



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du  
**DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE**

**Délivré par :**  
Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

**Discipline ou spécialité :**  
Science et génie des matériaux

---

**Présentée et soutenue par :**  
Aliou NIANG

**le :** vendredi 30 avril 2010

**Titre :**  
Contribution à l'étude de la précipitation des phases  
intermétalliques dans l'alliage 718

---

**JURY**

Daniel CAILLARD, DR CEMES Toulouse France (Président)  
Thierry GROSDIDIER, Prof. Metz France (Rapporteur)  
Tomáš KRUML, Prof. Brno Czech Republic (Rapporteur)  
Jacques LACAZE, DR CIRIMAT Toulouse France (Examineur)  
Moukrane DEHMAS, MCF Nancy France (Examineur)

---

**Ecole doctorale :**  
Sciences de la Matière (SDM)

**Unité de recherche :**  
Institut Carnot CIRIMAT-ENSIACET

**Directeur(s) de Thèse :**  
Bernard VIGUIER, Prof. Toulouse

**Rapporteurs :**  
Thierry GROSDIDIER, Prof. Metz France  
Tomáš KRUML, Prof. Brno Czech Republic



# *Remerciements*

Tout le travail de cette thèse a été réalisé au sein du laboratoire CIRIMAT de Toulouse et au service TEMSCAN de l'Université Paul Sabatier. C'est donc tout naturellement que je remercie toute notre équipe MEMO du CIRIMAT pour citer Eric Andrieu, Dominique Poquillon, Daniel Monceau, Jacques Lacaze...pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans les meilleures conditions.

Je commence par remercier en premier lieu Daniel Caillard d'avoir accepté de présider mon jury de thèse, Thierry Grosdidier et Tomáš Kruml d'avoir pris le temps de bien lire mon manuscrit en qualité de rapporteurs et aussi Moukrane Dehmas de bien examiner mon travail. Une pensée pour Marie-Christine Lafont pour son aide à la préparation des lames minces pour la microscopie électronique en transmission, sa disponibilité et sa gentillesse. Un grand merci au personnel du service TEMSCAN (Lucien Datas et Laurent Weingartén) pour leur accueil formidable et leur disponibilité. Je remercie chaleureusement Jacques Lacaze de m'avoir initié à l'Analyse Thermique Différentielle et tous les échanges que nous avons eu pendant cette thèse et qui m'ont beaucoup servi.

Je tiens tout particulièrement à remercier Julitte Huez pour sa participation et ses contributions lors des travaux de cette thèse. Je la suis très reconnaissant de m'avoir toujours encouragé durant ces trois années, surtout quand je traversais des périodes très difficiles.

Mes remerciements profonds vont à l'encontre de mon directeur de thèse Bernard Viguiier pour son soutien, sa présence malgré son emploi du temps très chargé. Je le remercie également le fait qu'il m'a beaucoup apporté. Merci à lui d'avoir pris son temps pour la correction de ce manuscrit de thèse.

Je pense également à tous ceux que j'ai côtoyés durant cette thèse et qui ont rendu cette aventure agréable, à mes collègues de bureau, mes collègues thésards, stagiaires...

Je tiens à remercier mon Beau frère Ibrahima Sow qui m'a beaucoup aidé, sans lui je ne serais pas là aujourd'hui et merci également à ma nièce Ndeye Coumba Sow et sa maman Penda NIANG.

Je tiens également à remercier mes parents; ma mère Aminata, mon père, mon ami Abdou à qui je ne manquerais pas de penser et de prier pour qu'il repose en paix. Merci Papa pour tous les efforts que tu as faits pour que je réussisse.

Je remercie ma femme Coumba déjà de m'avoir permis d'être papa de la très jolie Ndaté NIANG. Merci également pour son aide précieuse, sa bonne humeur en toutes circonstances, et ses nombreux encouragements lors de cette aventure.

## **Abstract**

Many structural alloys are strengthened by the presence of precipitates in the grains or at grain boundaries. Nickel based superalloys often present an austenitic  $\gamma$  matrix in which ordered intermetallic phases precipitate. In the alloy Inconel 718, one can find  $\gamma'$   $L1_2$  cubic ordered precipitates together with the compound  $Ni_3Nb$  in its metastable form  $\gamma''$  ( $D0_{22}$  - tetragonal) or the stable phase  $\delta$  ( $D0_a$  - orthorhombic). The incidence of those precipitates on macroscopic properties of the alloy 718 is well known and widely used in industrial applications. However the mechanisms responsible for the precipitation and transformation of these phases are not fully understood, which motivated the present study.

The alloy microstructure has been observed by optical microscopy (OM) and electron microscopy (scanning and transmission, SEM and TEM) in the as received state as well as after heat treatment (isothermal and anisothermal). Differential thermal analysis (DTA) was used to determine the precipitation and dissolution temperatures of the phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  and  $\delta$ . Various precipitation microstructures were obtained by heat treatments based on available TTT diagrams. Some of the structural defects present in  $\gamma''$  and  $\delta$  precipitates have been characterised by lattice imaging TEM observations. It is shown that stacking faults in  $\gamma''$  phase can act as a seed for the germination of  $\delta$ . The structure of the  $\delta/\gamma$  interface and the orientation defects in  $\delta$  lamellae suggest that the growth of  $\delta$  phase occurs directly from the matrix (and not by transformation of the  $\gamma''$  phase).

**Keywords** : Alloy 718, precipitation,  $Ni_3Nb$ , lattice imaging, transmission electron microscopy, thermal analysis

## Résumé

De nombreux alliages de structure doivent leurs propriétés mécaniques à la présence de précipités inter ou intragranulaires. Ainsi les superalliages à base nickel, de matrice austénique  $\gamma$ , sont souvent renforcés par des précipités de phases intermétalliques ordonnées. Au sein de l'alliage Inconel 718, outre la phase  $\gamma'$  de structure  $L1_2$  (cubique simple), on trouve des précipités de  $Ni_3Nb$  sous la forme métastable  $\gamma''$  ( $D0_{22}$  - tétragonal centré) ou sous la forme stable  $\delta$  ( $D0_a$  - orthorhombique). Le rôle des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sur les propriétés macroscopiques de l'alliage est connu et largement utilisé en contexte industriel. Cependant les mécanismes de précipitation et de transformation de ces précipités ne sont toujours pas complètement élucidés, ce qui a motivé ce travail.

La microstructure de l'alliage a été caractérisée par microscopie optique (MO) et électronique (à balayage et en transmission ; MEB et MET) dans l'état de livraison et après des traitements thermiques isothermes et anisothermes. Les essais d'analyse thermique différentielle (ATD) nous ont permis de préciser les domaines de température de précipitation et de dissolution des différentes phases présentes ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ). Différents états de précipitation ont été obtenus à l'aide de traitements thermiques isothermes basés sur les diagrammes temps-température-transformation (T.T.T.) disponibles dans la littérature. Les observations en MET « à haute résolution » des précipités des phases  $\delta$  et  $\gamma''$  ont permis de caractériser certains des défauts structuraux présents dans ces précipités. Nous montrons ainsi que les défauts d'empilement au sein de la phase  $\gamma''$  peuvent servir de germes pour la précipitation de  $\delta$ . Alors que la structure des interfaces  $\delta/\gamma$  ainsi que les défauts d'orientation au sein des lamelles de  $\delta$  suggèrent que la croissance de la phase  $\delta$  a lieu directement à partir de la matrice  $\gamma$ .

**Mots clefs** : Alliage 718, précipitation,  $Ni_3Nb$ , microscopie électronique en transmission, analyse thermique

# Sommaire

---

<b>Chapitre I - Introduction et contexte de l'étude</b> .....	<b>5</b>
---	----------

---

## **Chapitre II - Etude bibliographique de la précipitation des phases dans l'alliage**

<b>718</b> .....	<b>10</b>
II.1. L'inconel 718 et les superalliages à base nickel .....	<b>10</b>
II.2. Cristallographie des phases dans l'alliage 718.....	<b>11</b>
II.2.1. Structures cristallographiques des différentes phases .....	11
II.2.2. Nature des plans et directions compacts.....	13
II.2.3. Séquences d'empilement.....	15
II.2.4. Projection selon les différentes directions compactes dans $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$ .....	17
II.2.4.1. Projection de la structure A1( $\gamma$ ) le long de la direction $\langle 110 \rangle$ .....	18
II.2.4.2. Projection de la structure D0 <sub>22</sub> le long des directions $[201]_{\gamma''}$ et $[110]_{\gamma''}$ .....	18
II.2.4.3. Projection de la structure D0 <sub>a</sub> le long des directions $[100]_{\delta}$ et $[102]_{\delta}$ .....	20
II.3. Observation de la précipitation des phases .....	<b>21</b>
II.3.1. Précipitation de $\gamma'$ et $\gamma''$ .....	23
II.3.2. Précipitation de la phase $\delta$ .....	29
II.3.3. Structure et défauts dans les précipités $\gamma''$ et $\delta$ .....	31
II.3.3.1. Structure des défauts dans $\gamma''$ .....	31
II.3.3.2. Défauts d'interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	32
II.3.3.3. Défauts au sein de $\delta$ .....	36
II.4. Diagrammes Temps Température Transformations (T.T.T).....	<b>36</b>
II.5. Essais d'Analyse Thermique Différentielle (A.T.D.) .....	<b>39</b>
II.6. Diagrammes Transformation refroidissement Contrôlé (TRC).....	<b>41</b>
II.7. Conclusion.....	<b>42</b>

---

## **Chapitre III - Matériau et méthodes expérimentales** .....

<b>44</b> .....	<b>44</b>
III.1. Matériau étudié .....	44
III.1.1. Découpe et repérage des échantillons .....	44
III.1.2. Composition chimique de l'alliage .....	45
III.1.3. Traitement thermique .....	46
III.2. Méthodes expérimentales .....	<b>46</b>
III.2.1. Analyse Thermique Différentielle (ATD).....	46
III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX) .....	47
III.2.3. Observations métallographiques .....	48
III.2.3.1. Préparations des échantillons et attaques.....	48
III.2.3.2. Microscopie optique (MO) .....	48
III.2.3.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	48
III.2.4. Microscopie électronique à transmission (MET).....	49
III.2.4.1. Préparation d'échantillons .....	49

III.2.4.2. Caractéristiques principales des microscopes utilisés .....	50
III.2.4.2.1. JEOL-JEM 2010.....	50
III.2.4.2.2. JEOL-JEM 2100 F .....	50
III.2.4.2.3. JEOL-JEM-1011 .....	50
III.2.4.2.4. JEOL-JEM-1400 .....	50
III.2.5. Analyses d'images.....	51

---

## **Chapitre III - Matériau et méthodes expérimentales..... 44**

III.1. Matériau étudié .....	<b>44</b>
III.1.1. Découpe et repérage des échantillons .....	44
III.1.2. Composition chimique de l'alliage .....	45
III.1.3. Traitement thermique .....	46
III.2. Méthodes expérimentales .....	<b>46</b>
III.2.1. Analyse Thermique Différentielle (ATD).....	46
III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX) .....	47
III.2.3. Observations métallographiques .....	48
III.2.3.1. Préparations des échantillons et attaques.....	48
III.2.3.2. Microscopie optique (MO) .....	48
III.2.3.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	48
III.2.4. Microscopie électronique à transmission (MET).....	49
III.2.4.1. Préparation d'échantillons .....	49
III.2.4.2. Caractéristiques principales des microscopes utilisés .....	50
III.2.4.2.1. JEOL-JEM 2010.....	50
III.2.4.2.2. JEOL-JEM 2100 F .....	50
III.2.4.2.3. JEOL-JEM-1011 .....	50
III.2.4.2.4. JEOL-JEM-1400 .....	50
III.2.5. Analyses d'images.....	51

---

## **Chapitre IV - Caractérisation de la précipitation des phases à l'état de réception..... 54**

IV.1. Caractérisation microscopique .....	<b>54</b>
IV.1.1. Morphologie et taille des grains.....	54
IV.1.2. Morphologie et fraction surfacique de la phase $\delta$ .....	55
IV.1.3. Morphologie des précipités $\gamma'$ et $\gamma''$ .....	57
IV.2. Analyses par diffraction des rayons X.....	<b>60</b>
IV.2.1. La phase $\gamma$ .....	60
IV.2.2. La phase $\delta$ .....	61

---

## **Chapitre V - Etude de l'évolution isotherme et anisotherme de la précipitation des phases..... 66**

V.1. Traitements thermiques anisothermes : Analyse Thermique Différentielle .....	66
V.1.1. Détermination de la température de solvus de $\delta$ .....	66
V.1.1.1. Echantillons utilisés .....	66
V.1.1.2. Technique utilisée .....	67
V.1.2. Effet de la vitesse de chauffage sur le matériau de base .....	70

V.1.3. Effet du temps de maintien sur la précipitation des phases.....	71
V.1.4. Effet de la température haute de chauffage sur la précipitation des phases .....	72
V.1.4.1. Caractérisation de la phase $\delta$ .....	75
V.1.4.2. Précipitation de la phase $\gamma''$ .....	79
V.2. Traitements thermiques isothermes et caractérisations.....	<b>88</b>
V.2.1. Etat de réception .....	88
V.2.2. Mise en solution 1020°C/30 min.....	89
V.2.3. Mise en solution 1100°C/1h.....	89
V.3. Conclusions.....	<b>92</b>

---

<b>Chapitre VI - Caractérisation des défauts dans les précipités <math>\gamma''</math> et <math>\delta</math>.....</b>	<b>94</b>
VI.1. Dislocations et défauts d'empilements au sein des précipités $\gamma''$ .....	<b>94</b>
VI.1.1. Observations des défauts au sein des précipités $\gamma''$ le long de la direction [101].	96
VI.1.2. Observation des défauts au sein des précipités $\gamma''$ le long de la direction $[1\bar{1}0]$ .	97
VI.2. Caractérisation des défauts au sein des précipités de la phase $\delta$ .....	<b>101</b>
VI.2.1. Différents variants de la phase $\delta$ ( $\delta_1$ et $\delta_2$ ) .....	104
VI.2.1.1. Observations par microscopie électronique en transmission conventionnel....	104
VI.2.1.2. Observations par microscopie électronique en transmission haute résolution	108
VI.3. Défauts d'interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	<b>112</b>
VI.3.1. Désaccord paramétrique (misfit) et dislocation d'interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	112
VI.3.2. Superposition des phases .....	115
VI.3.2.1. Rappel sur les similitudes des phases $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$ .....	115
VI.3.2.2. Observations des similitudes des phases $\gamma''$ et $\delta$ .....	115
VI.4. Conclusions .....	<b>124</b>

---

<b>Chapitre VII - Discussion de synthèse.....</b>	<b>126</b>
VII.1. Observation de la précipitation de la phase $\gamma'$ .....	<b>126</b>
VII.1.1. Evolution du facteur de structure de la réflexion (100) de la phase $\gamma'$ avec la composition chimique de l'alliage : .....	127
VII.1.2. Température de solvus de la phase $\gamma'$ .....	129
VII.2. Traitements thermiques isothermes.....	<b>129</b>
VII.3. Précipitation de la phase $\delta$ à partir des précipités intragranulaire de $\gamma''$ .....	<b>133</b>
VII.4. Désaccord paramétrique entre $\gamma$ et $\delta$ .....	<b>134</b>

<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>136</b>
--	------------

---

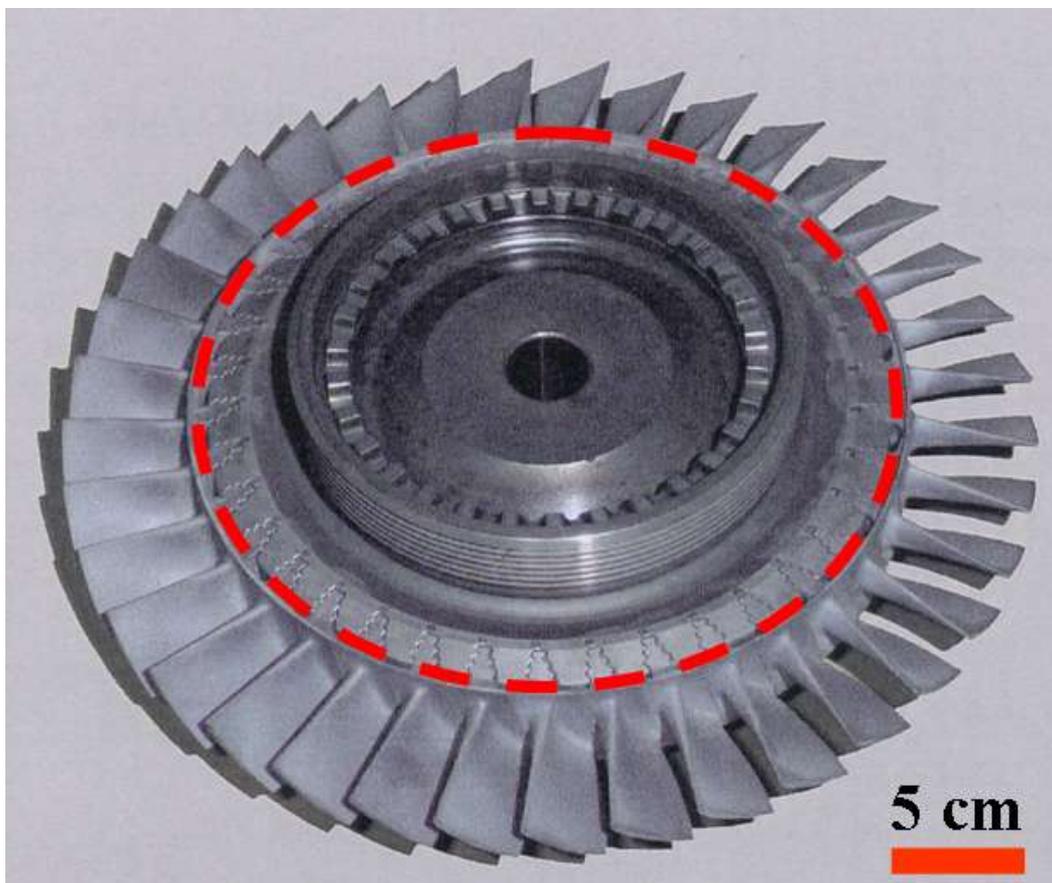
<b>References bibliographiques.....</b>	<b>139</b>
---	------------

---

<b>Annexes .....</b>	<b>146</b>
----------------------	------------

## Chapitre I - Introduction et contexte de l'étude

L'alliage Inconel 718 est un alliage de structure qui possède une très forte résistance mécanique, utilisé dans des gammes de températures intermédiaires allant jusqu'à 600 ou 700°C. C'est un alliage qui permet d'obtenir des pièces à hautes propriétés mécaniques destinées aux industries aéronautiques et de l'énergie. Cet alliage présente aussi une bonne résistance à l'oxydation dans la gamme de température intermédiaire citée précédemment. Sur la figure I-1 nous présentons une image d'un disque de turbine d'un moteur de l'aéronautique dont la partie centrale est fabriquée avec de l'alliage Inconel 718.



**Figure I - 1** : Image d'un disque de turbine utilisé dans l'industrie aéronautique dont la partie encadrée est fabriquée avec de l'alliage Inconel 718.

C'est aussi un alliage qui se prête à la mise en forme par forgeage et par matriçage et, du fait de la nature des phases pouvant se former, il est possible de contrôler sa microstructure afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques. Le durcissement de l'Inconel 718 résulte de la précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  lors de son élaboration par coulée puis forgeage suivi d'un

traitement thermique dit "standard". Ce dernier a pour but de faire précipiter  $\gamma'$  et  $\gamma''$  avec une forme et une répartition au sein de l'alliage qui permettent d'avoir un maximum de résistance.

