu'elle implique, ont été simulés en traduisant la déstabilisation de la structure γ/γ' plus rapide après une surchauffe (Chapitre V). Cela s'est fait en attribuant une cinétique de désorientation des γ' plus rapide après l'OEI que celle utilisée lors de l'isotherme.

En définitive, la modélisation du comportement du MCNG en fluage isotherme et anisotherme, présentée dans ce chapitre, s'efforce de traduire les phénomènes microstructuraux identifiés comme étant responsables du comportement macroscopique du matériau. Les bons résultats de la modélisation confirment la pertinence de ces phénomènes microstructuraux pour expliquer le comportement en fluage du MCNG.

En revanche, le modèle n'a été validé que pour la seule orientation cristallographique [001] et pour la condition 1050°C. La loi de viscoplasticité utilisée dans le modèle (Eq. VI-10) ne permet en aucun cas de décrire le comportement anisotrope en fluage du MCNG. Des approches cristallographiques doivent être utilisées pour tenir compte de cet effet [14-18]. Des travaux sur ce type de modèle sont actuellement en cours dans le cadre d'une collaboration entre le Centre des matériaux de l'école des Mines de Paris (G. Cailletaud) et l'ENSMA (J. Cormier) [19].

Enfin, d'autres améliorations pourraient être apportées en prenant en compte les disparités dendrites / interdendrites et en développant un modèle « composite » capable de représenter le comportement de l'ensemble de la structure dendritique. La difficulté de cette approche réside dans la détermination des propriétés locales des seules dendrites ou interdendrites, ainsi que dans l'identification des interactions microstructurales entre les deux zones. L'étude de nano-indentation, réalisée au Chapitre II, constitue une première piste, il reste à trouver comment implanter les résultats obtenus dans le modèle de fluage.

Bibliographie du Chapitre VI

1. Norton, F.H., *In creep of steel at high temperatures.* M.G.H.B. Comp., 1929.
2. McLean, M. and B.F. Dyson, *Modeling the effects of damage and micostructural evolution on the creep behavior of engineering alloys.* Journal of Engineering Materials and Technologies, 2000. 122: p. 273-278.
3. Kachanov, L.M., *Time of the rupture process under creep conditions.* Isv. Akad. Nauk. SSR. Otd. Tekh. Nauk., 1958. 8: p. 26-31.
4. Pollock, T.M. and S. Argon, *Creep resistance of CMSX-3 nickel base superaloy single crystals.* Acta Metallurgica Materialia, 1998. 40(1): p. 1-30.
5. Sugui, T. and al., *Aspects of primary creep of a single crystal nickel-base superalloy.* Materials Science and Engineering, 1999. A262(271-278).
6. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
7. Cormier, J., et al., *Non-isothermal creep behavior of a second generation Ni-based single crystal superalloy: experimental characterisation and modeling.* Superalloys 2008, ed. par R.C. Reed et al., TMS, Warrendale, PA,USA, 2008.
8. Chaboche, J.L., *Description thermodynamique et phénoménologique de la viscoplasticité cyclique avec endommagement.* Thèse d'état, Orsay, 1978.
9. Chaboche, J.L., *Calcul des déformations viscoplastiques d'une structure soumise à des gradients thermiques évolutifs.* thèse de doctorat, Orsay, 1972.
10. Besson, J. and al., *Mécanique non linéaire des matériaux.* ed. Hermès, 2001.
11. Cailletaud, G., *Modélisation mécanique d'instabilités microstructurales en viscoplasticité cyclique à température variables.* thèse de doctorat, ONERA, 1979.
12. Sidoroff, F., *On the formulation of plasticity and viscoplasticity with internal variables.* Arch. of Mech., 1975. 27: p. 807-819.
13. Lemaitre, J. and J.L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides.* ed. Dunod, 1988.
14. Cailletaud, G. and al., *On the design of single crystal turbine blades.* La revue de métallurgie, 2003: p. 165-172.
15. Meric, L., P. Poubanne, and G. Cailletaud, *Single crystal modelling for structural calculations.* Journal of Engineering Materials and Technologies, 2001. 113: p. 162-183.
16. Knowles, D.M. and D.W. Maclachlan, *The effect of material behaviour on the analysis of single crystal turbine blades: material model development.* Current Applied Physics, 2004. 4: p. 300-303.
17. Maclachlan, D.W., G.S.K. Gunturi, and D.M. Knowles, *Modeling the uniaxial creep anisotropy of nickel base single crystal superalloys CMSX-4 and RR2000 at 1023K using slip system based finite element approach.* Computational Materials Science, 2002. 25: p. 129-141.
18. Feng, L. and al., *Anisotropic damage model under continuum slip crystal plasticity theory for single crystals.* International Journal of solids and Structures, 2002. 39: p. 5279-5293.
19. Cormier, J. and G. Cailletaud, *Constitutive modeling of the creep behavior of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phas transformations.* 1st International Conference on Material Modeling, Dortmund, Germany, 15-17/09/2009.

Conclusions

Pour faire face à des conditions d'utilisation toujours plus sévères, la résistance des aubes de turbine HP aux sollicitations mécaniques et thermiques doit être accrue notamment par l'emploi de nouveaux matériaux.

Dans les années 90, le MCNG a été développé par l'ONERA pour obtenir une nuance de superalliage pour les applications à très haute température. Le travail de recherche qui a été conduit au cours de cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un programme soutenu par les motoristes français de l'aéronautique, Turboméca et Snecma, qui vise à l'évaluation complète du MCNG afin de valider son potentiel d'applications à l'échelle industrielle.