Il est généralement réalisé en trois étapes :

- ✓ chauffage jusqu'à 955°C et maintien à cette température pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau ;
- ✓ chauffage jusqu'à 720°C et maintien pendant 8 heures à cette température ;
- ✓ refroidissement jusqu'à 620°C avec une vitesse de 56°C par heure et maintien pendant huit heures suivi d'un refroidissement à l'air.

La première étape permet de remettre en solution les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , tandis que les deux dernières permettent de faire précipiter  $\gamma'$  et  $\gamma''$ .

La métallurgie des alliages de structure fait très souvent appel à des phénomènes de précipitation d'une seconde phase au sein de l'alliage. Nous pouvons citer deux applications principales des phénomènes de précipitation :

- ✓ le durcissement par précipitation qui fait appel à une distribution très fine de particules qui freinent le mouvement des dislocations,
- ✓ le contrôle de la microstructure par des précipités stables aux joints de grain (pour assurer le maintien de la taille des grains lors du forgeage à haute température).

L'alliage 718 est un polycristal à base de nickel qui contient de nombreux éléments d'alliage dont les principaux sont : le fer, le chrome, l'aluminium, le titane et le niobium. Au sein de la matrice austénitique (solution solide désordonnée A1 – cubique à faces centrées) on trouve des précipités  $\gamma'$  (structure ordonnée  $L1_2$  de composition  $Ni_3(Ti, Al)$  – cubique simple) et des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$  qui sont les formes métastable et stable de précipitation de  $Ni_3Nb$ . Les précipités  $\gamma''$  ont une structure ordonnée  $D0_{22}$  (tétraogonal centré), ils sont finement répartis dans le grain et assurent le durcissement de l'alliage. Quand les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont présents, ils font obstacle au mouvement des dislocations, ce qui procure à l'alliage sa très grande résistance. Les précipités  $\delta$  de structure  $D0_a$  (orthorhombique) peuvent être aciculaires ou globulaires. Le rôle des précipités intermétalliques  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sur les différentes propriétés macroscopiques de l'alliage est connu et largement appliqué en contexte industriel. Cependant les mécanismes de genèse de ces précipités ne sont toujours pas parfaitement compris. Cette étude portera donc sur un travail de compréhension des mécanismes de précipitation de ces phases au sein de l'alliage 718.

Ce mémoire s'articule autour de six grandes parties :

- ✓ La première est une étude bibliographique de la précipitation au sein de l'alliage 718 qui sera composée de trois grands volets : le premier sera consacré à une étude de la

cristallographie des phases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Le second volet sera consacré à l'observation de la morphologie des précipités des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  et des défauts qui peuvent apparaître au sein des précipités de la phase métastable  $\gamma''$  et de la phase stable  $\delta$ . Le dernier sera consacré à une étude des diagrammes de phases TTT (Temps-Température- Transformation) et TRC (Transformation en Refroidissement Continue) disponibles dans la littérature sur cet alliage. Ces diagrammes TTT et TRC nous permettront de connaître les domaines de précipitation des différentes phases ainsi que l'influence de la vitesse de refroidissement sur la précipitation.

- ✓ Dans le chapitre III, nous présenterons le matériau étudié ainsi que ses conditions d'élaboration et les différentes techniques expérimentales employées.
- ✓ Le chapitre IV sera consacré à la caractérisation de la précipitation des phases de l'alliage à l'état de réception. Ce chapitre s'articule autour de deux volets. Nous débuterons par une caractérisation microscopique (Microscopie Optique (MO), Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et à transmission (MET)). Ces techniques de caractérisation nous permettront de caractériser la microstructure au sein de l'alliage et la morphologie des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$ . L'autre volet sera consacré à la caractérisation de l'alliage par diffraction des rayons X (DRX). Cette technique de caractérisation nous permettra d'évaluer entre autres les paramètres de maille expérimentaux de la matrice  $\gamma$  ainsi que ceux de la phase  $\delta$ .
- ✓ Le chapitre V portera sur une étude de l'évolution de la précipitation des phases lors de traitements thermiques anisothermes et isothermes. En ce qui concerne les traitements thermiques anisothermes, nous effectuerons des essais d'Analyse Thermique Différentielle (ATD) afin de préciser les domaines de température de précipitation et de dissolution des différentes phases présentes ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ). Les traitements thermiques isothermes seront réalisés sur des échantillons à l'état de réception et sur des échantillons ayant subi des mises en solution. Les échantillons obtenus après traitements thermiques isothermes et anisothermes, seront caractérisés par microscopie électronique à balayage et à transmission.
- ✓ Le chapitre VI sera consacré à une étude portant sur la caractérisation des défauts au sein des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$ . Cette technique de caractérisation nécessite des observations par Microscopie électronique à transmission haute résolution (METHR). Elle nous permettra de caractériser la nature et le rôle important des défauts au sein des précipités métastables  $\gamma''$  et des précipités stables  $\delta$ .

## CHAPITRE I – Introduction et contexte de l'étude

---

- ✓ Des discussions de synthèse des résultats que nous avons obtenus seront présentées au chapitre VII.
- ✓ Nous finirons ainsi par des conclusions et perspectives.

## Sommaire

---

<b>Chapitre II - Etude bibliographique de la précipitation des phases dans l’alliage 718</b> .....	10
II.1. L’inconel 718 et les superalliages à base nickel .....	10
II.2. Cristallographie des phases dans l’alliage 718.....	11
II.2.1. Structures cristallographiques des différentes phases .....	11
II.2.2. Nature des plans et directions compacts.....	13
II.2.3. Séquences d’empilement.....	15
II.2.4. Projection selon les différentes directions compactes dans $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$ .....	17
II.2.4.1. Projection de la structure A1( $\gamma$ ) le long de la direction $\langle 110 \rangle$ .....	18
II.2.4.2. Projection de la structure D0 <sub>22</sub> le long des directions $[201]_{\gamma''}$ et $[110]_{\gamma''}$ .....	18
II.2.4.3. Projection de la structure D0 <sub>a</sub> le long des directions $[100]_{\delta}$ et $[102]_{\delta}$ .....	20
II.3. Observation de la précipitation des phases .....	21
II.3.1. Précipitation de $\gamma'$ et $\gamma''$ .....	23
II.3.2. Précipitation de la phase $\delta$ .....	29
II.3.3. Structure et défauts dans les précipités $\gamma''$ et $\delta$ .....	31
II.3.3.1. Structure des défauts dans $\gamma''$ .....	31
II.3.3.2. Défauts d’interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	32
II.3.3.3. Défauts au sein de $\delta$ .....	36
II.4. Diagrammes Temps Température Transformations (T.T.T).....	36
II.5. Essais d’Analyse Thermique Différentielle (A.T.D.) .....	39
II.6. Diagrammes Transformation refroidissement Contrôlé (TRC) .....	41
II.7. Conclusion.....	42

---

## Chapitre II - Etude bibliographique de la précipitation des phases dans l’alliage 718

### II.1. L’inconel 718 et les superalliages à base nickel

Les superalliages à base nickel possèdent généralement une matrice austénitique  $\gamma$  de structure cubique à faces centrées (C.F.C) qui est durcie par précipitation d’une seconde phase. Cette dernière est souvent une phase intermétallique ordonnée du type  $A_3B$  nommée  $\gamma'$  dont la formule est  $Ni_3(Al, Ti)$ .

L’inconel 718 présente en plus de la phase  $\gamma'$ , une phase  $\gamma''$  de structure ordonnée  $D0_{22}$  (tétraгонаle centrée) et une phase  $\delta$  de structure  $D0_a$  (orthorhombique). Les précipités  $\gamma''$  et  $\delta$  sont les formes métastable et stable de  $Ni_3Nb$ . Les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont finement répartis dans les grains de manière homogène et assurent le durcissement de l’alliage [Obl74, Kot68, Pau69]. La phase  $\delta$ , quant à elle, permet de contrôler la taille des grains en ralentissant le déplacement des joints de grain par effet d’ancrage mécanique et permet d’optimiser la ductilité à la rupture [Fel89, Sla97a, Xie05]. Les travaux de Coste et ses collaborateurs [Cos05] ont montré que pour des fractions volumiques comprises entre 0 et 10 %, la phase  $\delta$  permet de contrôler la taille de grain, mais pour des teneurs plus élevées, elle entraîne un adoucissement et parfois une fragilisation de l’alliage.

Alliage	Ni	Fe	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Si	C
625	61,00	2,50	21,50	9,00	0,20	0,20	3,60	0,25	0,02
706	41,50	40,00	16,00	-	0,20	0,20	2,90	0,18	0,01
<b>718</b>	<b>52,50</b>	<b>19,00</b>	<b>19,00</b>	<b>3,00</b>	<b>0,50</b>	<b>0,90</b>	<b>5,30</b>	-	<b>0,04</b>

**Tableau II - 1** : Composition chimique moyenne nominale en poids de quelques superalliages à base nickel utilisés dans le domaine nucléaire [Pat01].

Le tableau II-1 nous montre la diversité des éléments chimiques contenus dans l’alliage 718 et la comparaison avec d’autres alliages base nickel. Le nickel est le constituant de base de l’alliage 718, il a une forte influence sur la limite d’élasticité et sur la contrainte à la rupture en fluage. La présence du fer constitue un facteur économique tendant à abaisser le prix de revient de l’alliage. Mais cet élément abaisse la tenue à la corrosion et à l’oxydation. Le chrome assure à l’alliage une bonne résistance à l’oxydation en formant une couche d’oxyde  $Cr_2O_3$  en surface. Il participe aussi au durcissement en solution solide (durcissement mécanique par distorsion du réseau). Sa teneur doit être inférieure à 19 % pour garder une bonne forgeabilité. Le molybdène améliore les propriétés mécaniques de l’alliage à hautes

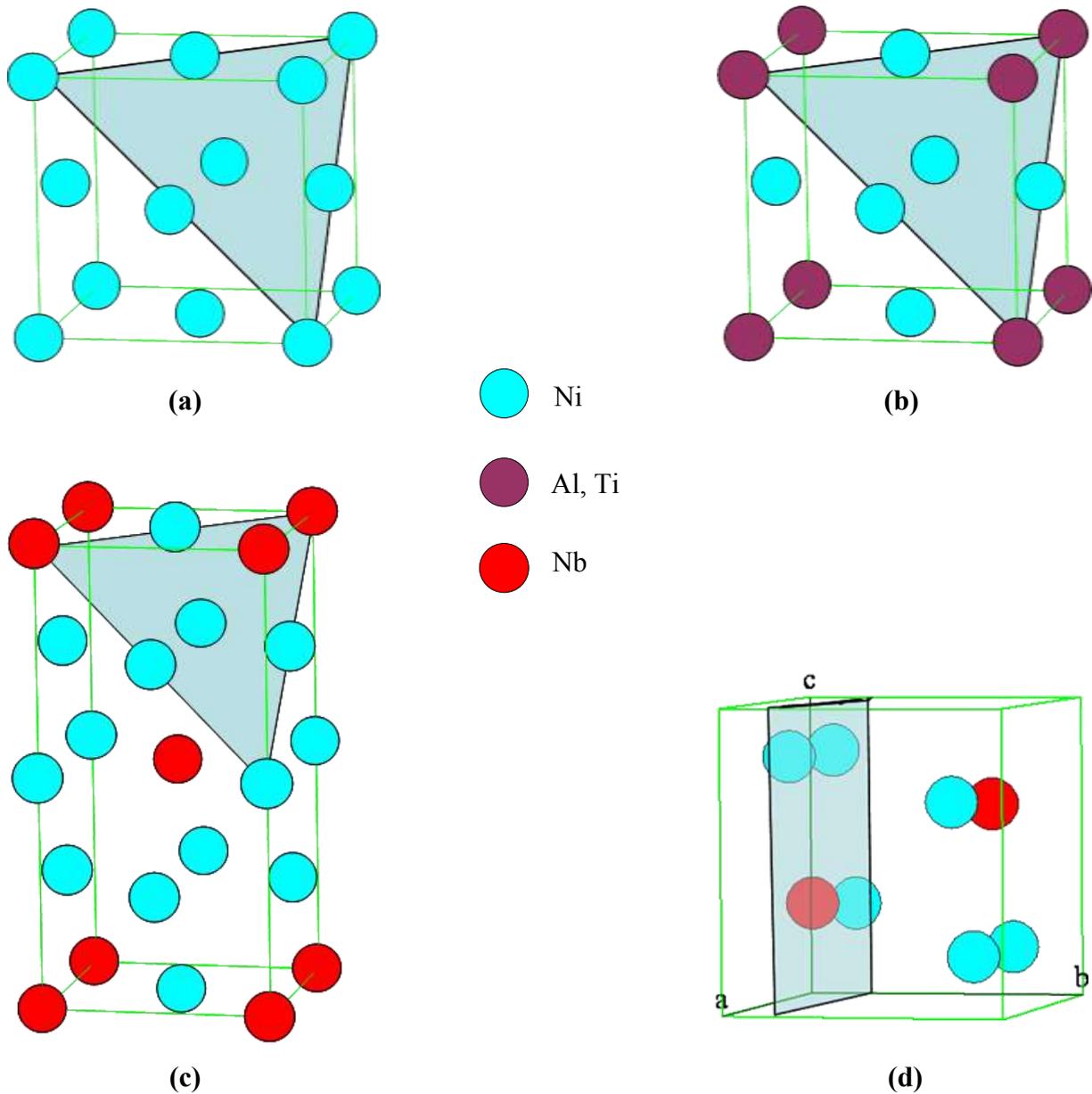
températures grâce à un durcissement par solution solide. De même que le chrome, il peut aussi avoir un effet néfaste sur la forgeabilité s’il est présent en trop grande quantité. Le titane participe au durcissement par précipitation en formant de la phase  $\gamma'$ . Bien qu’il améliore les propriétés mécaniques, sa teneur doit rester faible car il réduit aussi la ductilité. Une teneur de 1 % offre le meilleur compromis entre les propriétés en traction et les propriétés en fluage. L’aluminium est l’un des constituants des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Le niobium est le principal élément contribuant au durcissement par précipitation. Il forme avec le nickel les précipités  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), il est également présent à la phase  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). Rizzo et ses collaborateurs [Riz69] ont effectué des travaux montrant que la dureté et la limite d’élasticité de l’alliage 718 augmentent de façon quasi linéaire avec la concentration en niobium. Le titane et le niobium sont des éléments très carburigènes et forment avec le carbone présent dans l’alliage des carbures de niobium (NbC) et de titane (TiC) [Sla93b]. La formation du carbure de niobium réduit le durcissement de l’alliage après fixation d’une partie du niobium [Ram72]. Des travaux plus récents de Fu et ses collaborateurs [Fu09] ont montré que les températures de solvus et les fractions volumiques des différentes phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  dépendent de la teneur en différents éléments d’alliage en particulier : Al, Ti et Nb. Ces auteurs [Fu09] ont aussi montré que les propriétés mécaniques optimales de l’alliage 718 sont obtenues avec une composition chimique de 1 % d’aluminium, 1 % de titane et 5,5 % de niobium.

### II.2. Cristallographie des phases dans l’alliage 718

L’alliage 718 possède une microstructure très complexe du fait de la précipitation des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  au sein de la matrice  $\gamma$ . Nous allons essayer d’étudier les structures cristallographiques de ces phases. Ces structures peuvent être vues comme des empilements compacts de sphères dures. La phase  $\gamma$  a une structure désordonnée, tandis que  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sont ordonnées. Les plans ordonnés sont identiques pour  $\gamma''$  et  $\delta$ . Dans chacune de ces structures ordonnées ou désordonnées nous présenterons les plans ainsi que les directions compactes. Nous présenterons également les projections atomiques selon les directions compactes dans  $\gamma$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ .

#### II.2.1. Structures cristallographiques des différentes phases

Les structures cristallographiques de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  de l’alliage sont présentées sur la figure II-1. Sur cette figure nous apercevons les mailles des différentes phases. Des détails sur la cristallographie de ces phases seront donnés en annexe A.



**Figure II - 1:** Représentation schématique des structures cristallologiques correspondant à la phase  $\gamma$  (a) ( $A1$ ), à la phase  $\gamma'$  (b) ( $L1_2$ ), à la phase  $\gamma''$  (c) ( $D0_{22}$ ) et à la phase  $\delta$  (d) ( $D0_a$ ).

La figure II-1 (a) représente la maille cubique à faces centrées (CFC) de la structure désordonnée de type  $A_1$  de la phase  $\gamma$ . La valeur du paramètre de maille  $a$  du nickel pur est de 0,3523 nm [Vi197]. Cette valeur est plus faible que celle trouvée par Sundararaman et Mukhopadhyay [Sun88] dans l’alliage 718 qui est de 0,3616 nm. Ceci nous montre une dilatation de la maille  $\gamma$  dans l’alliage 718. La figure II-1 (b) présente la maille cubique simple (C.S) de la structure ordonnée de type  $L1_2$  de la phase  $\gamma'$  avec un motif à 4 atomes de composition  $Ni_3(Ti, Al)$ . La valeur du paramètre de maille  $a$  du composé pur est de 0,3570 nm [Moh92]. Cette valeur est également plus faible que celle trouvée par Sundararaman et

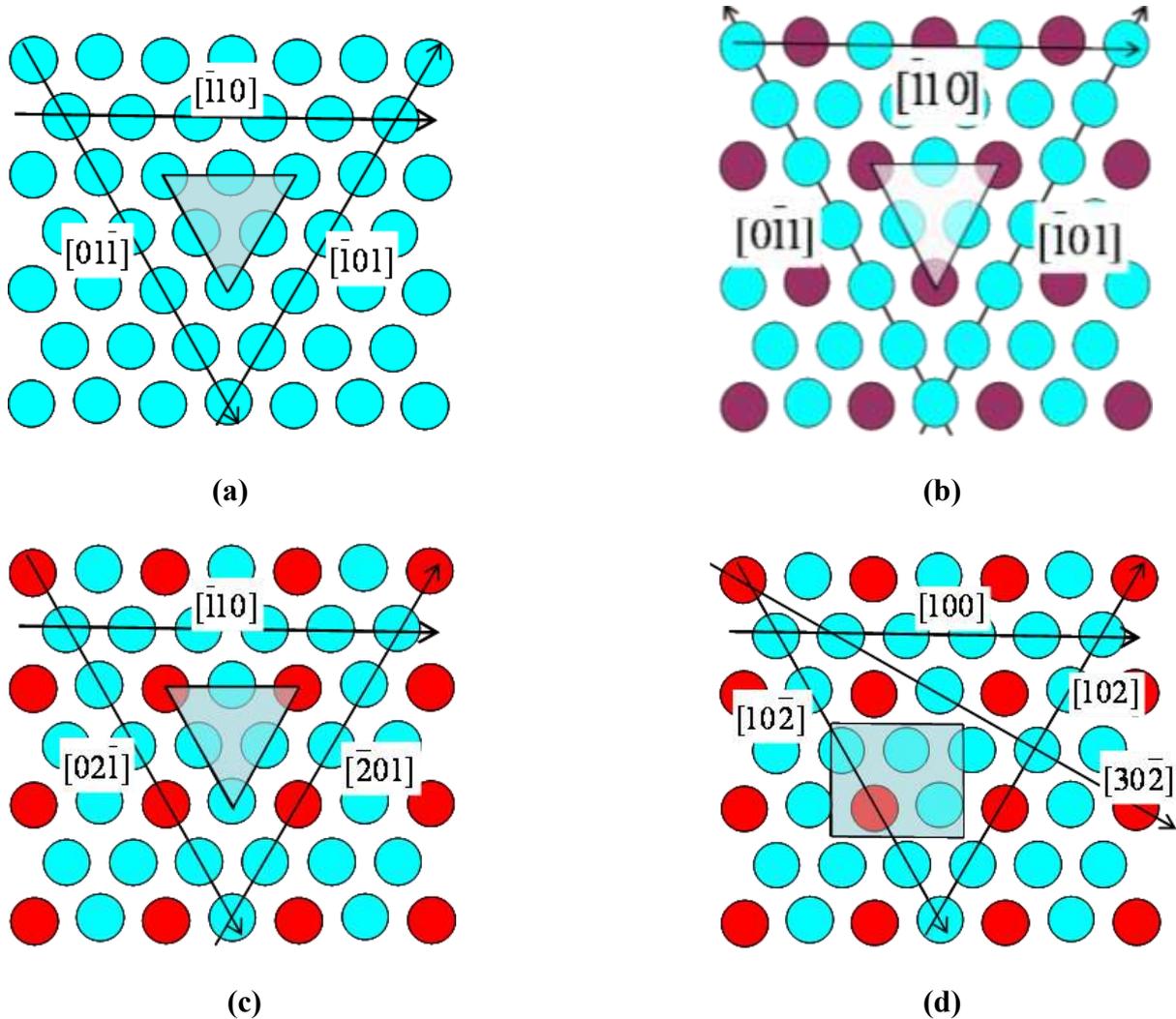
Mukhopadhyay [Sun88] dans l’alliage 718 qui est de 0,3620 nm. La maille de la structure ordonnée du système quadratique centré  $D0_{22}$  de la phase  $\gamma''$  est présentée sur la figure II-1 (c). Les valeurs des paramètres de maille a et c du composé  $Ni_3Nb$  pur sont respectivement 0,362 et 0,741 nm [Kau69] (rapport  $c/a \approx 2,05$ ). Les valeurs des paramètres de maille a et c trouvées par Sundararaman et Mukhopadhyay [Sun88] dans l’alliage 718 sont respectivement 0,3624 et 0,7046 nm (rapport  $c/a \approx 1,94$ ). Les valeurs des rapports  $c/a$  montrent une contraction selon c de  $\gamma''$  dans l’alliage 718 [Sun88]. Tandis que les résultats obtenus par Kaufman et ses collaborateurs [Kau69] ont montré plutôt une dilatation selon c de  $\gamma''$ . La maille de  $\gamma''$  peut être vue comme une superposition de deux mailles C.F.C de la matrice  $\gamma$ . La figure II-1 (d) présente la maille de la structure ordonnée du système orthorhombique  $D0_a$  de la phase  $\delta$ . Les valeurs respectives des paramètres de maille a, b et c du  $Ni_3Nb$  orthorhombique sont 0,5114, 0,4244 et 0,4538 nm [Fan92]. Les valeurs des paramètres de maille a, b et c trouvées par Sundararaman et Mukhopadhyay [Sun88] dans l’alliage 718 sont respectivement 0,5141, 0,4231 et 0,4534 nm. Nous remarquons qu’il n’y a pas d’écart considérable entre les valeurs des paramètres de maille trouvées avec du  $Ni_3Nb$  orthorhombique pur et du  $Ni_3Nb$  orthorhombique dans l’alliage inconel 718.

### II.2.2. Nature des plans et directions compacts

Les plans compacts ou denses sont des plans de plus grande densité atomique où tous les atomes du plan se touchent les uns les autres. Les directions compactes ou denses appartiennent à ces plans denses et sont des directions de plus grande densité atomique. La figure II-2 présente les plans et les directions compacts des structures montrées précédemment. Les précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sont généralement cohérents ou semi-cohérents avec la matrice  $\gamma$ . Chaque précipité peut croître dans la matrice selon des orientations précises. On peut ainsi définir un plan cristallographique d’accolement commun entre la matrice  $\gamma$  et chacun des précipités. Et, dans ces plans, on peut montrer des directions cristallographiques communes. On parle ainsi de relation d’orientation ou d’épitaxie entre les plans et les directions compacts de la phase  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Ces relations d’épitaxie peuvent ainsi être exprimées :

$$\gamma - \gamma' \Rightarrow \begin{cases} (111)_\gamma // (111)_{\gamma'} \\ [\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}10]_{\gamma'} \end{cases} \qquad \gamma - \gamma'' \Rightarrow \begin{cases} (111)_\gamma // (112)_{\gamma''} \\ [\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}10]_{\gamma''} \end{cases}$$

$$\gamma - \delta \Rightarrow \begin{cases} (111)_{\gamma} // (010)_{\delta} \\ [\bar{1}10]_{\gamma} // [100]_{\delta} \end{cases}$$



**Figure II - 2 :** Arrangements atomiques dans les plans compacts correspondant à la phase  $\gamma$  (a) (A1), à la phase  $\gamma'$  (b) ( $L1_2$ ), à la phase  $\gamma''$ (c) ( $D0_{22}$ ) et à la phase  $\delta$  (d) ( $D0_a$ ).

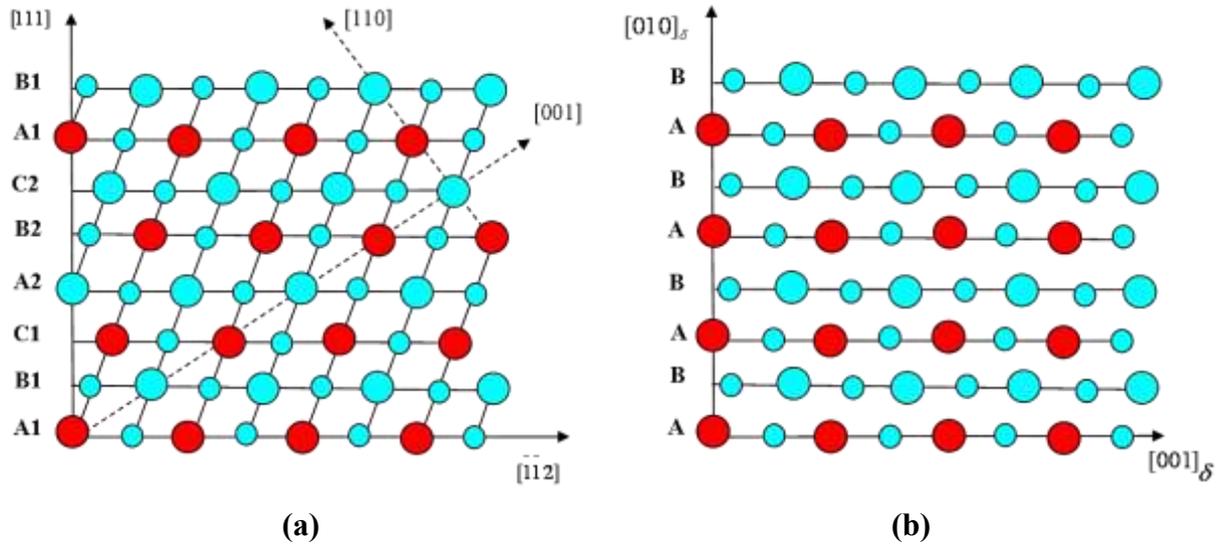
Ces images montrent qu’il existe donc une correspondance entre les plans et les directions compacts de la matrice  $\gamma$  et des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Les arrangements atomiques dans ces plans compacts sont montrés sur la figure II-2. Ces plans sont indiqués par des surfaces grisées dans les figures II-1 et II-2. Ces images montrent que les plans compacts  $(111)_{\gamma}$ ,  $(111)_{\gamma'}$ ,  $(112)_{\gamma''}$  et  $(010)_{\delta}$  correspondent à des plans atomiques compacts désordonnés pour la phase  $\gamma$  et ordonnés pour les phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  ; avec un ordre chimique dans  $\gamma'$  différent de celui de  $\gamma''$  et  $\delta$ . Il est important de noter que la nature chimique des atomes dans ces plans compacts est identique pour les deux structures ordonnées  $\gamma''$  et  $\delta$ . Les structures  $\gamma''$  et  $\delta$  présentent les mêmes arrangements rectangulaires des atomes de niobium dans leurs plans

compacts. Les transformations de phases  $\gamma \rightarrow \gamma'$  et  $\gamma \rightarrow \gamma''$  ou  $\delta$  s’accompagnent donc d’une mise en ordre chimique; mise en ordre des atomes de niobium (ou de Ti/Al) sur la même géométrie cubique. La transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  s’accompagne d’un réarrangement de plans compacts. Alors que dans les plans compacts des structures  $\gamma$  et  $\gamma'$  les trois directions denses  $\langle 101 \rangle$  sont équivalentes, il existe deux types de directions compactes dans chaque plan compact des structures  $\gamma''$  et  $\delta$ . Dans la structure de  $\gamma''$  ou  $\delta$ , le long de la direction  $[\bar{1}10]$  de  $\gamma$  ( $[100]$  dans  $\delta$ ) la moitié des rangées atomiques est composée d’atomes de Ni et de Nb alternée avec l’autre moitié formée de rangées de Ni uniquement, tandis que le long des directions  $[02\bar{1}]$  ou  $[\bar{2}01]$  ( $[102]$  ou  $[10\bar{2}]$  dans  $\delta$ ) toutes les rangées atomiques sont équivalentes et mixées de 3Ni/1Nb.

### II.2.3. Séquences d’empilement

La figure II-3 montre les séquences d’empilement des plans compacts dans les structures des phases  $\gamma''$  et  $\delta$ . Dans la structure  $D0_{22}$  cette séquence d’empilement est similaire à la séquence d’empilement cubique basée sur le mode CFC qui est de 3 plans (ABCABC...). Cependant, du fait de la mise en ordre chimique dans les plans compacts dans la structure  $D0_{22}$ , la séquence d’empilement s’étend sur 6 plans selon la position des atomes de niobium.

La séquence d’empilement des plans compacts  $(112)_{\gamma''}$  peut être décrite par A1B1C1A2B2C2A1...(figure II-3 (a)). Dans cette écriture, les lettres ABC indiquent les positions géométriques des atomes et les nombres (1, 2) leur nature chimique. Cette séquence d’empilement montre que chaque atome de niobium est entouré de 12 atomes de nickel (coordination 12), et qu’il n’existe jamais dans cette configuration 2 atomes de niobium proches voisins. La séquence d’empilement des plans compacts  $(010)_{\delta}$  dans la structure  $D0_a$  est montrée sur la figure II-3 (b). Elle correspond à la séquence d’empilement ABABAB...similaire à un empilement de la structure hexagonale compacte. Cependant ce plan compact ne montre qu’un axe de symétrie d’ordre 2 et non 6 à cause de l’arrangement rectangulaire des atomes de niobium. Cette séquence d’empilement montre que chaque atome de niobium est entouré de 12 atomes de nickel (coordination 12) et qu’il n’existe pas de contact entre deux atomes de niobium comme pour la structure  $\gamma''$ .

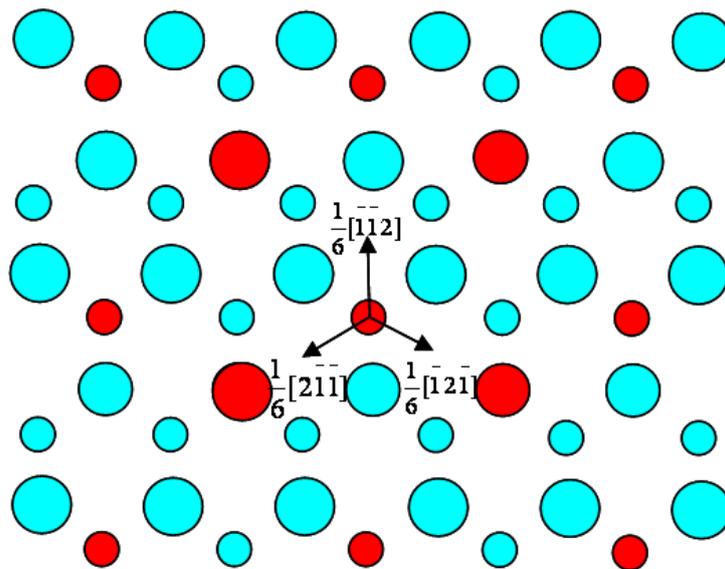


**Figure II - 3** : Illustration des séquences d’empilement des plans compacts dans les structures  $D0_{22}-\gamma''$  (a) et  $D0_a-\delta$  (b).

Nous avons donc vu que la différence entre les structures des phases ordonnées  $\gamma''$  et  $\delta$  se situe au niveau de leur séquence d’empilement de plans compacts. Comme pour la structure désordonnée de la phase  $\gamma$ , une modification locale de la séquence d’empilement des plans atomiques compacts correspond à un défaut d’empilement associé à un cisaillement du cristal par une dislocation partielle de type Schockley [Hir82].

Les vecteurs correspondant à ces dislocations partielles sont montrés sur la figure II-4 grâce à la superposition de 2 plans compacts de la structure  $D0_{22}$ . Afin de simplifier l’écriture nous avons noté les indices des vecteurs de Burgers des dislocations partielles dans la base du système cubique de  $\gamma$  (avec  $c_\gamma // c_{\gamma''}$ ). Nous pouvons apercevoir sur cette figure II-4 que les déplacements de plans provoqués par les trois dislocations partielles ne sont pas équivalents. En effet, le déplacement provoqué par la dislocation partielle  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma''}$ ) implique qu’un atome de niobium qui était logé dans un triangle composé de trois atomes de nickel va déménager dans un autre triangle où il retrouvera trois autres atomes de nickel. Cette configuration provoque donc un changement de type d’empilement de plans sans changer la nature chimique des atomes proches voisins. Dans la séquence d’empilement de la structure  $D0_{22}$  ce type de vecteur de Burgers transforme un plan de type B1 en un plan de type C2 et provoque une nouvelle séquence d’empilement  $A2B2C2A1C2A1B1C2$  induisant localement une séquence d’empilement de type  $CA$  correspondant à la structure  $D0_a$ . Par contre, les déplacements créés par les vecteurs de Burgers  $\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$  et  $\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$  (respectivement équivalents à  $\frac{1}{6}[4\bar{2}\bar{1}]_{\gamma''}$  et  $\frac{1}{6}[\bar{2}4\bar{1}]_{\gamma''}$ ) impliquent qu’un atome de niobium

qui était logé auparavant dans un triangle composé de 3 atomes de nickel est maintenant transféré dans un triangle dans lequel il sera en contact avec un atome de niobium. Cette nouvelle séquence d’empilement ne correspond en aucun cas à une transformation de la structure  $D0_{22}$  à la structure  $D0_a$ . Les déplacements induisant une modification de la nature chimique des premiers voisins des atomes de niobium génèrent des défauts complexes qui semblent être énergétiquement défavorisés par rapport aux défauts créés par le vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma'}$ ). La transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  peut donc être perçue comme une modification purement géométrique à faible énergie. Ces remarques ont déjà été faites dans la littérature [Kir70, Sun88, Kus97], mais ces auteurs n’ont présenté aucune caractérisation montrant ce type de défaut chimique. Les conséquences de cette particularité de formation de défauts d’empilement dans les précipités  $\gamma''$  n’ont jamais fait l’objet de discussion dans la littérature.



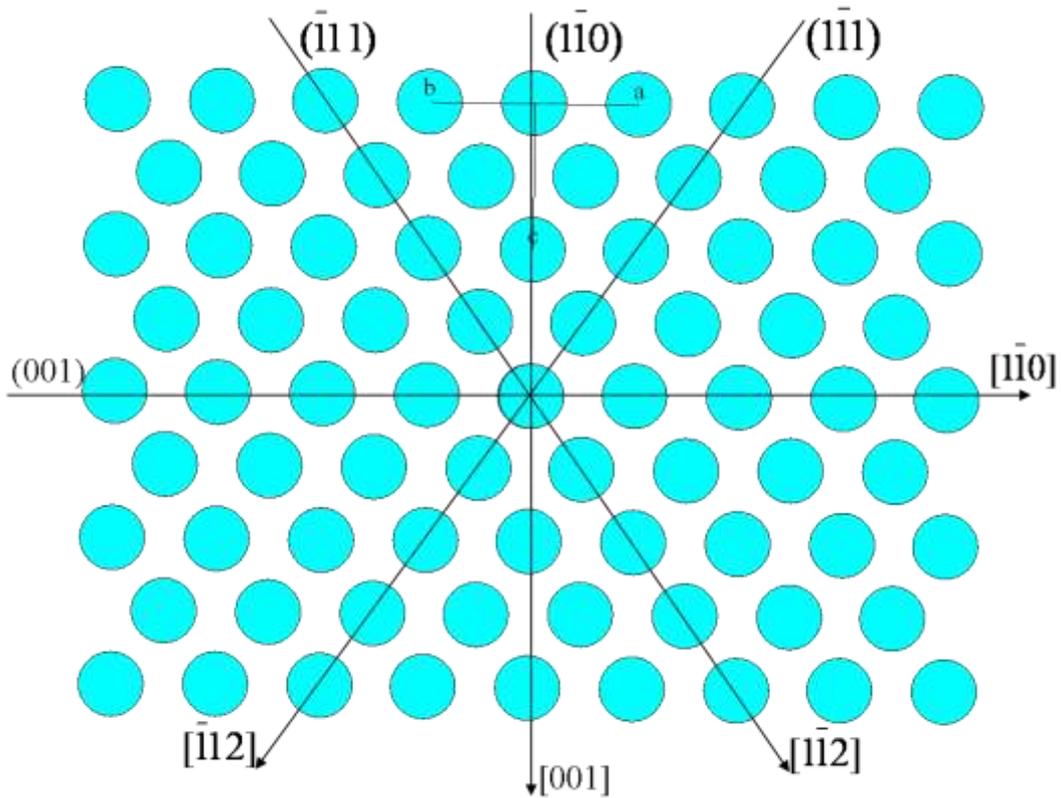
**Figure II - 4 :** Empilement de 2 plans compacts (111) successifs de  $\gamma''$  montrant les trois dislocations partielles ou vecteurs de Burgers possibles. Les disques les plus gros représentent les atomes du plan du dessous et les disques les plus petits représentent les atomes du plan du dessus. Les indices cristallographiques sont donnés dans la base de  $\gamma$  (Ni-CFC).

#### II.2.4. Projection selon les différentes directions compactes dans $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$

La projection des atomes le long des directions compactes de chacune des structures  $\gamma$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  a été réalisée. Ce sont des directions denses de type  $\langle 110 \rangle$  dans  $\gamma$  correspondant à des directions différentes dans les phases ordonnées :  $[110]$  et  $[201]$  dans  $\gamma''$ ,  $[100]$  et  $[102]$  dans  $\delta$ .