De plus, Turboméca, en tant que fabricant de moteurs d'hélicoptère, est particulièrement sensible à la problématique de la tenue des matériaux au cours de régimes d'urgence dits d'OEI (« One Engine Inoperative »). De tels régimes peuvent survenir en service sur un hélicoptère biturbine lorsque l'un des moteurs vient à s'arrêter. Le moteur restant en fonctionnement doit alors fournir un surplus de puissance pour permettre à l'appareil de continuer son vol. Lors de la phase la plus sévère d'un régime OEI, les aubes de turbine HP, non refroidies, subissent une augmentation rapide de leur température de fonctionnement (passage de 1050°C à 1200°C en moins de 5 secondes) ainsi qu'une légère augmentation de sollicitation mécanique. Cette phase critique peut durer jusqu'à quelques dizaines de secondes.

Le régime OEI est une problématique complexe qui fait intervenir le fluage à haute et très haute température, ainsi que des transitoires thermiques rapides entre ces niveaux de température. De simples caractérisations de fluage en régime isotherme sont donc insuffisantes pour simuler le comportement du matériau durant les régimes d'urgence et prévoir quelles peuvent être les répercussions d'une surchauffe à 1200°C sur le comportement à 1050°C. C'est pour cela que le comportement en fluage anisotherme du MCNG a été caractérisé à très haute température grâce à l'utilisation de procédures et de moyens d'essais spécifiques. La caractérisation des effets des régimes d'urgence a également nécessité de déterminer l'évolution de la microstructure (morphologie et proportions respectives des phases γ et γ') en fonction du trajet thermomécanique et son influence sur le comportement et la durée de vie du matériau. .

La caractérisation du comportement du MCNG dans le cadre des régimes OEI a d'abord nécessité l'étude du comportement du matériau en fluage isotherme à 1050°C / 140 MPa. L'analyse qui a été

menée, tant d'un point de vue macroscopique que microscopique, a constitué la référence nécessaire à la caractérisation des répercussions d'une surchauffe OEI.

Dans la condition de fluage 1050°C / 140 MPa, le comportement particulier du MCNG par rapport aux alliages de générations précédentes a été corrélé à l'évolution de la microstructure γ/γ' reconstituée grâce à des essais interrompus pour différents temps de fluage. Le stade primaire de déformation présente une amplitude très faible (< 0,5% de déformation) qui s'étend sur un temps relativement long (environ 100 heures) par rapport aux alliages dépourvus de rhénium. La fin du stade primaire coïncide avec l'établissement de la microstructure en radeaux dans tout le matériau.

La microstructure lamellaire du MCNG évolue très tôt après la fin du processus de mise en radeaux. Entre 100 et 200 heures de fluage, les radeaux s'épaississent et ondulent. La désorientation par rapport à l'axe de sollicitation croît avec le cumul de déformation, les aspérités à la surface des radeaux de γ' forment des sites privilégiés pour des empilements de dislocations mobiles, qui vont conduire au cisaillement des précipités et favoriser encore leur épaississement. Avec la multiplication des branchements entre les γ' (inversion topologique) au cours de la déformation, la phase γ n'est bientôt plus présente que sous forme de petits îlots très vite saturés de dislocations de fluage. Le cisaillement de la phase γ' s'intensifie alors pour que la déformation puisse se poursuivre. De ce fait, au-delà de 200 heures de fluage, avec le cumul de déformation et l'inversion topologique, l'activité des mécanismes de déformation augmente à la fois dans γ et γ' jusqu'à la rupture. Cette évolution de la microstructure en radeaux observée tout au long de l'essai à 1050°C est à l'origine du long stade tertiaire qui couvre 60 % de la durée de vie du matériau.

La simulation des régimes d'urgence a consisté à inclure une phase de surchauffe à 1200°C / 145 MPa au cours du fluage à 1050°C / 140 MPa. Le MCNG se déforme peu lors de cette surchauffe (moins de 0.3 % de déformation cumulée) du fait de sa très bonne résistance à très haute température. Cependant, lors du retour en fluage à 1050°C / 140 MPa, la vitesse de déformation est accrue, ce qui précipite le déclenchement du stade tertiaire de déformation pour conduire à un abattement de la durée de vie par rapport à l'isotherme. Les deux variables des essais anisothermes que sont la durée de préfluage et la durée d'OEI influent sur le comportement en fluage résiduel. Plus l'OEI est long, plus la déformation cumulée lors du nouveau stade primaire de fluage résiduel est importante et plus le stade tertiaire se déclenche tôt. Les OEI 150s sont donc plus pénalisants que les OEI 30s.

La relation entre la durée de préfluage et la durée de vie résiduelle est la même pour les deux durées d'OEI étudiées. L'effet de l'OEI est minimum (maximum de durée de vie résiduelle) lorsque la surchauffe intervient sur une microstructure en radeaux établie dans tout le matériau et pas encore déstabilisée (80 heures de préfluage).