II.2.4.1. Projection de la structure A1( $\gamma$ ) le long de la direction  $\langle 110 \rangle$

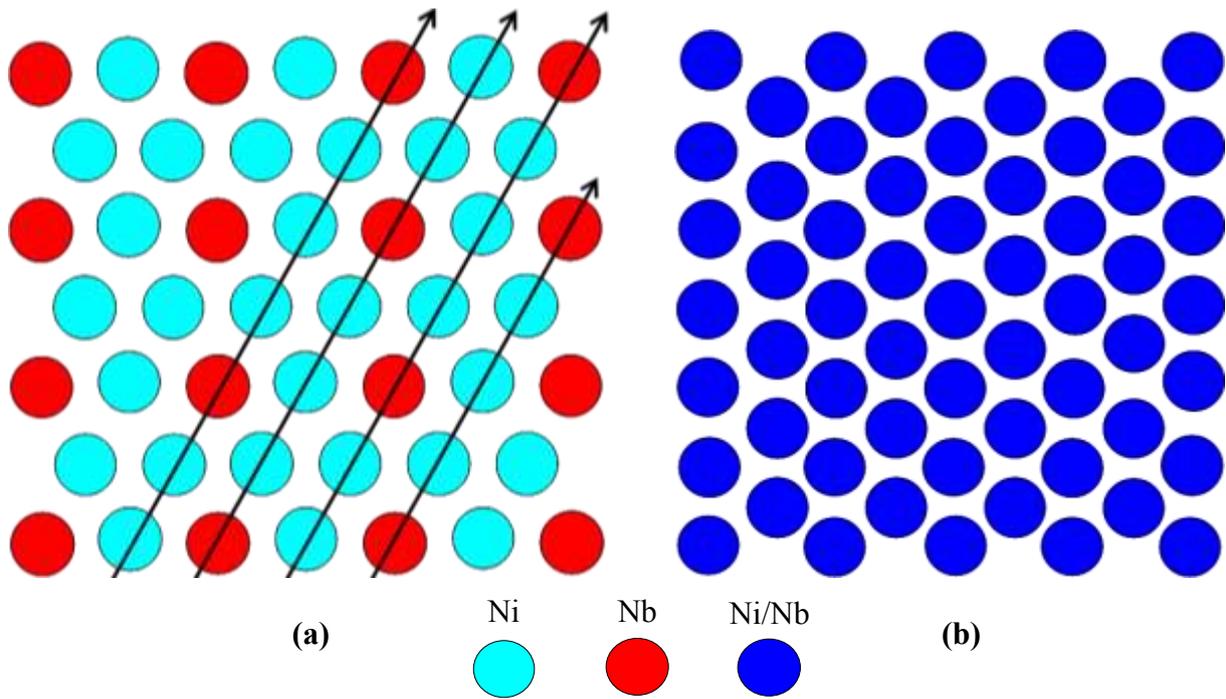
La figure II-5 montre la projection des atomes dans la structure A1 de la phase  $\gamma$  le long de la direction de type  $\langle 110 \rangle$ . Nous notons que toutes les directions compactes sont identiques.



**Figure II - 5 :** Projection des atomes dans  $\gamma$  le long de la direction de type  $\langle 110 \rangle$ .

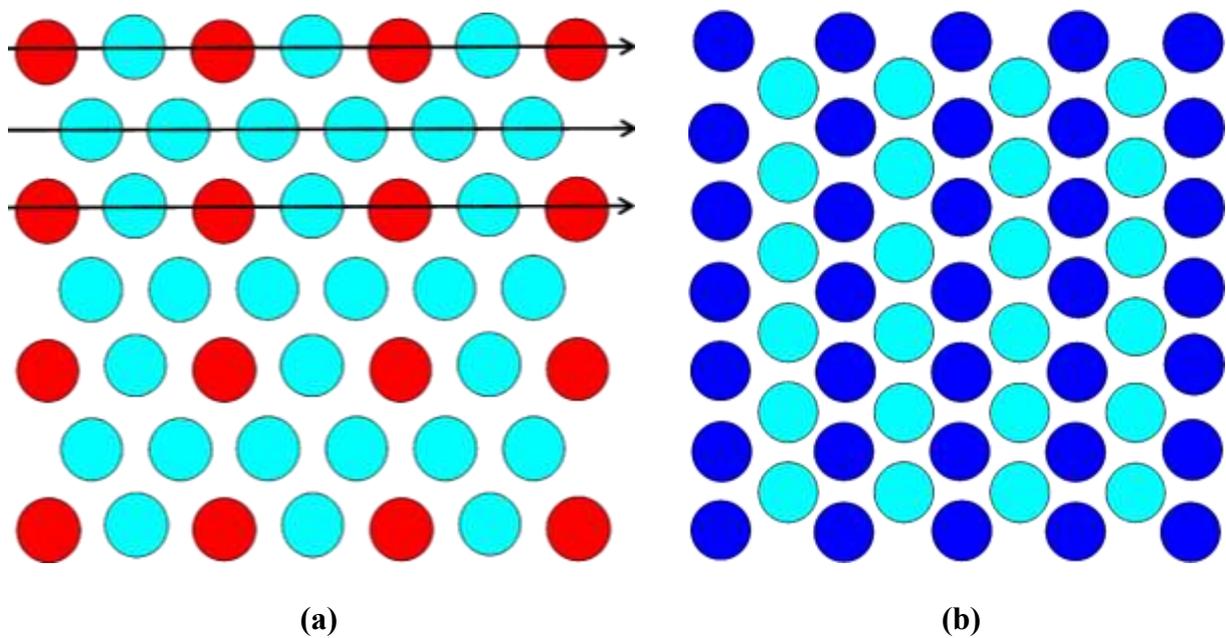
II.2.4.2. Projection de la structure  $D0_{22}$  le long des directions  $[201]_{\gamma''}$  et  $[110]_{\gamma''}$

Les différences de nature de rangées atomiques observées le long des directions compactes de type  $\langle 110 \rangle$  (figure II-2 (c)) dans structure  $D0_{22}$  (les indices cristallographiques sont donnés dans la base de  $\gamma$  (Ni-CFC)), suggèrent de regarder la projection des atomes le long de ces directions. La figure II-6 (a) montre que le long de la direction  $[101]$  toutes les rangées atomiques sont équivalentes. Sur le schéma de projection des atomes le long de cette direction (figure II-6 (b)) nous notons qu’il n’y a aucune différence entre les rangées d’atomes.



**Figure II - 6 :** Directions compactes [101] (a) et le schéma de projection des atomes (b) le long de cette direction [101].

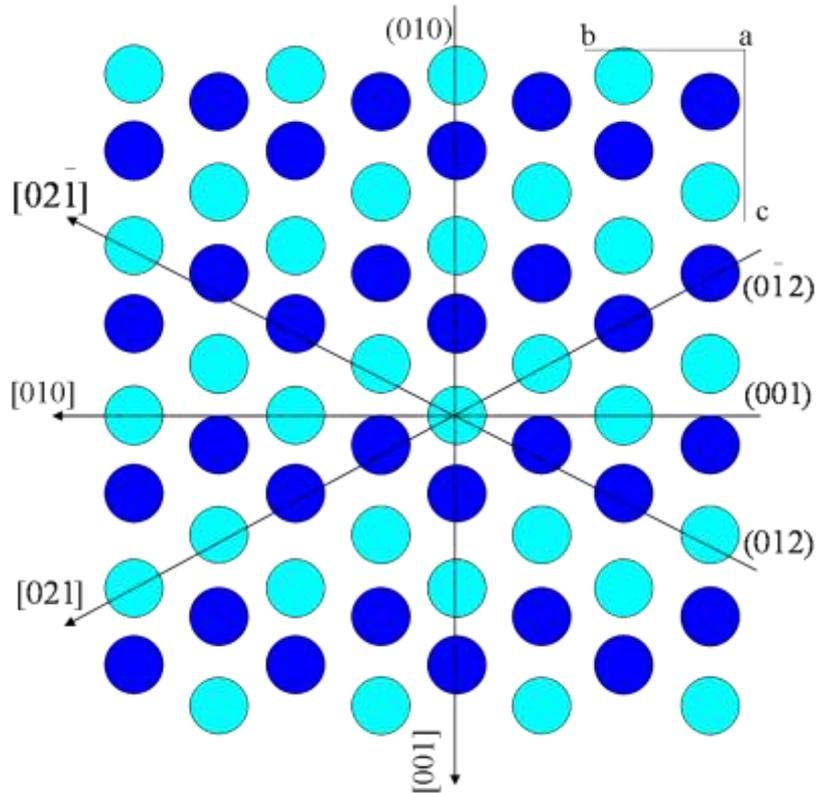
La figure II-7 (a) montre que le long de la direction [110], la moitié des rangées atomiques est composée d’atomes de Ni et Nb alternés et l’autre moitié est formée d’atomes de Ni uniquement. Le schéma de projection des atomes le long de cette direction (figure II-7 (b)) montre que toutes les rangées ne sont pas équivalentes.



**Figure II - 7 :** Directions compactes [110] (a) et le schéma de projection des atomes (b) le long de cette direction [110].

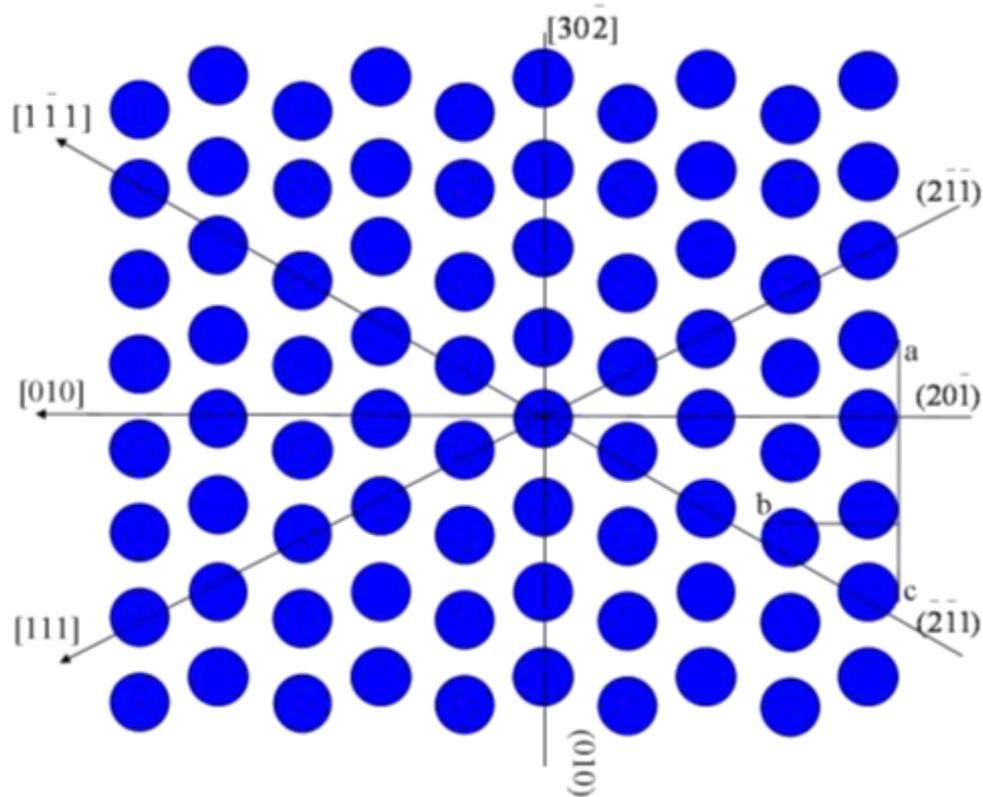
II.2.4.3. Projection de la structure  $D0_a$  le long des directions  $[100]_\delta$  et  $[102]_\delta$

Sur la figure II-8, nous observons la projection des atomes de la structure  $D0_a$  ( $\delta$ ) le long de la direction  $[100]$  ainsi que les indices des plans et directions compacts. Nous remarquons que toutes les rangées d’atomes ne sont pas identiques le long de cette direction de projection  $[100]$ .



**Figure II - 8** : Projection des atomes de la structure  $D0_a$  ( $\delta$ ) le long de la direction  $[100]$

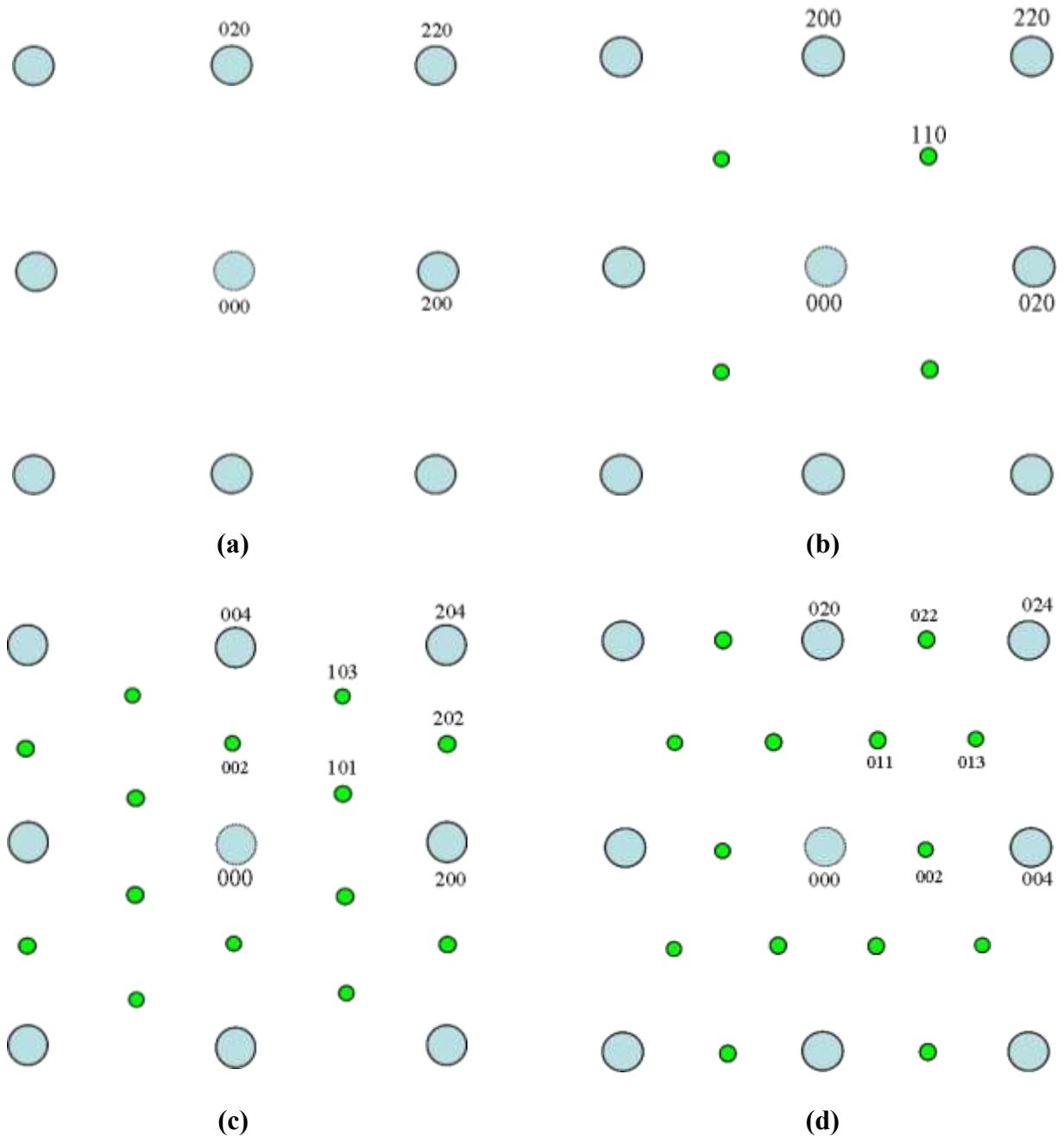
Sur la figure II-9, nous observons la projection des atomes de la structure  $D0_a$  ( $\delta$ ) le long de la direction  $[102]$  ainsi que les indices des plans et des directions compacts. Contrairement au cas de la direction de projection  $[100]$ , nous notons que toutes les rangées d’atomes sont toutes identiques le long de direction  $[102]$ .



**Figure II- 9** : Projection des atomes de la structure  $D0_a$  ( $\delta$ ) le long de la direction  $[102]$

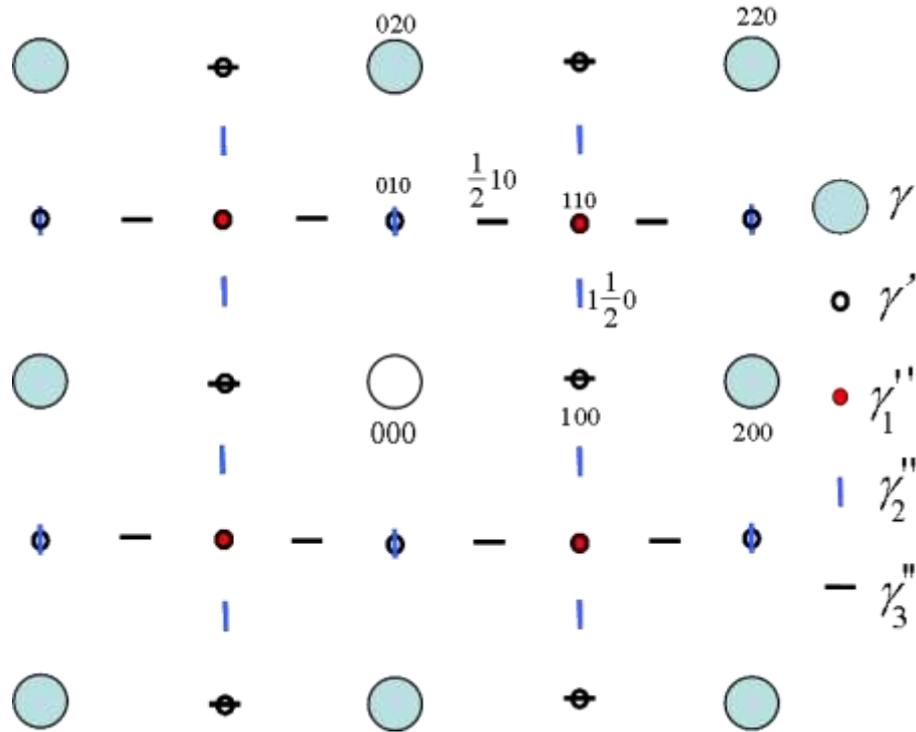
### II.3. Observation de la précipitation des phases

A partir de la relation d'épitaxie entre  $\gamma$  et  $\gamma''$   $\{100\}_\gamma // [100]_{\gamma''}$ ;  $\langle 001 \rangle_\gamma // [001]_{\gamma''}$ , nous apercevons qu'avec la structure cubique de la phase  $\gamma$  on peut distinguer trois directions équivalentes du type  $\langle 100 \rangle$ , tandis qu'avec la structure tétragonale de la phase  $\gamma''$  on peut tirer qu'une seule direction  $[001]$ . Ce qui nous permet donc de déduire qu'il existe trois variants différents de  $\gamma''$  au sein de la matrice austénitique  $\gamma$ . Le variant  $\gamma''_1$  correspond donc à la relation suivante :  $[001]_{\gamma''_1} // [001]_\gamma$ , celui de  $\gamma''_2$  correspond à la relation ;  $[001]_{\gamma''_2} // [010]_\gamma$  et enfin  $\gamma''_3$  correspond à la relation ;  $[001]_{\gamma''_3} // [100]_\gamma$ . Donc en diffraction le long de l'axe de zone  $[001]_\gamma$  (figure II-10 (a)) nous pouvons observer l'axe de zone  $[001]_{\gamma''}$  (figure II-10 (b)). Nous pouvons également identifier l'axe de zone  $[010]_{\gamma''}$  (figure II-10 (c)) et l'axe de zone  $[100]_{\gamma''}$  (figure II-10 (d)).



**Figure II - 10** : Schémas des clichés de diffraction montrant les trois variants de  $\gamma''$  dans  $\gamma$  **(a)**,  $\gamma''_1$  **(b)**,  $\gamma''_2$  **(c)** et  $\gamma''_3$  **(d)**.