Les effets d'un OEI sur le comportement du MCNG ont été expliqués à travers les évolutions de la microstructure γ/γ' : du fait de la dissolution de la phase γ' pendant l'OEI, des éléments γ'-formeurs,

ainsi qu'une ultrafine précipitation γ', sont présents dans la matrice entre les précipités γ' lors de la reprise du fluage à 1050°C. De plus, la surchauffe OEI intensifie l'activité plastique et la diffusion. Dès lors, au cours du fluage résiduel, les branchements entre les γ' sont favorisés. Après un OEI, les γ' sont également plus sensibles au cisaillement lors du fluage résiduel (restauration dynamique des réseaux d'interface lors de l'OEI). Tous ces phénomènes participent à accélérer la désorganisation de la microstructure γ/γ' par rapport à la condition isotherme et conduisent au développement plus précoce du stade tertiaire.

Afin de rendre compte du comportement et de la durée de vie dans les conditions de fluage étudiées, une modélisation mécanique basée sur une loi de comportement viscoplastique de type Chaboche a été réalisée pour l'orientation cristallographique [001]. Les coefficients de cette loi ont été identifiés à partir d'essais de traction menés sous différentes vitesses de déformation. Couplée à une loi d'endommagement de type Rabotnov et Katchanov, cette loi de comportement permet de simuler l'ensemble de la courbe de fluage en régime isotherme. Le parti a été pris de considérer comme dommage, non seulement, la réduction de section porteuse de l'effort liée à l'ouverture des pores, mais également, la désorientation de la microstructure γ/γ' par rapport à l'axe de sollicitation, celle-ci étant reliée à l'accélération de la déformation qui conduit à la rupture.

Les effets d'une surchauffe ont été simulés :

- le régime primaire post-OEI a été décrit en introduisant dans la loi de comportement deux variables internes (la fraction de phase γ' et l'adoucissement R*).

- l'effet accélérateur de l'OEI sur la déstabilisation de la microstructure a été pris en compte en attribuant une constante de temps plus faible pour la loi d'évolution de la désorientation des radeaux après l'OEI ($\tau_{rés}$).

Par ailleurs, lors de cette étude du MCNG, des différences de comportement entre les zones dendritiques et les zones interdendrites se sont sans cesse manifestées. La dissolution de la microstructure en cubes au cours des maintiens à 1250°C est plus rapide et plus importante dans les zones dendritiques. Lors du fluage à 1050°C, la mise en radeaux se fait plus vite dans les zones dendritiques ; à l'inverse, une fois la mise en radeaux achevée, ce sont les zones interdendritiques qui présentent une déformation locale des couloirs de matrice plus importante et une désorganisation de la microstructure γ/γ' en radeaux plus rapide. Enfin, lors de l'étude des essais de fluage post-OEI, l'accélération de la déstabilisation de la microstructure par rapport à la condition isotherme est apparue plus nettement dans les zones interdendritiques.

Ces différences de comportement dans la structure dendritique ont été reliées aux disparités de composition chimique qui persistent dans le MCNG après les traitements thermiques standards. Les analyses EDSX ont en particulier montré la ségrégation préférentielle du Re dans les zones dendritiques.

En conséquence, le misfit est significativement plus élevé dans ces régions du matériau. Le niveau de contrainte interne plus grand qui résulte dans les zones dendritiques favorise la dissolution de la phase γ' et accroît la force motrice de mise en radeaux dans ces régions. Après la mise en radeaux, la stabilité des microstructures est favorisée dans les zones dendritiques où le misfit, plus élevé, a permis de développer des réseaux de dislocations d'interface plus denses.

Si la déstabilisation de la microstructure γ/γ' semble être à l'origine du comportement macroscopique particulier du MCNG en fluage, il est difficile d'évaluer exactement l'impact que peuvent avoir les différences de comportement entre les dendrites et les interdendrites sur la cinétique de la déstabilisation. Il reste à définir si la déformation plus facile des interdendrites entraîne avec elles la déstabilisation précoce des dendrites, ou, si au contraire, les dendrites, plus résistantes à la déformation, jouent le rôle de renfort dans le « composite » MCNG en atténuant la déformation des interdendrites. La difficulté consiste à décorréler les propriétés mécaniques des deux zones de solidification. L'analyse par nano-indentation qui a été réalisée constitue une première approche.

Par ailleurs, la modélisation du comportement en fluage décrit bien l'ensemble des courbes expérimentales établies en fluage anisotherme. Il reste à valider le caractère prédictif du modèle anisotherme : il faut pour cela vérifier que l'évolution de $\tau_{rés}$ obtenue en fonction de la durée de préfluage permet de décrire un trajet de chargement thermomécanique quelconque pour les essais anisothermes entre 1050°C et 1200°C.

Il serait également intéressant de comparer, à la condition isotherme, l'évolution de la microstructure après qu'un OEI ait été réalisé sur une microstructure en cubes ou partiellement en radeaux. Cela permettrait d'éclaircir les mécanismes qui mènent à l'abattement de durée de vie et l'on pourrait vérifier si l'OEI accélère la mise en radeaux.