En diffraction expérimental on peut observer la superposition de ces quatre clichés de diffraction comme le montre la figure II-11 sur le quel on a rajouté la phase  $\gamma'$ . Rappelons que le système d'indexation des taches sur cette figure est réalisé dans la base de la structure cubique de  $\gamma$ . La tache 200 dans cette image de la figure II-11 correspond à la tache 004 par l'exemple dans l'image de la figure II-10 (d).

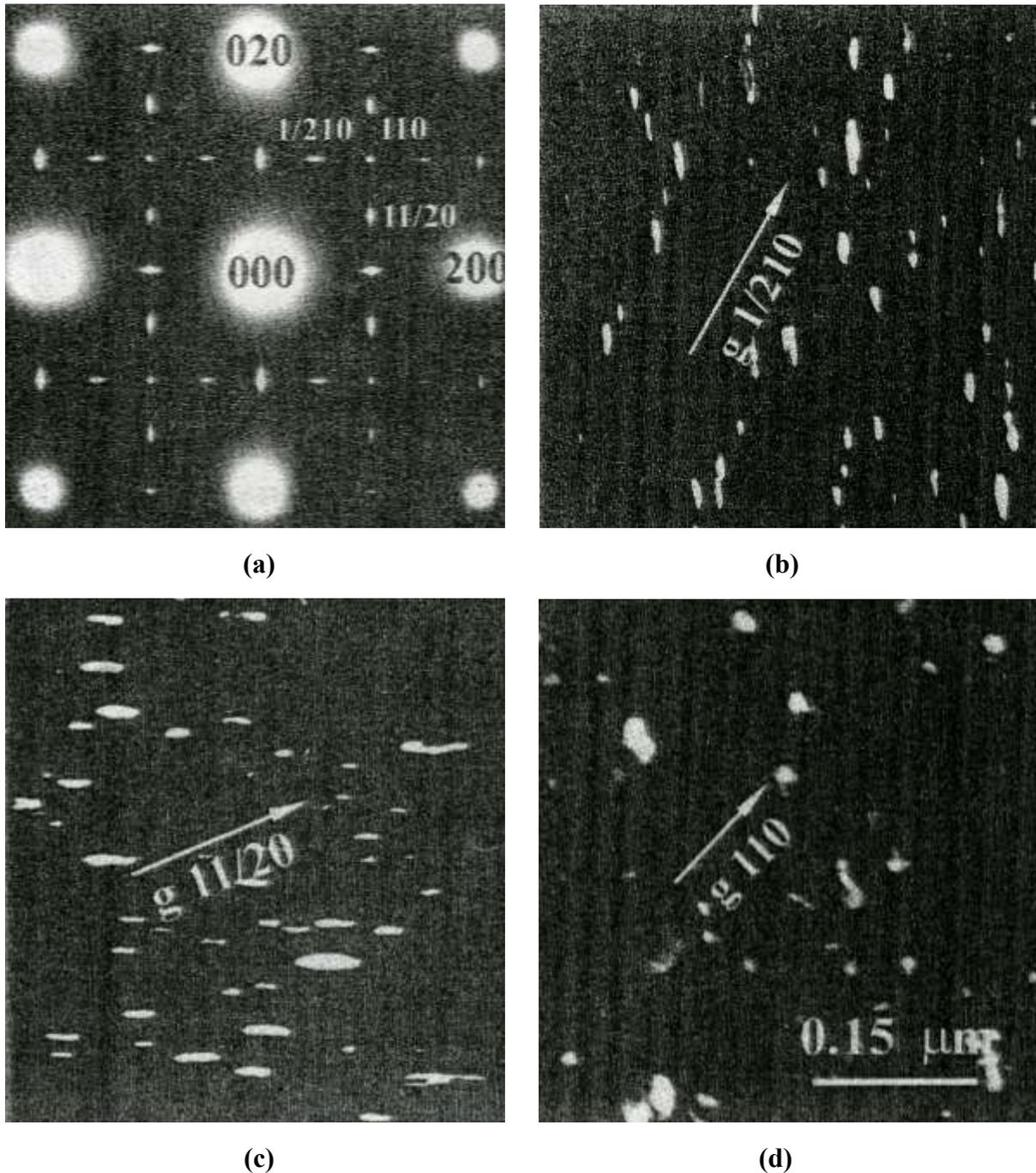


**Figure II- 11** : La clef correspondante au schéma du cliché de diffraction  $\langle 100 \rangle_\gamma$  regroupant les trois variants des précipités de la phase  $\gamma''$ .

Sur le schéma du cliché de diffraction de la figure II-11, nous apercevons que les différents variants de  $\gamma''$  sont tous identifiables en champ sombre sur les clichés de diffraction expérimentaux. Ainsi, pour visualiser  $\gamma_1''$  il suffit de sélectionner la tache de diffraction du type 110, tandis que pour visualiser  $\gamma_2''$  ou  $\gamma_3''$ , il faut sélectionner une tache de diffraction du type  $\frac{1}{2}10$ .

### II.3.1. Précipitation de $\gamma'$ et $\gamma''$

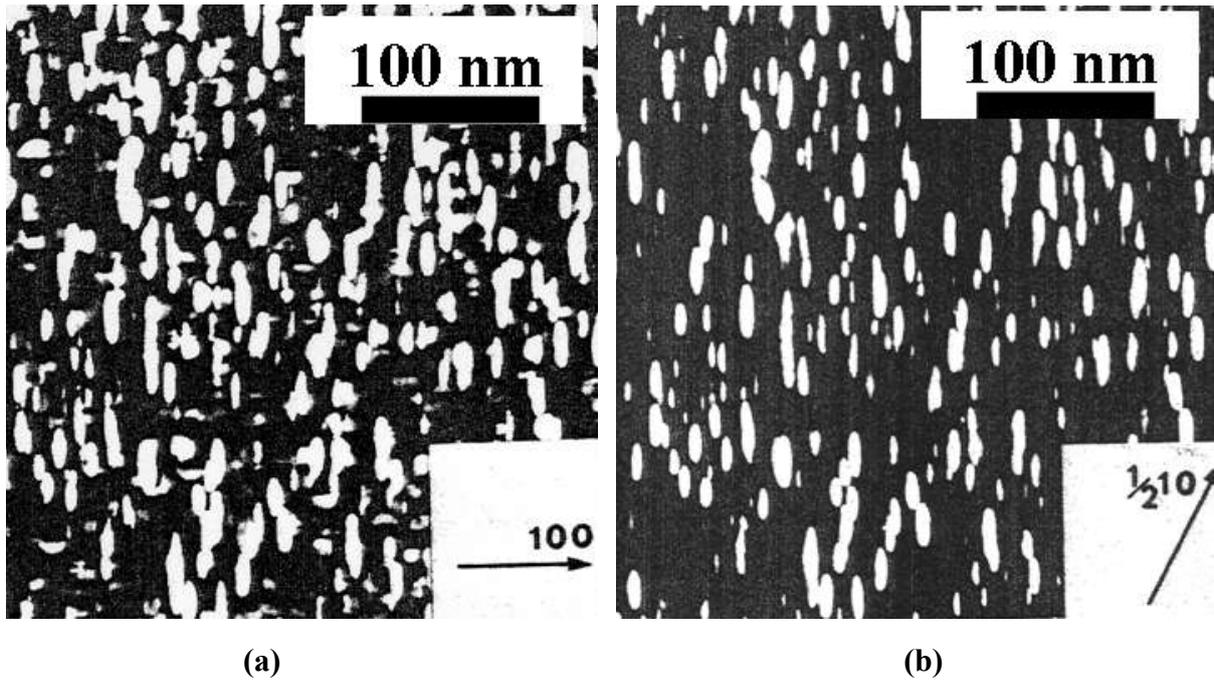
Des travaux montrant des observations de précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  au MET en champ sombre ont été trouvés dans la littérature [Sun93, Gao96, Ron99]. Ces précipités sont visualisés à l'intérieur des grains. La figure II-12 illustre les clichés de diffraction expérimentaux et les trois variants des précipités  $\gamma''$  obtenus au MET par Gao et coll. [Gao96].



**Figure II - 12** : (a) : Cliché de diffraction obtenu avec l’axe de zone de type  $\langle 100 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ . (b), (c) et (d) sont les images des précipités  $\gamma''$  obtenues au MET en champ sombre en sélectionnant respectivement les taches  $1/210$ ,  $11/20$  et  $110$  dans l’exemple de la figure II-11 [Gao96].

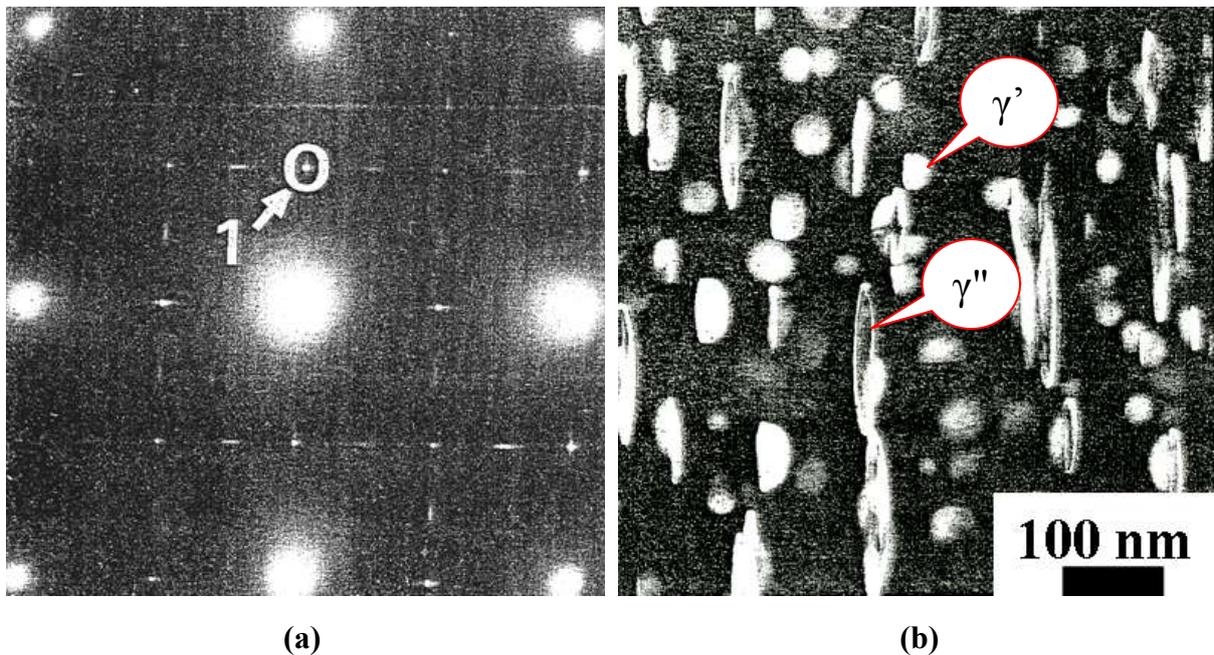
Les images en champ sombre visibles sur les figures II-12 (b, c et d) nous montrent les trois variants des précipités de  $\gamma''$ . Les figures II-12 (b) et (c) montrent uniquement les précipités  $\gamma''$ , tandis que la figure II-12 (d) doit non seulement montrer le troisième variant de  $\gamma''$  mais aussi  $\gamma'$ . Nous notons que les précipités sont finement répartis dans les grains de manière homogène sous forme elliptique. Leurs tailles sont de l’ordre de quelques dizaines voire

centaines de nanomètres. Les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont généralement en concomitance et très difficiles à discerner lors des observations. Paulonis et ses collaborateurs [Pau69] ont décrit la méthode la plus facile pour les discerner. Ces auteurs avaient auparavant utilisé la technique d’analyse par diffraction des rayons X sur un échantillon contenant à la fois des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Ils se sont rendu compte que les pics étaient très élargis du fait que les tailles des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont très petites d’où la difficulté de les discerner avec cette technique d’analyse. Ils ont donc choisi d’observer leur échantillon au MET. Pour cela, il faut dans un premier temps orienter selon un axe de zone du type  $\langle 100 \rangle_\gamma$  un grain contenant des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . La clef correspondant au cliché de diffraction obtenu a déjà été montrée sur la figure II-11 en différenciant l’origine des différentes taches de diffraction. Les taches les plus intenses ou taches fondamentales proviennent de la matrice  $\gamma$ -Ni (C.F.C). Les taches les moins intenses ou taches de surstructures sont associées aux précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Pour discerner  $\gamma'$  de  $\gamma''$ , ces auteurs [Pau69] ont réalisé des visualisations en champ sombre en sélectionnant d’abord la tache 100. L’image obtenue montre à la fois les précipités d’un variant de  $\gamma''$  ( $\gamma''_3$  dans l’exemple de la figure II-11) et les précipités  $\gamma'$ . Ils ont ensuite sélectionné la tache  $\frac{1}{2}10$  (figure II-11) qui donne une image montrant seulement les précipités du variant  $\gamma''_3$ . La comparaison entre les deux images en champ sombre permet ainsi de distinguer  $\gamma'$  de  $\gamma''$  (figure II-12).



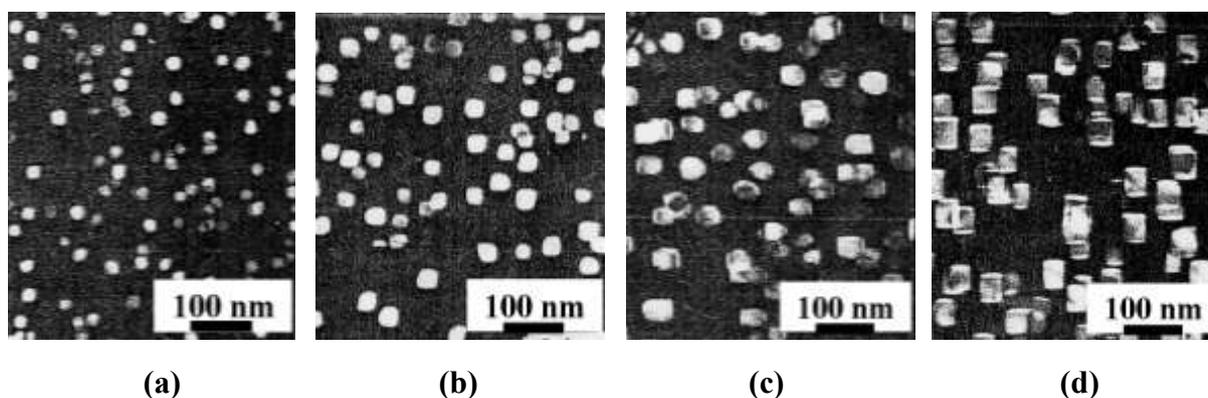
**Figure II- 13 :** (a) et (b) Micrographies en champ sombre obtenues en sélectionnant respectivement les taches 100 ( $\gamma' + \gamma''$ ) et  $1/210$  ( $\gamma''$ ) [Pau69] montrées la figure II-11.

Les observations MET réalisées plus tard par Cozar et Pineau [Coz73] en appliquant la technique de Paulonis et ses collaborateurs [Pau69] ont permis de discerner plus facilement  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . La figure II-14 montre l'image du cliché de diffraction expérimental et de la micrographie des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ .



**Figure II- 14 :** (a) : Cliché de diffraction obtenu avec l'orientation de type  $\langle 100 \rangle$  de la matrice  $\gamma$  et (b) : T.T. :  $750^{\circ}\text{C} / 128$  heures : Microstructure des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  obtenue en champ sombre en sélectionnant la tache nommée **1** dans la figure II-13 (a) [Coz73].

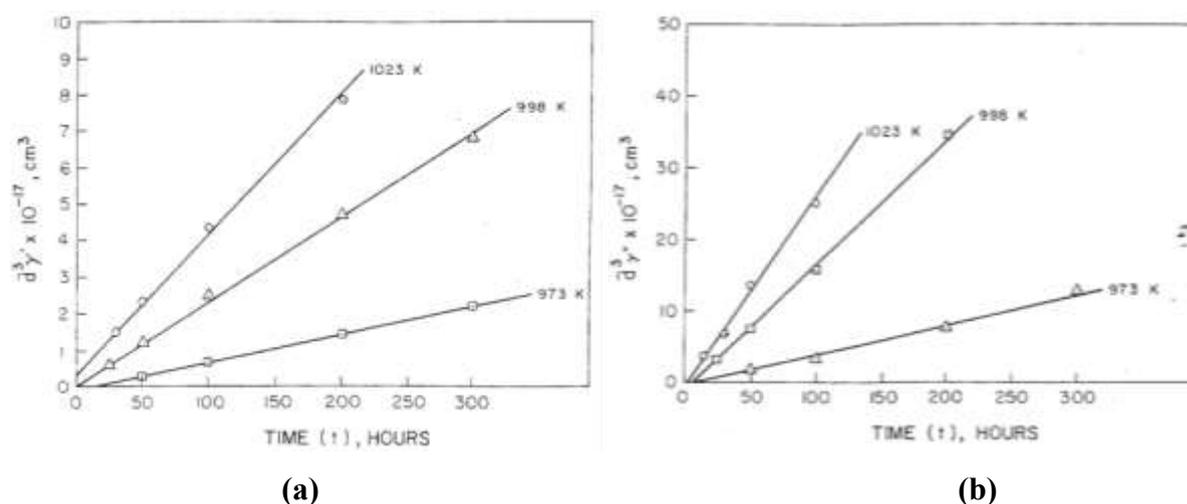
Sur la figure II-14 (b) nous pouvons discerner facilement les précipités  $\gamma'$  de  $\gamma''$ . Nous observons que les précipités  $\gamma'$  apparaissent sous forme de disques tandis que les précipités  $\gamma''$  apparaissent allongés sous forme d’ellipse. Plusieurs auteurs [Coz73, Han82, Wlo94, Sla97a, Dev08] ont réalisé des études montrant l’influence de la température et celle du temps de maintien sur la taille des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  lors des traitements thermiques. Les observations réalisées par Slama et par Devaux [Sla97a, Dev08] au MET, suivies d’analyses d’images ont montré que les tailles des précipités  $\gamma''$  augmentent avec le temps de maintien et la température de vieillissement lors des traitements thermiques. Cozar et Pineau [Coz73] avaient auparavant réalisé des visualisations en champ sombre, mais en sélectionnant une tache nommée 110 dans l’exemple de la figure II-11. Les images obtenues sont montrées sur la figure II-15.



**Figure II- 15** : Micrographies des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  obtenues après traitement thermique à 750°C avec des temps de vieillissement de 2 heures (a), de 4 heures (b), de 8 heures (c) et de 64 heures (d) [Coz73].