Annexes

Annexe 1 : Géométrie des éprouvettes de fluage de type 3715 1

Annexe 2 : Dispositif expérimental pour la simulation des régimes OEI : banc THALIE 2

Annexe 3 : Essais de traction à 1050°C et 1200°C 3

Annexe 4 : Géométrie des éprouvettes de traction 6

Annexe 5 : Simulations du modèle anisotherme 7

Annexe 1 : Géométrie des éprouvettes de fluage de type 3715

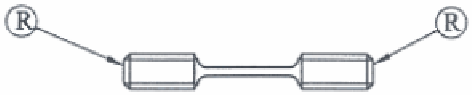
DE / MTA / MR

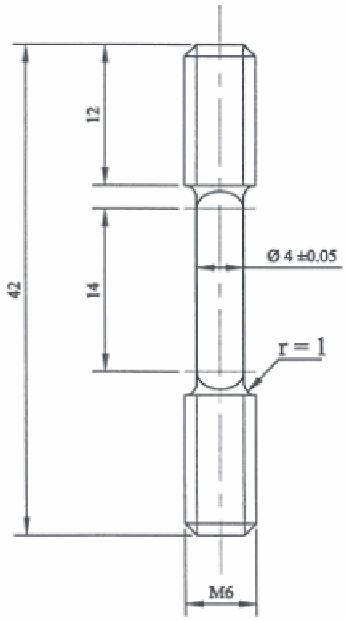
N° Eprouvette: 240000 3715

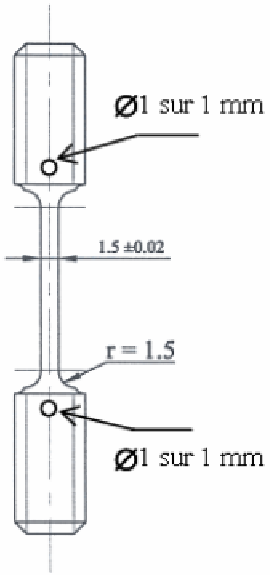
Eprouvette section prismatique

fluage

Ech. 1/1 Repérer les éprouvettes en bout de tête







Tolérances générales :

Conforme à Norme	NF A 03-355	Oui
Indice 1	04/04/2000	
Date création :	09/12/1996	

Ech. 2/1

Ce document est la propriété TURBOMECA. Il ne peut être communiqué ou reproduit sans son autorisation ©

Annexe 2 : Dispositif expérimental pour la simulation des régimes OEI : banc THALIE

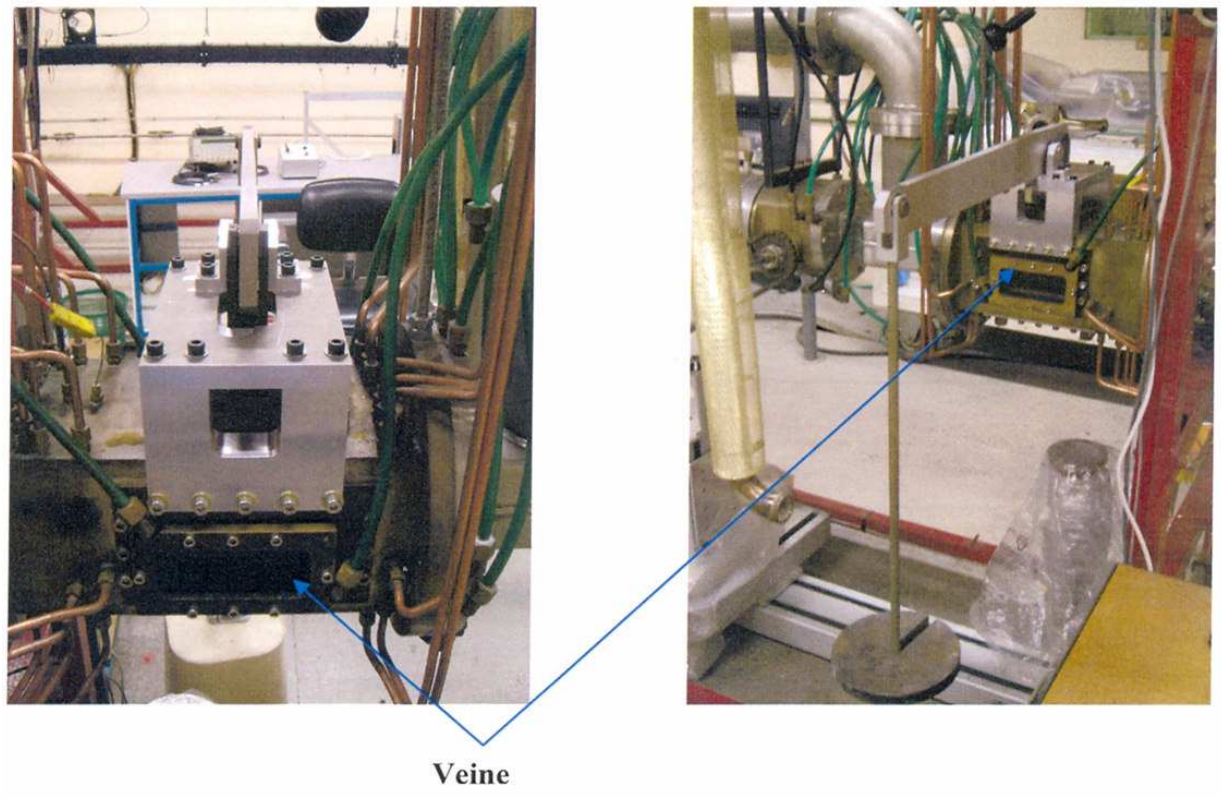


Figure 1: Veine d'essai équipée du bras de levier permettant de charger mécaniquement l'éprouvette

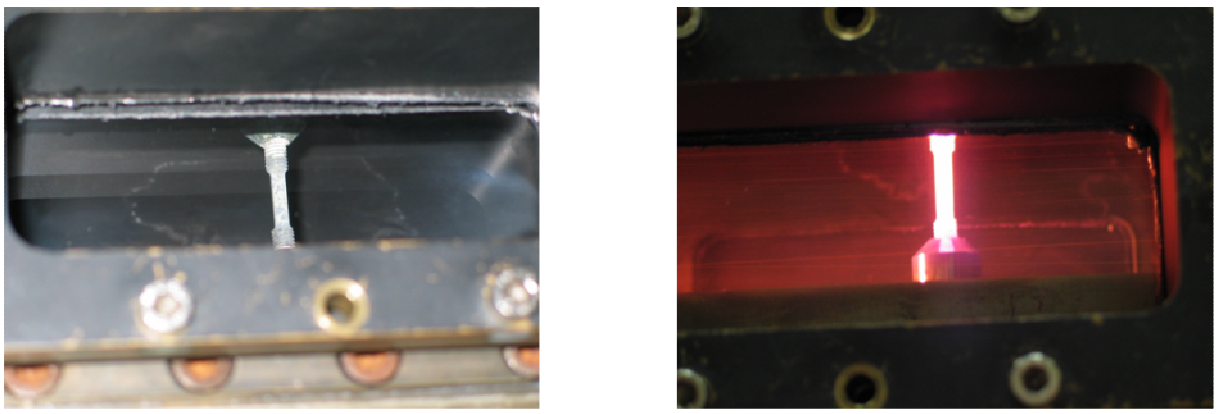


Figure 2: Eprouvette positionnée dans la veine d'essai, avant OEI et pendant OEI

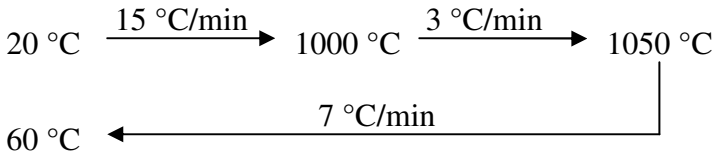
Annexe 3 : Essais de traction à 1050°C et 1200°C

Nous avons réalisé des essais de traction monotone sur MCNG pour différents niveaux de température et différentes vitesses de déformation. Les caractéristiques mécaniques du matériau (E, $\sigma_{0,2\%}$, R_M) ont ainsi été déterminées à 1050°C et 1200°C. Les courbes de traction enregistrées ont surtout permis l'identification des constantes d'une loi viscoplastique de type Chaboche, qui permettra de modéliser le comportement en fluage du matériau (Cf. Chapitre VI).

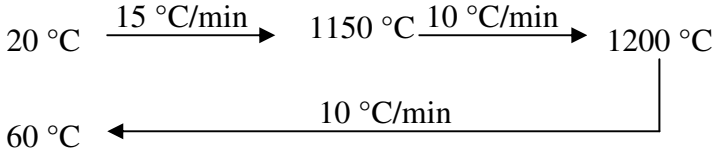
A.1. Matériel expérimental

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique INSTRON 8562 équipée d'une cellule de force de 5 KN. Les essais ont été menés sous air, par pilotage en vitesse de déformation. Le suivi de la déformation s'est fait directement sur les éprouvettes grâce à un extensomètre déporté en céramique de base 12.5 mm avec une capacité de ± 2.5 mm. Les vitesses de déformation imposées ont été 10^{-3}, 10^{-4} et 10^{-5} s^{-1}.
Pour les trois vitesses de déformation, les essais ont été réalisés à 1050°C et 1200°C dans un four à résistances bizone limitant le gradient thermique et autorisant une vitesse de montée en température allant jusqu'à 17°C / min.
Les éprouvettes ont été usinées dans des barreaux de MCNG orienté suivant <001>. Elles ont la même section utile que les éprouvettes de fluage mais une longueur utile de 19 mm (Annexe 4).
Les procédures de chauffe ont été les suivantes :

A 1050°C :



A 1200°C



A.2. Courbes de traction

Les courbes de traction obtenues pour les deux températures d'essai sont reproduites dans les Figure 1 et Figure 2. Les caractéristiques de chacune des courbes sont reportées dans le Tableau 1. Pour chacune des températures, les courbes représentent la contrainte conventionnelle (force/surface initiale) en fonction de la déformation conventionnelle (allongement de la partie utile/longueur utile) de l'éprouvette.

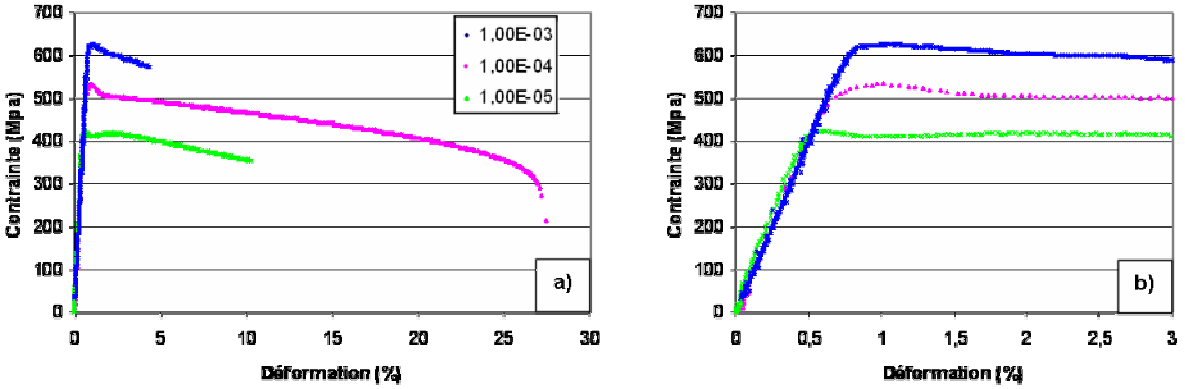


Figure 1: Courbes de traction du MCNG à 1050°C
a) Courbes complètes, b) Zoom sur les 3 premiers % de déformation