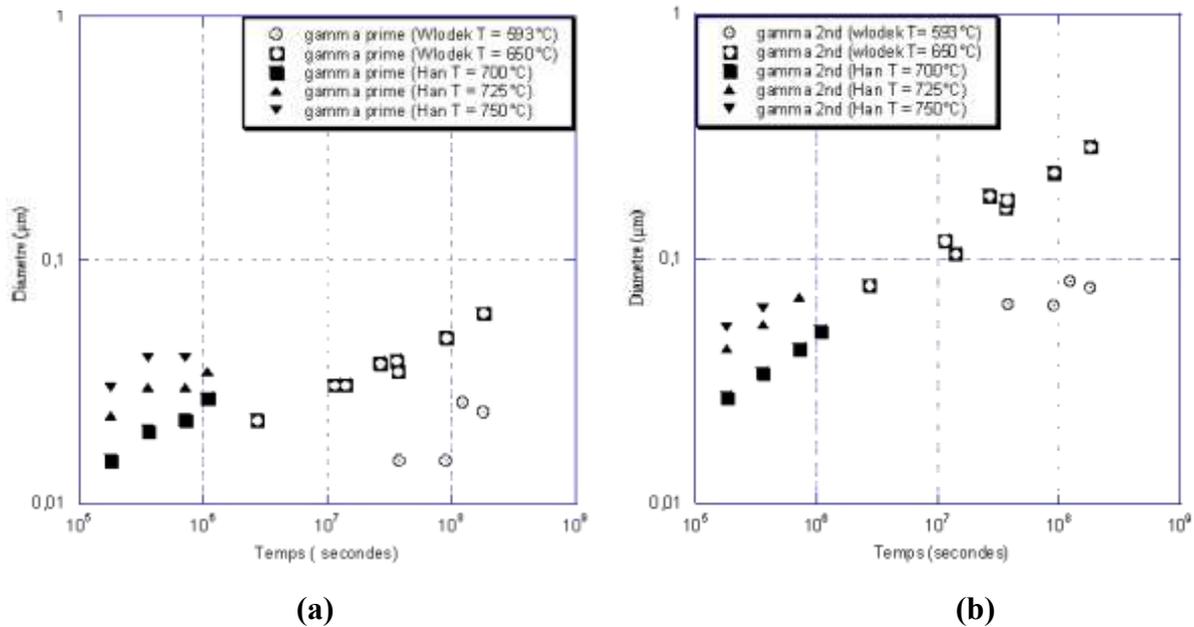
Sur cette figure II-15 (a, b, c et d) nous observons les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  en concomitance, obtenus au MET en champ sombre sur chaque échantillon en sélectionnant à chaque fois la tache 110 identifiée sur l’axe de zone de type  $\langle 100 \rangle_{\gamma}$  (dans l’exemple de la figure II-11). Rappelons que cette tache permet de visualiser à la fois les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  en champ sombre. Ces précipités apparaissent sous forme sphérique au bout de 2 heures de vieillissement et leurs tailles augmentent avec le temps de maintien (figure II-15 (a), (b)) avant d’adopter une forme cubique au bout de 8 heures de maintien. Han et al. [Han82] ont aussi réalisé des études montrant la croissance des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  au cours de différents traitements thermiques. Ils ont travaillé des échantillons qui ont subi une homogénéisation à 1100°C pendant 1 heure au préalable avant d’être traités thermiquement dans une gamme de températures comprises entre 700 et 750°C avec des temps de vieillissement de 50, 100, 200

ou 300 heures. Ils ont observé la précipitation simultanée des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Les précipités  $\gamma'$  apparaissent sous forme sphérique et les précipités  $\gamma''$  sous forme de disque. Les auteurs [Han82] ont présenté une loi cinétique montrant la variation des tailles des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  en fonction du temps à différentes températures. L'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  en fonction du temps est montrée par les tracés de la figure II-16.



**Figure II- 16** : Variation des tailles des précipités  $\gamma'$  (a) et  $\gamma''$  (b) en fonction du temps de maintien pour différentes températures de vieillissement [Han82].

Sur les images de la figure II-16 (a) et (b) nous notons que les tailles des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  augmentent avec le temps et la température de vieillissement. Nous remarquons aussi que les tailles des précipités  $\gamma''$  sont environ 5 fois plus grandes que celles de  $\gamma'$ . Par ailleurs, Wlodek et ses collaborateurs [Wlo94] avaient aussi étudié la croissance et la concomitance des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  à des températures de 593, 650 et 700°C pour des temps de vieillissement très longs allant jusqu'à 50000 heures. Ils ont trouvé aussi que les tailles des précipités de  $\gamma''$  sont plus élevées que celles de  $\gamma'$ , et que ces dernières augmentent avec le temps et la température de maintien. Pour étudier les concomitances des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , nous avons rassemblé les résultats obtenus par Wlodek et par Han et leurs différents collaborateurs sur un même graphe (figure II-17).

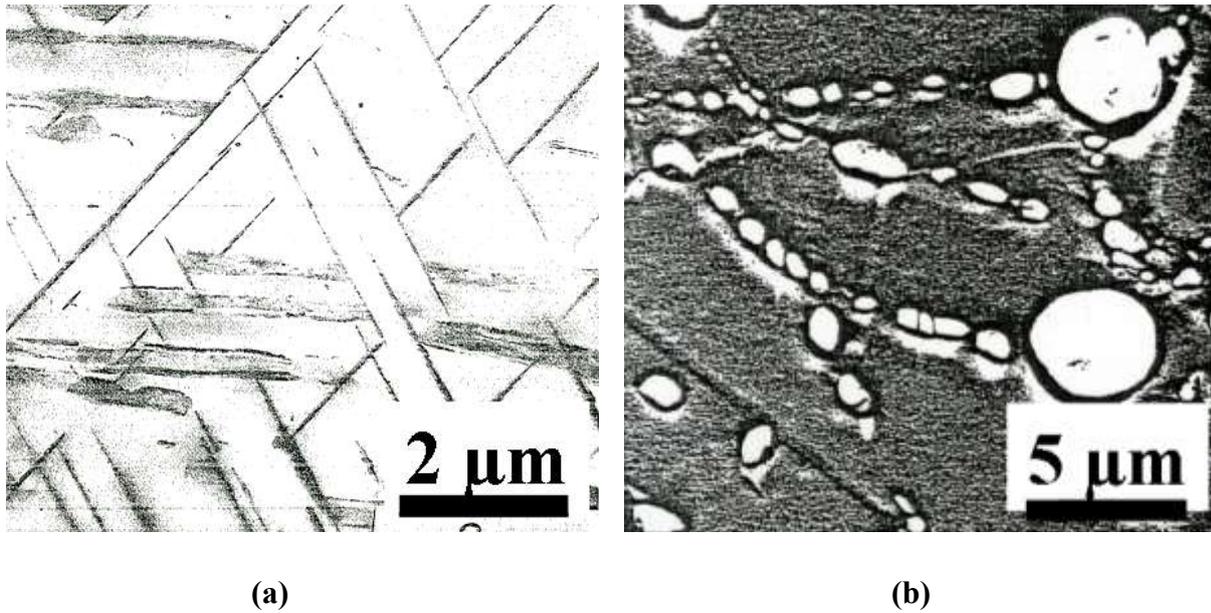


**Figure II - 17** : L'évolution de la taille des précipités  $\gamma'$  (a) et  $\gamma''$  (b) en fonction du temps selon [Wlo94, Han82].

La figure II-17 montre que les tailles des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  augmentent avec le temps et la température de vieillissement. Nous apercevons que pour des durées de vieillissement très longues, notamment celles utilisées par Wlodek [Wlo94], l'influence du temps de maintien et de la température de traitement thermique sur l'évolution de la taille des précipités est plus significative sur  $\gamma''$  que sur  $\gamma'$ . Nous remarquons également que les précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont en concomitance si les temps de traitement sont courts (précipités de petites tailles). Des traitements de longues durées, induisant des précipités de grosses tailles, permettent de discerner plus facilement  $\gamma'$  de  $\gamma''$ . Ces résultats confirment bien la différence que nous avons mentionnée dans les observations réalisées par Paulonis [Pau69] et celles de Cozar et Pineau [Coz73] pour distinguer  $\gamma'$  de  $\gamma''$ .

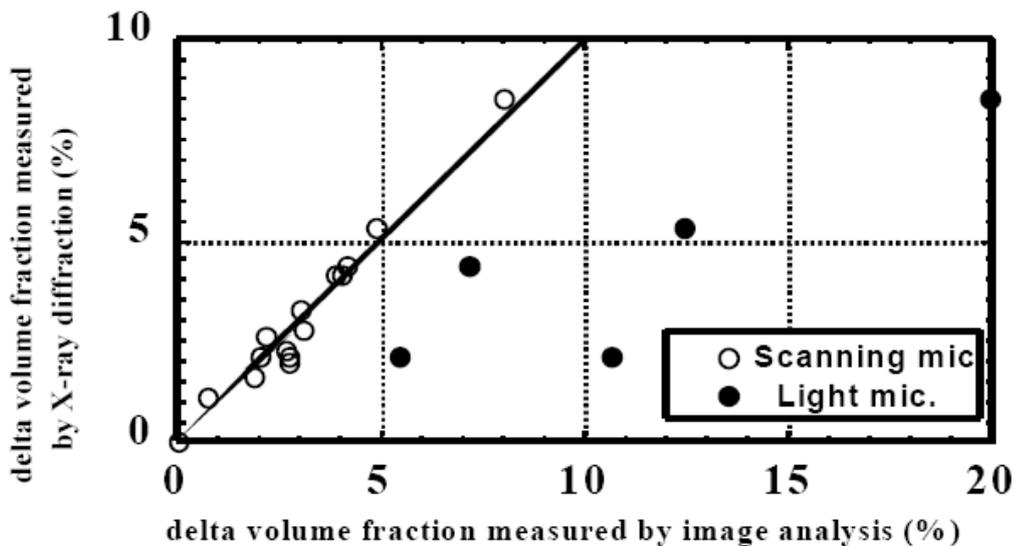
### II.3.2. Précipitation de la phase $\delta$

Les figures II-18 (a) et (b) montrent respectivement les observations réalisées par Kirman et par Rizzo [Kir70, Riz69] sur des échantillons d'alliage 718 contenant de la phase  $\delta$ . Nous observons deux morphologies de précipités différentes. Une forme aciculaire (figure II-18 (a)) qui est nuisible aux propriétés mécaniques car elle présente des chemins privilégiés pour la propagation des fissures et une forme globulaire (figure II-18 (b)) et discontinue aux joints de grains.



**Figure II- 18** : Morphologie des précipités de la phase  $\delta$  (a) : aciculaire [Kir70] (T.T.800°C/120 heures) et (b) : globulaire [Riz70] (T.T.650°C/1500 heures).

Les images réalisées au microscope optique ou au microscope électronique à balayage peuvent faire l’objet de mesures de fractions volumiques ou de quantification de phase  $\delta$  à l’aide d’un logiciel d’analyse d’images. Une publication faite par A. Hazotte et coll. [Haz01] a montré qu’une mesure en microscopie électronique est plus précise qu’une mesure en microscopie optique. La figure II-19 montre la comparaison des fractions volumiques de la phase  $\delta$  mesurées par diffraction des rayons X et par analyses d’images (MO et MEB).

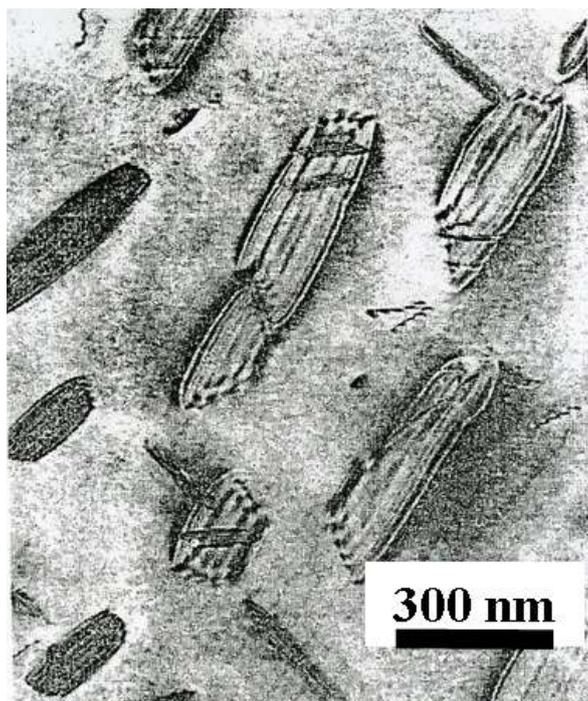


**Figure II - 19** : Comparaison des fractions volumiques de phase  $\delta$  mesurées par diffraction des rayons X et par analyses d’images (MO et MEB) [Haz01].

### II.3.3. Structure et défauts dans les précipités $\gamma''$ et $\delta$

#### II.3.3.1. Structure des défauts dans $\gamma''$

La germination de la phase  $\delta$  est associée aux défauts d’empilement formés au sein des précipités de la phase métastable  $\gamma''$ . Ces défauts y apparaissent sous forme de lignes. Sundararaman [Sun88] et Kusabiraki [Kus99] ont déjà observé ces défauts au MET. D’après Sundararaman [Sun88], ces défauts sont localisés sur des plans compacts  $(112)_{\gamma''}$ . Pour vérifier si ces défauts sont présents sur tous les précipités de la phase  $\gamma''$ , Sundararaman et ses collaborateurs [Sun92] ont réalisé des observations supplémentaires au MET sur des précipités de  $\gamma''$  de tailles très différentes. Ces auteurs ont trouvé que seuls les précipités de taille supérieure à 100 nm présentent des défauts d’empilement des plans  $\{112\}_{\gamma''}$ . La figure II-20 nous montre une micrographie en champ clair des précipités  $\gamma''$  de tailles supérieures à 100 nm.



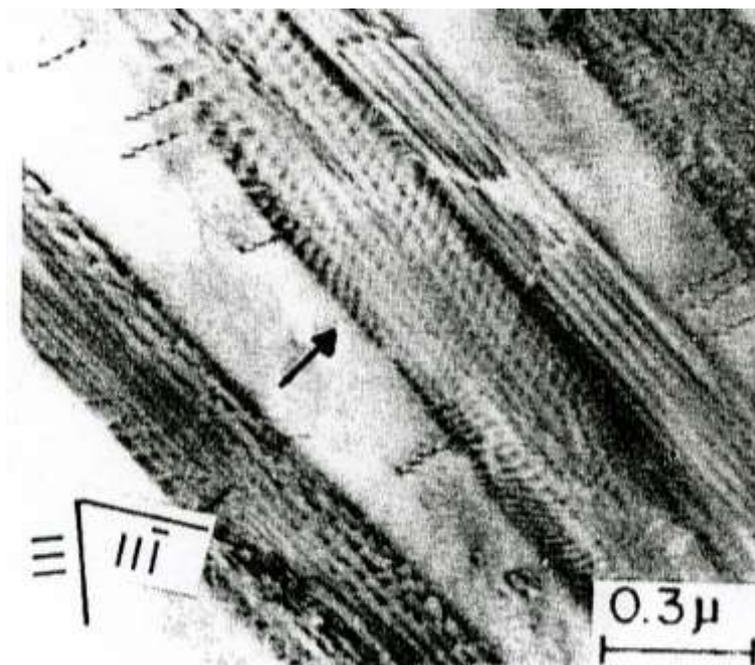
**Figure II- 20** : Exemple de défauts d’empilement dans les précipités de  $\gamma''$  de grande taille [Sun92].

Nous notons que des défauts apparaissent au sein des précipités  $\gamma''$ . D’après Sundararaman [Sun92], ces défauts sont similaires aux défauts synonymes du début de transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  (empilements de plans atomiques de type ABABAB...). Ceci suggère donc que les défauts

planaires dans  $\gamma''$  peuvent être associés à des défauts d’empilement de plans compacts. Kusabiraki et ses collaborateurs [Kus99] ont aussi observé deux morphologies de  $\gamma''$  différentes sur deux échantillons distincts, l’un vieilli à 760°C et l’autre ayant subi un laminage à froid avant vieillissement. Leurs résultats ont montré la présence de défauts d’empilement uniquement sur les précipités provenant de l’échantillon laminé. On peut donc en déduire que le laminage donne naissance à des défauts d’empilement de plans dans  $\gamma''$  synonymes de la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$ . Ces défauts observés par Sundararaman et al. [Sun92] et Kusabiraki et al. [Kus99] correspondent à des défauts d’empilement tels que présentés au paragraphe II.2.3. Par contre, personne n’a vérifié si on a un défaut d’empilement seul (sans modification des premiers voisins) ou si on a un défaut complexe. Les travaux de Liu et de Huang et leurs collaborateurs [Liu99, Hua07] ont montré que la fraction volumique de phase  $\delta$  augmente avec la déformation subie par l’alliage 718. La déformation crée donc des sites de germination de  $\delta$  soit dans la matrice, soit au sein des précipités  $\gamma''$ . Liu et ses collaborateurs [Liu99] avaient montré que la déformation dans l’alliage induit la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  qui peut être décrite par une loi de type Avrami.  $W_{\gamma'' \rightarrow \delta} = W_{s(\gamma'')} [1 - \exp[-k(t - \tau)^n]]$  où  $W_{s(\gamma'')}$  est le taux de saturation en poids de  $\gamma''$ ,  $\tau$  est le temps d’incubation,  $t$  est la durée de la transformation.  $n$  et  $k$  sont des constantes dont les valeurs dépendent du taux de déformation de l’alliage. Les travaux de Huang [Hua07], qui avaient montré que la fraction volumique de la phase  $\delta$  dans l’alliage augmente avec la déformation, sont en parfait accord avec les travaux de Liu et ses collaborateurs [Liu99].

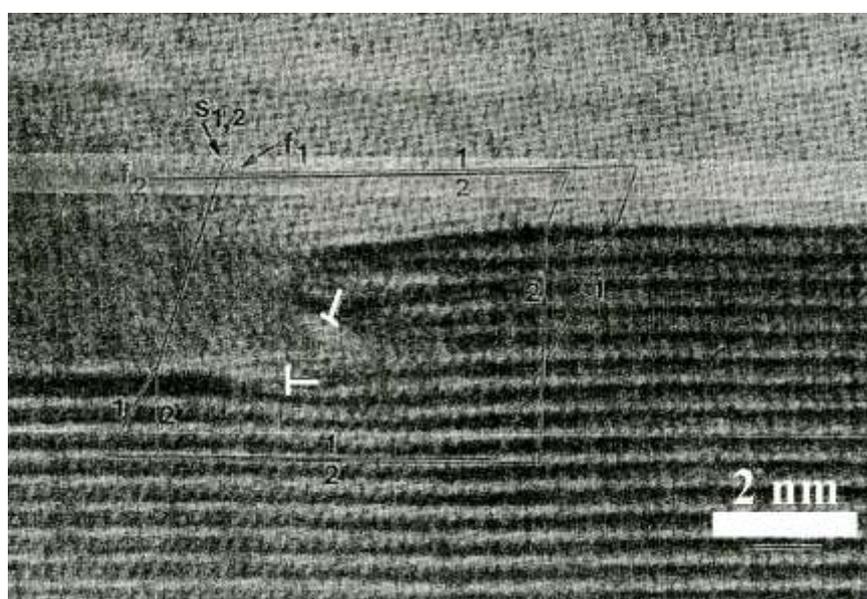
### II.3.3.2. Défauts d’interface entre $\gamma$ et $\delta$

Plusieurs types de défauts d’interface entre  $\gamma$  et  $\delta$  ont été reportés dans la littérature. La figure II-21 illustre une image MET conventionnelle montrant les défauts (dislocations) observés par Sundararaman et ses collaborateurs [Sun88] au niveau des interfaces entre  $\gamma$  et  $\delta$ .