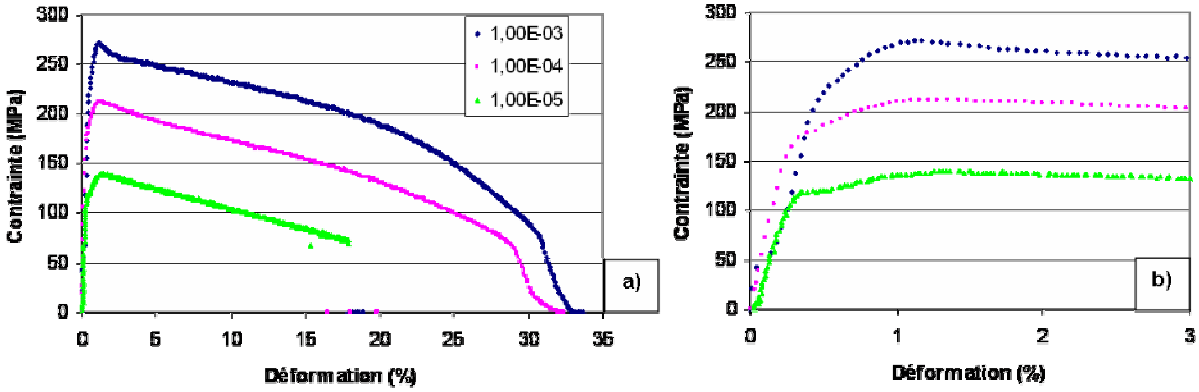


Figure 2: Courbes de traction du MCNG à 1200°C
a) Courbes complètes, b) Zoom sur les 3 premiers % de déformation

Tableau 1: Caractéristiques des courbes de traction
(E est le module d'Young, R_M la contrainte d'écoulement maximale, $\sigma_{0.2\%}$ la limite d'élasticité à 0.2% de déformation, A est la déformation à rupture)

T (°C)	Vitesse (s^{-1})	E (GPa)	R_M (MPa)	$\sigma_{0.2\%}$ (MPa)	A (%) (courbes)	Stabilisation thermique
1050	10^{-3}	83	627			
	10^{-4}	83	533	522	27	
	10^{-5}	83	426	419	10	
1200	10^{-3}	44	271	252	33	10 min
	10^{-4}	59	212	185	32	15 min
	10^{-5}	44	143	119		10 min

De manière générale, les courbes de traction obtenues montrent toutes les mêmes caractéristiques : la résistance maximale de l'alliage est atteinte pour une faible déformation (entre 1 et 2%), il s'en suit une lente phase de déconsolidation qui mène jusqu'à la rupture.

Des faciès de rupture ductiles sont obtenus : de nombreuses cupules sont observées avec la présence de pores au fond de celles-ci (Figure 3). Ces pores, sources de l'endommagement, résultent du processus d'élaboration du monocristal qui produit des microretassures dans les espaces interdendritiques.

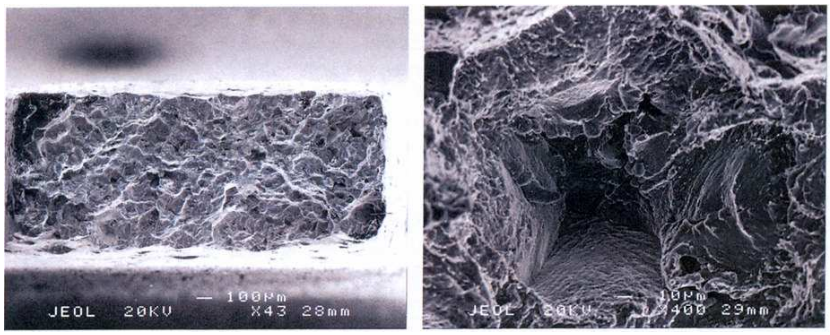


Figure 3: Faciès de rupture de traction à 1050°C sous une vitesse de 1.10^{-4} s^{-1} et agrandissement d'un pore en fond de cupule

A.3. Effets de la température et de la vitesse

L'augmentation de la température abaisse le module d'Young du matériau et le niveau de la contrainte d'écoulement maximale (R_M). A 1200°C, le niveau de déformation plastique pour lequel est atteint R_M est légèrement supérieur à ce qui est obtenu à 1050°C, le matériau est donc logiquement plus ductile à 1200°C. A 1050°C, la limite élastique et R_M ont des valeurs très proches, i.e. la consolidation plastique est très faible. A 1200°C, une fois atteint la limite élastique, un stade de consolidation plastique beaucoup plus important qu'à 1050°C conduit jusqu'à R_M. L'amplitude de ce stade de consolidation plastique est d'autant plus grande que la vitesse de déformation est rapide (Figure 1a et Figure 2a).
Pour les essais à 1200°C, le temps de stabilisation thermique à la température d'essai avant l'application du chargement mécanique est indiqué dans le Tableau 1. Grâce aux résultats des essais de dissolution (Cf. Chapitre III), on peut estimer que la fraction volumique de précipités présente dans le matériau lorsque l'essai débute est comprise entre 50 et 55 %. Cette valeur contribue à une diminution des propriétés mécaniques de l'alliage par abaissement du durcissement structural par rapport aux essais conduits à 1050°C, pour lesquels la fraction de phase γ' est proche de 66 %.
A 1050°C, une fois dépassée R_M, la contrainte diminue d'abord rapidement, puis la déconsolidation est beaucoup plus lente (Figure 1). A 1200°C, ce phénomène n'est observé que pour la plus rapide des vitesses de déformation imposée (Figure 2). On peut noter qu'à 1200°C, pour les vitesses 10^{-4} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1}, les courbes de traction montrent une petite instabilité de déformation à la limite élastique. Il s'agit d'un petit plateau dans les premiers stades de la plastification au cours duquel le matériau cumule de la déformation à contrainte quasi constante. Ce plateau de glissement facile témoigne d'une déformation hétérogène dans l'éprouvette, déformation plastique localisée sur quelques plans cristallins. Ceci a déjà été observé pour le MC2 [1] et le MCNG [2].

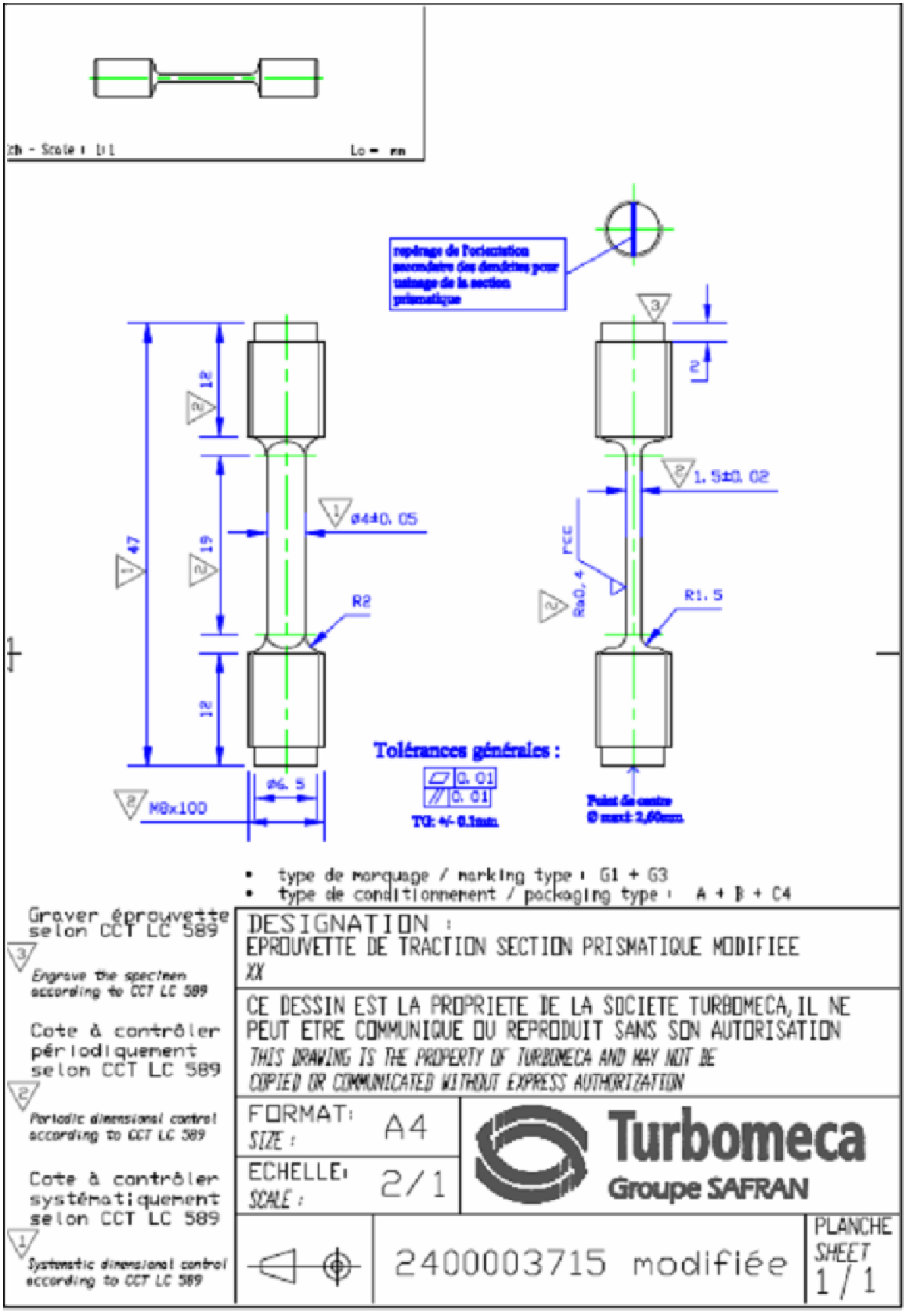
Pour une même température d'essai, le module d'Young du matériau est le même quel que soit la vitesse de déformation imposée (il y a un peu plus de dispersion à 1200°C). R_M et la déformation à rupture augmentent avec la vitesse de déformation (Figure 1 et 2).

Toutes ces observations mettent en évidence le caractère viscoplastique du MCNG.

Bibliographie

1. Cormier, J., *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocrsitallin MC2.* Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2006.
2. Diologent, F., *Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002.