**Figure II- 21** : Illustration des défauts au sein des précipités de la phase  $\delta$  [Sun88]

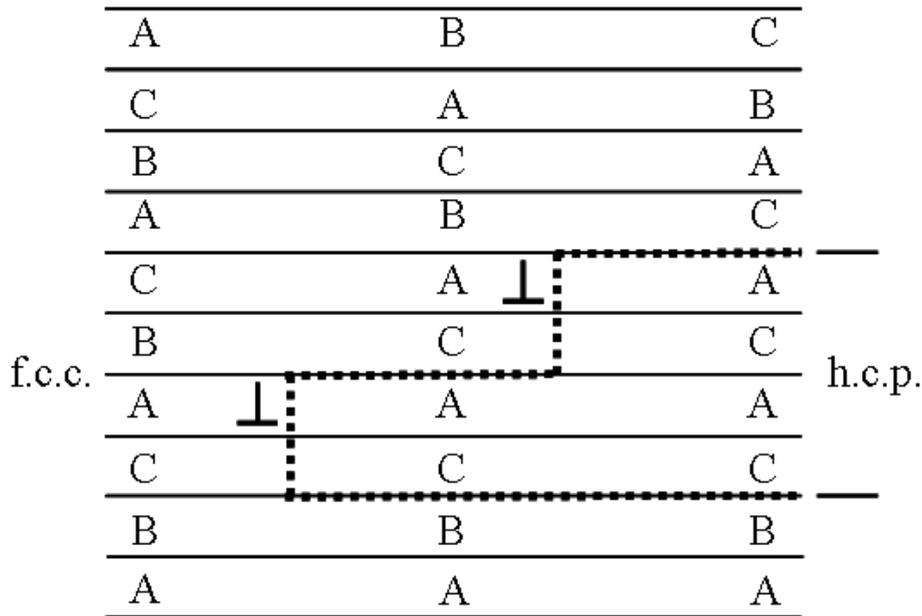
Nous avons également rencontré dans la littérature des travaux montrant la caractérisation des défauts d’interface entre  $\gamma$  et  $\delta$  observés au MET haute résolution. La figure II-22 montre l’image d’un défaut d’interface  $\gamma$  et  $\delta$  observé par Bray et Howe [Bra96a, Bra96b].



**Figure II- 22** : Structure d’une dislocation-marche dans l’interface  $\gamma/\delta$  [Bra96a].

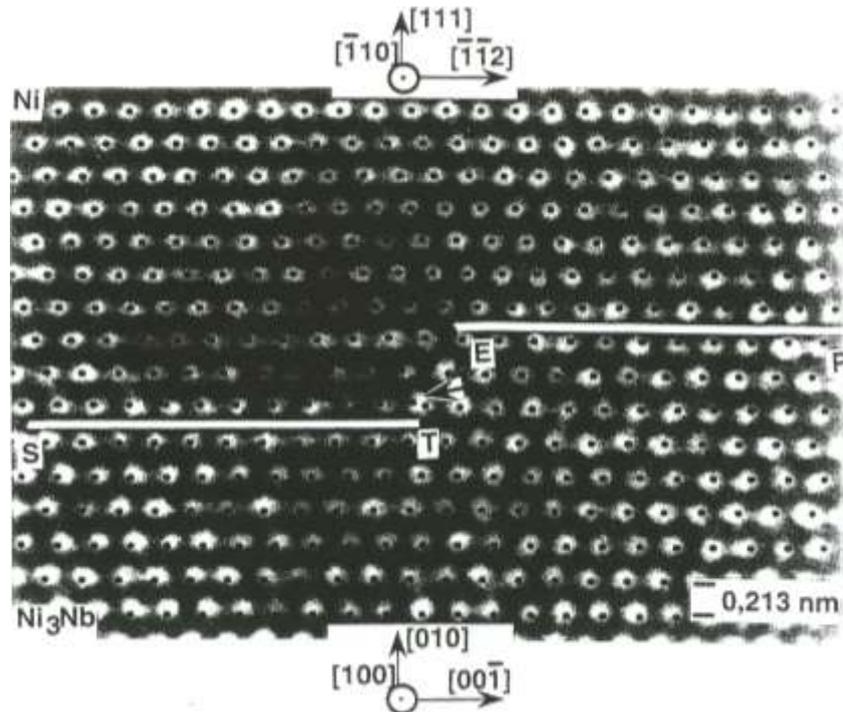
Les circuits de Burgers que ces auteurs ont réalisé sur cette image de la figure II-22 révèlent une dislocation partielle de type Schockley toujours observée et une partielle de Frank de type

$\frac{1}{3}\langle 111 \rangle$ . La partielle de Schockley apparaît au bord du centre de la marche tandis que celle de Frank est localisée en bas de la marche. Ces auteurs [Bra96a] ont réalisé une illustration schématique de la formation de la marche à partir de deux partiels de type Schockley qui met en évidence la transformation  $\gamma \rightarrow \delta$ . Le schéma réalisé est montré sur la figure II-23 [Bra96a].



**Figure II- 23** : Illustration schématique de la transformation  $\gamma \rightarrow \delta$  [Bra96a].

Sur ce schéma, nous comprenons que chaque dislocation partielle (indiquée sur la figure II-23) transforme deux plans de la matrice  $\gamma$  en une structure de type orthorhombique. Taibi et al. [Tai96] ont observé la structure d’une dislocation-marche qui sépare deux facettes interfaciales de différentes natures entre  $\gamma$  et  $\delta$ . Pour observer ce défaut, ils ont orienté un grain de la matrice  $\gamma$  le long de la direction  $[1\bar{1}0]$ . Ils en ont déduit que le cœur de la dislocation-marche sépare deux facettes de structures atomiques différentes et que la dislocation est pure coin avec un vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$ . La dislocation-marche est associée à une marche d’une hauteur de deux ou trois plans atomiques. Elle sépare deux facettes interfaciales à empilement atomique compact qui n’ont pas la même énergie de surface. L’image obtenue est montrée sur la figure II-24.

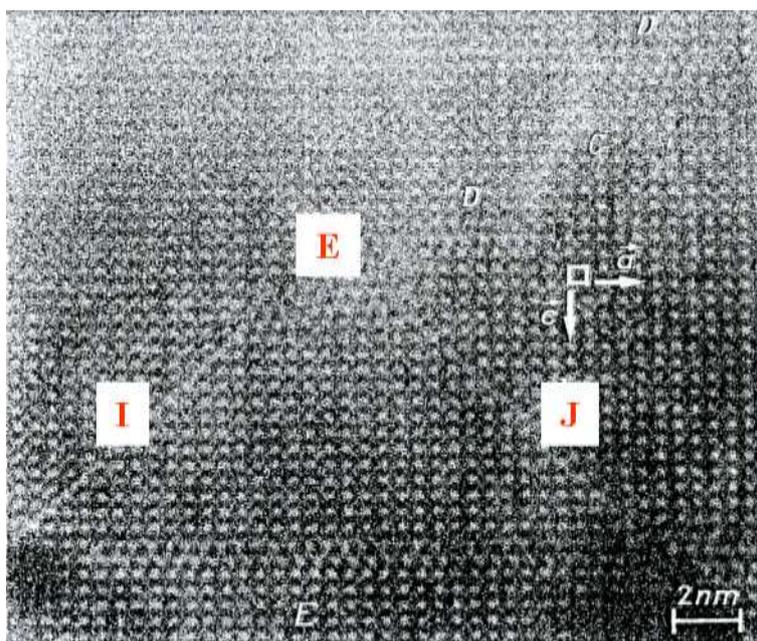


**Figure II- 24** : Image d’une dislocation-marche à l’interface Ni/Ni<sub>3</sub>Nb. Les traits blancs marquent la position des facettes interfaciales dans l’hypothèse d’une structure atomique compacte (aux premiers voisins seulement). La marche est associée à une dislocation coin pour laquelle  $b = \frac{1}{6}[\bar{1} \bar{1} 2]$ Ni. Son champ u est représenté par les positions théoriques des colonnes atomiques (petits points noirs), en bon accord avec les positions expérimentales (taches blanches) [Tai96].

Par ailleurs Bonnet et al. [Bon96] ont observé dans les mêmes conditions que Bray et Howe [Bra96a, Bra96b] des défauts (marches) au niveau des facettes d’interfaces entre  $\gamma/\delta$  avec des structures atomiques différentes. Ces marches sont associées à des dislocations partielles de type partielle de Schockley avec comme vecteur de Burgers  $b = \frac{1}{6}[112]$ . D’autres observations plus récentes de Bonnet et de Liang [Bon00, Lia98] portent sur les champs de déplacement générés par les défauts intrinsèques au niveau des interfaces entre plans compacts  $\gamma/\delta$ . Ils ont trouvé plusieurs types de dislocation-marche au niveau des interfaces des lamelles de  $\delta$  avec la matrice  $\gamma$ . Selon Bonnet [Bon00], les vecteurs de Burgers associés à ces dislocations sont tous de type partielle de Schockley  $\frac{1}{6}[\bar{1} \bar{1} \bar{2}]$ ,  $\frac{1}{6}[\bar{2} 1 \bar{1}]$  ou  $\frac{1}{6}[1 \bar{2} \bar{1}]$ . En réalisant des circuits de Burgers aux alentours des défauts d’interface, Liang [Lia98] a trouvé deux types de dislocations au niveau des interfaces parallèles à la direction  $[1 \bar{1} 0]_{\gamma}$  : un vecteur de Burgers de type  $\frac{1}{6}[1 \bar{1} \bar{2}]$  qui correspond forcément au désaccord paramétrique observé au niveau de l’interface et un autre vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[2 \bar{1} \bar{1}]$  observé sur quelques portions d’interfaces à côté des marches du précipité.

### II.3.3.3. Défauts au sein de $\delta$

Nous avons également rencontré des travaux montrant la caractérisation des défauts observés au sein de  $\delta$  au MET en haute résolution. La figure II-25 en est une illustration des travaux de Zhang et al. [Zha86a]. Cette observation indique qu’au sein d’un même précipité de la phase  $\delta$  observé le long de la direction  $[010]_{\delta}$  on peut visualiser un défaut sous forme d’interface (figure II-25). Ce type de défaut correspond à un défaut de type TDB (translation domain boundaries) au sein de la phase  $\delta$ . Le vecteur associé à cette translation est équivalent à  $\frac{1}{4}[102]$ .



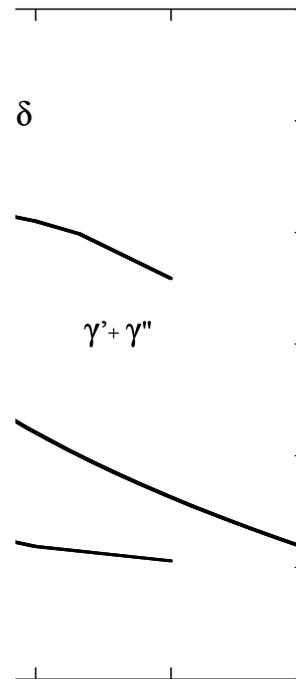
**Figure II- 25** : Illustration de défauts de type TDB (translation domain boundaries) observés au MET en haute résolution au sein d’un précipité de la phase  $\delta$  [Zha86a].

D’autres types de défaut d’interface ont également été observés en METHR le long de l’axe de zone  $[010]_{\delta}$  par Zhang et al. [Zha86b]. Les défauts sont présents sous forme de macles de rotation avec un angle de rotation de  $\frac{2\pi}{3}$ . Ce sont des joints de macles semi-cohérents, le long de la direction d’observation  $[010]_{\delta}$ .

## II. 4. Diagrammes Temps Température Transformations (T.T.T)

L’étude des diagrammes T.T.T permet de connaître les temps et les températures auxquels il y aura précipitation ou transformation de phases dans l’alliage au cours des différents traitements thermiques. Brooks et Bridge [Bro88] et Oradei-Basile et Radavich [Ora91] ont

montré des diagrammes T.T.T. relatifs à la précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Ces auteurs étaient surpris par le fait que ces précipités sont très petits, donc difficile à observer à la première étape de précipitation avant d’être enfin facilement identifiables. Oradei-Basile et Radavich [Ora91] ont montré une seule courbe où apparaissent ces deux phases simultanément et qui est en accord avec les observations effectuées par Han [Han82] et plus récemment par Xie [Xie05]. Par contre, Brooks et Bridge [Bro88] ont trouvé que les précipités  $\gamma''$  apparaissent d’abord seuls en première étape pour des temps plus courts, tandis que les précipités de la phase  $\gamma'$  apparaissent ensuite en accord avec les observations effectuées tout récemment par Thomas et ses collaborateurs [Tho06]. Les résultats de Brooks et Bridge [Bro88] sont totalement contradictoires avec les travaux effectués par March [Mar82] qui a reporté que la phase  $\gamma'$  apparaît avant  $\gamma''$  pour un traitement thermique dans l’intervalle de températures comprises entre 780 et 820°C. Slama et Abdellaoui [Sla00] ont confirmé les observations de March [Mar82] en réalisant un traitement thermique à 680°C. Sundararaman [Sund94] avait déjà conclu que la précipitation de  $\gamma'$  ne précède pas celle de  $\gamma''$  pour des traitements thermiques à des températures comprises entre 650 et 900°C. Sundararaman [Sun94] avait aussi noté que pour un traitement effectué à 900°C la phase  $\gamma''$  est observée seule, et déduit que cette dernière doit avoir un solvus "métastable" plus haut que celui de la phase  $\gamma'$ . Notons aussi que Brooks et Bridge [Bro88] ont observé une précipitation de  $\gamma''$  à 700°C pour des temps beaucoup plus faibles que ceux annoncés par Oradei-Basile et Radavich [Ora91], en accord avec les travaux de Slama et Abdellaoui [Sla00]. La figure II-26 nous montre le domaine de précipitation isotherme des deux phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  observé par Oradei-Basile et Radavich [Ora91]. Sur ce graphe on trouve également la courbe montrant le domaine de précipitation isotherme de la phase  $\delta$  déduit des travaux de Beaubois [Bea04]. Ces deux courbes se croisent vers 920°C, valeur proche de la température de solvus de 900°C proposée auparavant par Sundararaman [Sund88] et qui n’est pas loin de celle proposée tout récemment par Xie et ses collaborateurs [Xie05] qui est de 886°C.



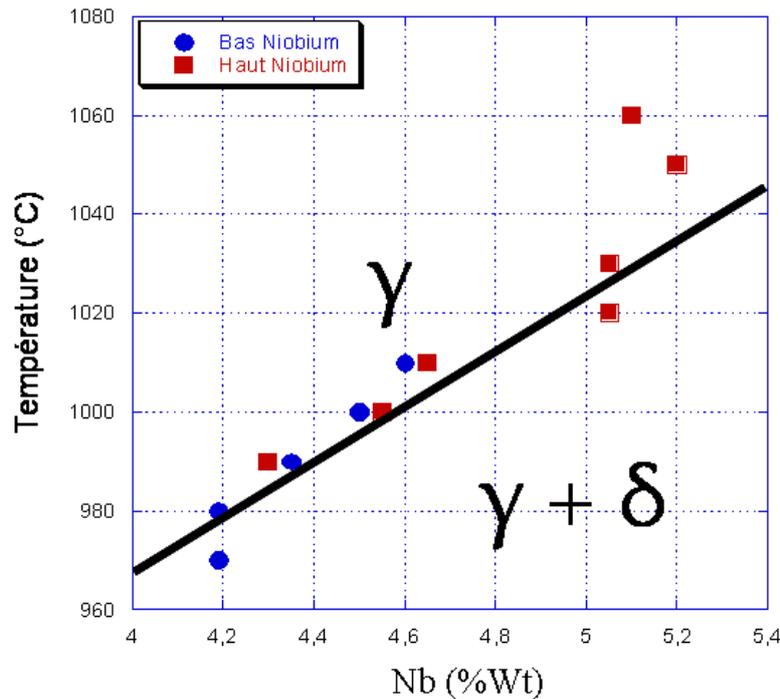
**Figure II- 26** : Courbe TTT montrant la précipitation de  $\gamma' + \gamma''$  [Ora91] et de  $\delta$  [Bea04].

Sur cette figure nous pouvons remarquer que la température de solvus de la phase  $\delta$  est de 1020°C. Des travaux plus récents de Coste [Cos03] ont montré que cette valeur de la température de solvus dépend de la composition en niobium de l’alliage. La figure II-27 illustre la variation de cette température de solvus de la phase  $\delta$  en fonction de la fraction massique en niobium contenue dans l’alliage. Il a ainsi montré que pour une teneur en niobium comprise entre 4,19 et 5,41 %, il est possible d’établir une relation entre la limite de solubilité du niobium dans la matrice austénitique  $f_{Ni}^{Nb}$  et la température :

$$f_{Ni}^{Nb} = 822 \cdot \exp(-55kJ.mol^{-1} / R.(T + 273))$$

Cette équation représente la limite entre les domaines  $\gamma$  et  $\gamma + \delta$  de la figure II-27. Au niveau du solvus de  $\delta$ , nous aurons donc :

$$T_{solvus}^{\delta} = [-55000 / R.\ln(f_{Nb} / 822)] - 273$$



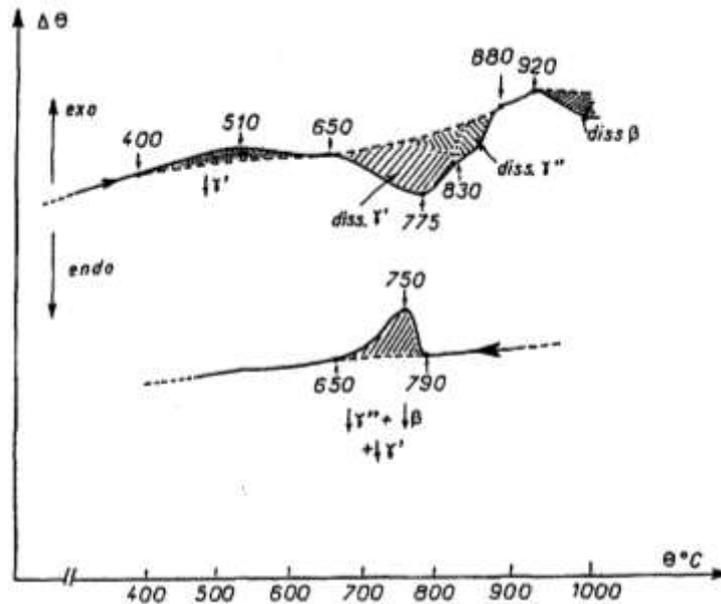
**Figure II- 27** : Température et diagramme pseudo-binaire correspondant en fonction du % massique de niobium en solution solide à l'équilibre [Cos03].

## II.5. Essais d'Analyse Thermique Différentielle (A.T.D.)

L'Analyse Thermique Différentielle (ATD) est une technique de caractérisation des matériaux permettant d'étudier les transformations des phases au cours d'un traitement thermique (chauffage ou refroidissement). Elle permet de déterminer également les températures de solvus des différentes phases de l'alliage [Sla97b, Yan97]. Les précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  sont susceptibles de se former au sein de la matrice  $\gamma$  soit au chauffage soit au refroidissement. Slama et Cizeron [Sla97b] ont réalisé des essais d'ATD sur des échantillons ayant subi un traitement thermique après laminage à chaud. Ce traitement consistait en :

- une mise en solution de 1 heure à 960°C ;
- refroidissement (air soufflé) jusqu'à 720°C ;
- premier vieillissement durant 8 heures à cette température ;
- refroidissement lent de 720 à 620°C ;
- deuxième vieillissement durant 8 heures à cette température ;
- refroidissement final à l'air calme.

La figure II-28 représente un essai d'ATD reporté par ces auteurs [Sla97b]. Les deux parties de la courbe d'essai (chauffage et refroidissement) ont ainsi été reportées sur ce graphe. Nous notons des pics exothermiques et endothermiques qui symbolisent respectivement les domaines de température de précipitation et de dissolution des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ .