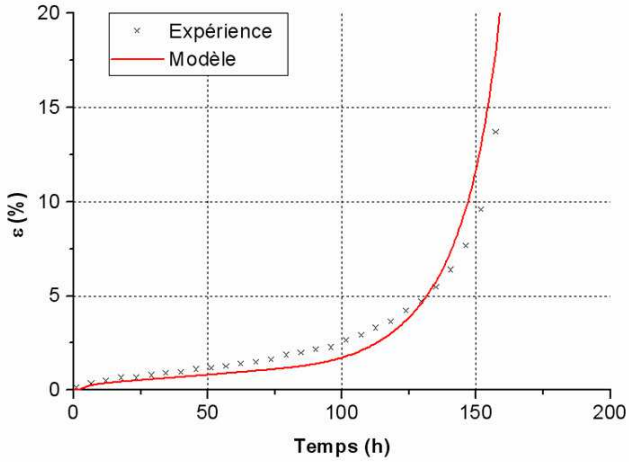
Annexe 4 : Géométrie des éprouvettes de traction



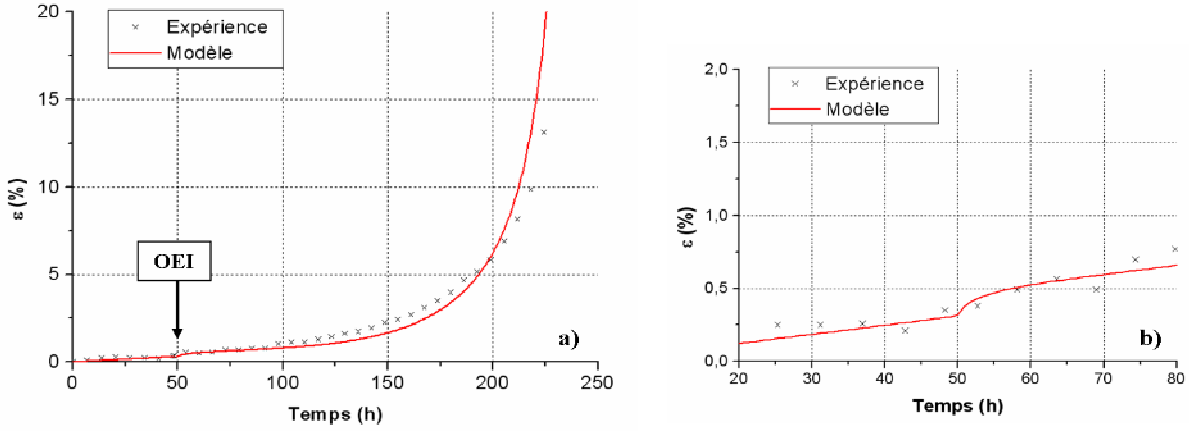
Annexe 5 : Simulations du modèle anisotherme

τ_μ (h)	α (MPa/h)	$t_{pré}$ (h)	t_{acc} (h)	t_{OEI} (s)	θ_∞ (°)	θ_{1res} (°)	τ_{res} (h)
τ_μ (1200°C) = 0.096 τ_μ (1050°C) = 5	!*	0	!	30	!	!	!
		50	!	30		!	!
		50	!	150		!	!
		100	!	30		!	!
		100	!	150		!	!
		200	!	30		!	!
		200	!	150		!	!

Tableau: Constantes du modèle de comportement en fluage anisotherme



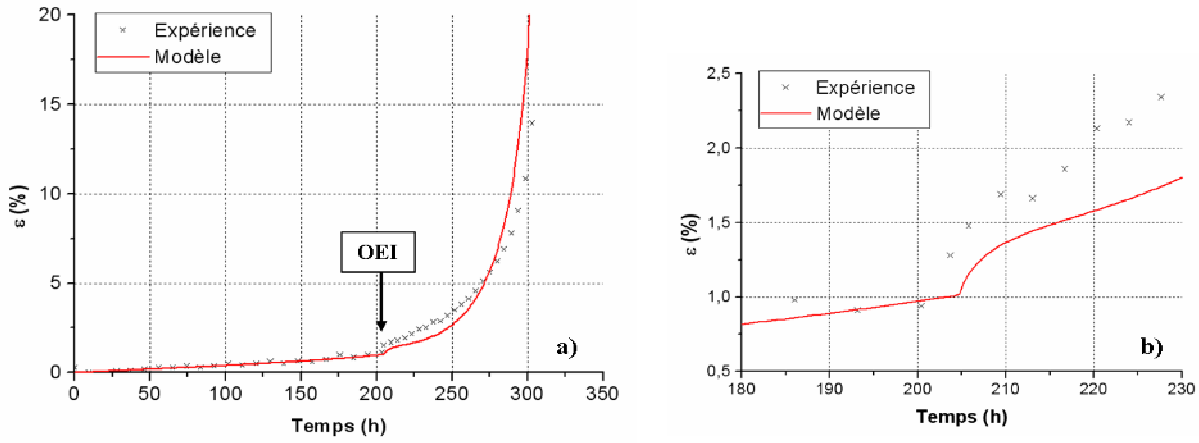
Modélisation d'un OEI initial 30s



Modélisation pour $t_{pré}$ = 50h, t_{OEI} = 30s

a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel

* *! = Contenu Confidentiel Industrie*



Modélisation pour $t_{pré}$ = 200h, t_{OEI} = 30s

a) Courbes totales, b) Zoom autour du primaire résiduel