**Figure II- 28** : Essai d’ATD réalisé sur un échantillon d’alliage 718 avec une vitesse de chauffage de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  [Sla97b].

Au chauffage (courbe représentée au dessus), on remarque qu’il apparait un pic exothermique dans l’intervalle de température comprise entre 400 et  $650^{\circ}\text{C}$ . Ce pic correspond à la précipitation de la phase  $\gamma'$ . Dans ce domaine de température, on peut encore former un peu de  $\gamma'$ , phase qui a précipité essentiellement lors du deuxième vieillissement imposé à l’alliage avant livraison ( $680^{\circ}\text{C}$  pendant 8 heures). Il apparait ensuite un autre phénomène qui est endothermique entre 650 et  $830^{\circ}\text{C}$  lié à la dissolution de  $\gamma'$ . Ceci nous permet donc de déduire que la température de solvus de  $\gamma'$  pour cet alliage est proche de  $650^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur est très loin de celle obtenue par Brooks ( $830^{\circ}\text{C}$ ) [Bro88]. Le processus de dissolution de  $\gamma'$  est suivi par un second phénomène endothermique entre 830 et  $880^{\circ}\text{C}$  lié à la dissolution de la phase  $\gamma''$  formée lors du revenu de 8 h à  $720^{\circ}\text{C}$ . Ceci nous permet donc de déduire que la température de solvus de  $\gamma''$  pour cet alliage est proche de  $830^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur est elle aussi loin de celle trouvée par Brooks [Bro88] ( $930^{\circ}\text{C}$ ). Cette partie se termine par une dissolution de la phase  $\delta$  au delà de  $920^{\circ}\text{C}$ . Au refroidissement, on note un pic exothermique lié à la précipitation à la fois de  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  d’après les auteurs. Le fait que la précipitation de  $\gamma'$  intervienne avant celle de  $\gamma''$  a été étudié par Cozar et Pineau [Coz73] qui ont montré que la précipitation de  $\gamma'$  précède celle de  $\gamma''$  à condition que le rapport en pourcentage atomique de  $(\text{Ti} + \text{Al} / \text{Nb})$  soit supérieur à 0,8. Slama [Sla97b] a par ailleurs montré que la formation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  est plus précoce que celle de la phase  $\delta$  et que cela est du au fait que les écarts à la cohérence sont beaucoup plus faibles au niveau des interfaces  $\gamma/\gamma'$  ou  $\gamma/\gamma''$  qu’au niveau des interfaces  $\gamma/\delta$ .

## II.6. Diagrammes Transformation refroidissement Contrôlé (TRC)

Les diagrammes TRC permettent de connaître ou de prévoir les phases qui doivent apparaître lors de refroidissements à vitesse contrôlée. Ces refroidissements s’effectuent généralement après homogénéisation de l’échantillon à haute température. Slama et Cizeron [Sla97b] ont réalisé des analyses dilatométriques avec des vitesses de refroidissement comprises entre 0,08 et 150°C/s après homogénéisation pendant 15 minutes à 990°C pour dissoudre complètement la phase  $\delta$ . Leurs échantillons ont été systématiquement caractérisés à chaque fois par microscopie électronique en transmission. La courbe montrant les domaines d’apparition des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  ( $\beta$ ) est montrée sur la figure II-29.

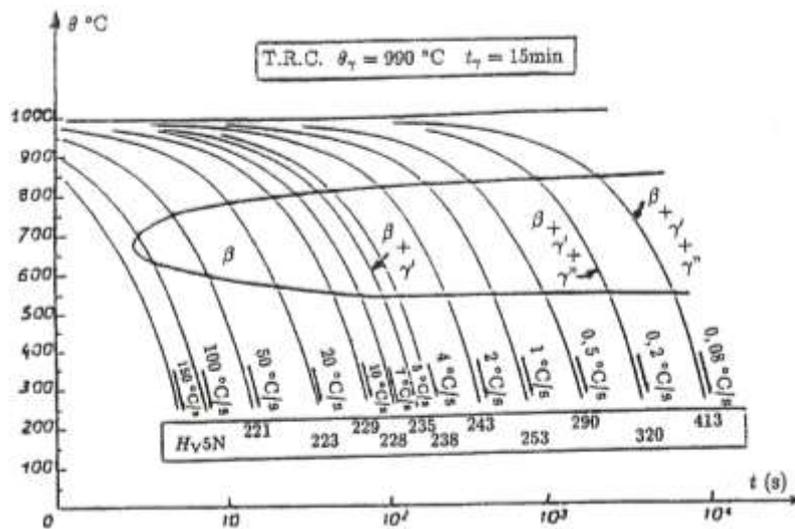


Figure II- 29 : Diagramme T.R.C. de l’alliage inconel 718 [Sla97b].

Ce diagramme T.R.C. montre que la phase  $\delta$  n’apparaît que si la vitesse de refroidissement est inférieure ou égale à 50°C/s, tandis que les précipités de la phase  $\gamma'$  et  $\gamma''$  ne sont observés que pour des vitesses de refroidissement respectivement inférieures ou égales à 5 et 0,5°C/s. Ces résultats montrent que la phase  $\gamma'$  apparaît pour des vitesses de refroidissement 10 fois plus élevées que la phase  $\gamma''$ . La valeur de la vitesse de refroidissement à partir de laquelle Slama et Cizeron [Sla97b] ont observé la précipitation de  $\gamma''$  (30°C/min) est différente de celle trouvée dans les travaux de Geng et ses collaborateurs [Gen97]. Ces derniers avaient montré que les précipités  $\gamma''$  ne sont observés que si les vitesses de refroidissement sont supérieures ou égales à 20°C/min. Cette différence entre les deux auteurs [Sla97b, Gen97] pourrait être liée à l’état de départ de leur alliage. Le premier cité [Sla97b] avait effectué sur son alliage une homogénéisation préalable à une température de 990°C pendant 15 min, tandis que le second [Gen97] avait réalisé auparavant une homogénéisation à 1100°C durant 1h. Des travaux beaucoup plus anciens de Garcia et ses collaborateurs [Gar92] avaient montré trois

diagrammes TRC dont les temps d’homogénéisation préalable (temps appliqués sur trois échantillons distincts à 1180°C avant analyse dilatométrique) sont différents (24, 72 ou 90 heures). Leurs résultats ont montré que la valeur de la vitesse de refroidissement à partir de laquelle les phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  ou  $\delta$  sont observés diminue quand le temps d’homogénéisation préalable augmente. La précipitation de  $\gamma''$  est observée à partir de 9°C/sec (540°C/min) pour l’échantillon homogénéisé à 1180°C durant 24 heures. Cette valeur est très loin de celle trouvée par Slama et par Geng [Sla97b, Gen97].

### II.7. Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis de présenter d’abord l’alliage Inconel 718, sa matrice  $\gamma$  ainsi que les précipités des phases les plus importantes  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Nous avons étudié la cristallographie de ces différentes phases. Nous avons également vu les morphologies des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  observés au MET dans l’alliage 718 ainsi que les trois variants différents de  $\gamma''$ . Nous avons appris que les paramètres de maille des phases  $\gamma$  et  $\delta$  peuvent être déterminés par DRX sur l’alliage à l’état massif ou sur poudre extraite de l’état massif. Des études montrant les diagrammes TTT ont aussi été trouvées dans la littérature. Elles permettent de connaître les domaines des temps et températures de précipitation des différentes phases. Des travaux montrant des essais d’ATD et des courbes TRC ont été aussi relevés de la littérature. Nous avons appris que les essais d’ATD permettent de connaître les températures de précipitation et de dissolution des différentes phases. Les courbes TRC permettent quant à elles de connaître les domaines d’apparition des précipités au sein de l’alliage selon les vitesses de chauffage ou de refroidissement appliquées lors des traitements thermiques. Nous avons vu que les défauts au sein des précipités métastables  $\gamma''$  et au niveau des interfaces entre  $\gamma$  et  $\delta$  sont observables au microscope électronique à transmission en haute résolution. Cependant les différentes études reportées dans la littérature ne permettent pas toujours d’appréhender parfaitement les mécanismes de précipitation et les transformations de phases. Ainsi nous avons vu que les diagrammes TTT présentés peuvent être contradictoires. De même, la caractérisation des défauts apparaissant au sein des précipités n’est pas toujours complète. Nous proposons donc dans ce travail d’étudier les phénomènes de précipitations à l’échelle globale de la microstructure par des essais d’ATD et par des TT isothermes. Ensuite les précipités créés et les défauts (au sein des précipités et aux interfaces) seront examinés par MET. La meilleure compréhension des mécanismes de précipitation et transformation qui doit résulter de cette étude, devrait contribuer à une optimisation des TT réalisés pour les applications industrielles de l’alliage inconel 718.

## Sommaire

---

<b>Chapitre III - Matériau et méthodes expérimentales</b> .....	<b>44</b>
III.1. Matériau étudié .....	<b>44</b>
III.1.1. Découpe et repérage des échantillons .....	44
III.1.2. Composition chimique de l'alliage .....	45
III.1.3. Traitement thermique .....	46
III.2. Méthodes expérimentales .....	<b>46</b>
III.2.1. Analyse Thermique Différentielle (ATD) .....	46
III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX) .....	47
III.2.3. Observations métallographiques .....	48
III.2.3.1. Préparations des échantillons et attaques .....	48
III.2.3.2. Microscopie optique (MO) .....	48
III.2.3.3. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	48
III.2.4. Microscopie électronique à transmission (MET) .....	49
III.2.4.1. Préparation d'échantillons .....	49
III.2.4.2. Caractéristiques principales des microscopes utilisés .....	50
III.2.4.2.1. JEOL-JEM 2010 .....	50
III.2.4.2.2. JEOL-JEM 2100 F .....	50
III.2.4.2.3. JEOL-JEM-1011 .....	50
III.2.4.2.4. JEOL-JEM-1400 .....	50
III.2.5. Analyses d'images.....	51

---

## Chapitre III - Matériau et méthodes expérimentales

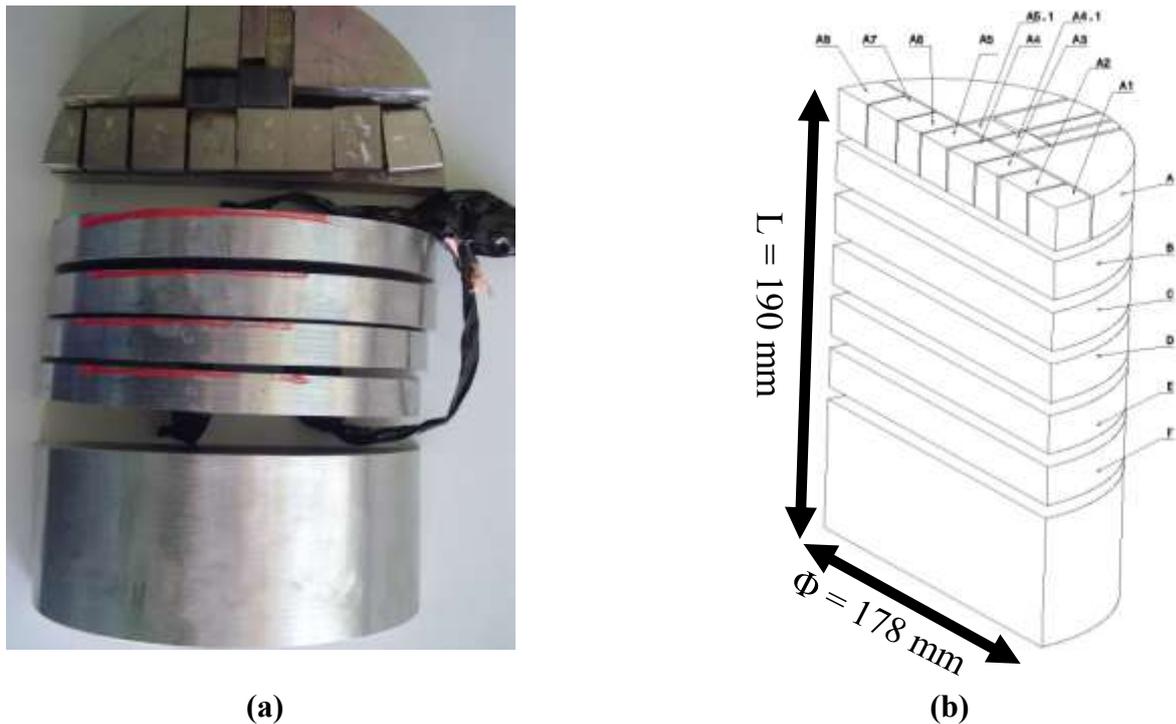
### III.1. Matériau étudié

L'alliage utilisé au cours de cette étude nous a été fourni par la société Aubert & Duval (Pamiers), sous forme d'un demi-rondin de 178 mm de diamètre et de 190 mm de long (figure III-1(a)). Au cours de son élaboration, ce matériau a subi une double refusion sous vide (VIM - Vacuum Induction Melting et VAR - Vacuum Arc Remelting). Le diamètre initial du lingot de 20 pouces (50,8 cm) a été réduit à environ 7 pouces (taille du demi-rondin dont nous disposons) par forgeage (les conditions de forgeage ne sont pas précisées par le fournisseur). Le traitement thermique final subi par ce matériau est le suivant :

- ✓ chauffage jusqu'à 968°C et maintien à cette température pendant une heure suivi d'une trempe à l'eau ;
- ✓ chauffage jusqu'à 720°C et maintien pendant huit heures à cette température ;
- ✓ refroidissement jusqu'à 620°C avec une vitesse de 56°C par heure et maintien pendant huit heures suivi d'un refroidissement à l'air.

#### III.1.1. Découpe et repérage des échantillons

Au sein de la demi-barre dont nous disposons, nous avons découpé des tranches d'épaisseur 20 mm avec une scie à ruban. Les tranches successives sont repérées par les lettres A B... (figure III-1(b)). La tranche A a ensuite été découpée à l'aide d'une tronçonneuse BUEHLER ABRASIMATIC 2 avec des disques de tronçonnage pour matériaux durs. Des échantillons A.1 et A.8, repérés sur la figure III-1(b) de dimensions 20 x 20 x 20 mm<sup>3</sup>, sont prélevés en peau, près de la périphérie du matériau, A.3 et A.6 à mi rayon et A.4 et A.5 sont prélevés au cœur du matériau.



**Figure III- 1** : Photographie du bloc d'Inconel 718 après découpe (a) et repérage employé (b).

### III.1.2. Composition chimique de l'alliage

L'analyse chimique de l'alliage a été effectuée au service central d'analyse du CNRS de Vernaison sur des copeaux de l'échantillon A.7 sur la figure III-1(b), situé entre la peau et le mi rayon. Ces copeaux sont les restes de coupes de lames minces pour la microscopie électronique avant amincissement électrolytique ( $80 \mu\text{m}$  d'épaisseur). Les éléments métalliques (Ni, Fe, Cr, Nb, Mo, Co, Al et Mn) ont été dosés par vaporisation sous forme de plasma couplée à une analyse par spectrométrie d'émission atomique : ICP (Plasma Inductif Couplé) – AES (Spectrométrie d'Emission Atomique). Cette mesure est répétée deux fois sur deux échantillons différents. Le dosage du carbone est effectué par combustion dans un four à induction à  $1800^\circ\text{C}$  sous courant d'oxygène. Le carbone présent dans l'alliage forme ainsi du  $\text{CO}_2$  gazeux qui est détecté par infrarouge. Une seule mesure a été réalisée. La composition moyenne de chaque élément analysé est reportée dans le tableau III-1 en pourcentage massique et en pourcentage atomique.

Elément chimique	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Co	Al	C	Si (ppm)	Mn (ppm)
% atomique	54,47	18,27	20,07	3,39	1,9	0,21	1,08	0,5	2369	743
% poids	52,95	17,09	17,49	5,28	3,05	0,21	0,49	0,12	1116	684
Composition nominale (% poids)	52,50	19,00	19,00	5,30	3,00	–	0,50	0,04	–	–

**Tableau III - 1** : Composition chimique de l’alliage (en poids et en atomique). La dernière ligne représente la composition chimique nominale en poids d’un alliage 718 forgé [Pat01].

Ainsi, nous remarquons que l’alliage possède une teneur élevée en niobium (haut niobium). Le niobium est présent dans les phases durcissantes ( $\gamma'$  et  $\gamma''$ ) mais aussi dans la phase  $\delta$ . La température de solvus de la phase  $\delta$  dépend de la fraction en niobium de l’alliage.

### III.1.3. Traitement thermique

Plusieurs traitements thermiques ont été effectués sur des échantillons de l’alliage à l’état de réception. Les échantillons A2, A3, A4, A5, A4.1, A5.1, A6, A7... repérés sur la figure III-1 (b) ont été utilisés. Le four utilisé est de la société Carbolite, c’est un four classique qui fonctionne sous air et peut monter jusqu’à 1300°C. Les échantillons sont introduits dans le four à la température ambiante avant de démarrer le programme. A la fin de chaque cycle de traitement thermique, les échantillons sont refroidis par trempé à l’eau.

## III.2. Méthodes expérimentales

Pour caractériser et identifier les phases et les précipités présents dans l’alliage à l’état de réception ou après traitements thermiques, nous avons utilisé différentes techniques expérimentales :

- ✓ l’analyse thermique différentielle (ATD)
- ✓ la diffraction des rayons X (DRX)
- ✓ des observations par microscopie optique (MO), par microscopie électronique à balayage (MEB), et par microscopie électronique à transmission conventionnelle (CTEM) ou à haute résolution (METHR)

### III.2.1. Analyse Thermique Différentielle (ATD)

L’Analyse Thermique Différentielle (ATD) est une technique de caractérisation des matériaux permettant d’étudier les transformations de phase au cours d’un traitement thermique (chauffage et refroidissement). L’échantillon étudié et un échantillon de référence

(généralement de l'alumine) sont placés dans un même four sous atmosphère contrôlée. On impose un cycle thermique et on enregistre la différence de température  $\Delta T$  entre l'échantillon et la référence. En l'absence de transformation, cette différence de température évolue de façon monotone : c'est la ligne de base. Lorsqu'une transformation de phase se produit au sein de l'échantillon on observe un pic. L'appareil d'ATD que nous avons utilisé pendant la thèse est de la société SETARAM INSTRUMENTATION modèle **SETSYS 1700°C** avec son logiciel de pilotage. Cette technique d'analyse permet d'évaluer les domaines de températures de précipitation et de dissolution des différentes phases. Elle permet également de déterminer les températures de solvus de ces phases. Les échantillons utilisés au cours de cette étude ont pour dimensions 2 mm x 2 mm x 4 mm. Ils ont été découpés à la tronçonneuse STRUERS (accutom50) à l'aide de disques pour matériaux durs (356 CA pour l'alliage inconel 718).

### III.2.2. Diffraction des rayons X (DRX)

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées afin de mesurer précisément les paramètres de maille des phases présentes dans l'alliage. Le diffractomètre utilisé est un Seifert XRD 3000 TT. L'anode est en cuivre et la longueur d'onde utile est celle de la raie  $K\alpha$  du cuivre (1,5418 Å). Les analyses ont été effectuées sur des échantillons massifs et sur des précipités sous forme de poudre. La technique utilisée pour cette analyse est dite de Bragg-Brentano ( $\theta$ - $2\theta$ ). Le balayage que nous avons effectué est enregistré en  $2\theta$  dans un intervalle compris entre 25 et 60° pour une durée de 3h 30'. Les précipités sous forme de poudre ont été extraits de l'échantillon ayant subi le traitement thermique de 900°C pendant 10 heures. Pour réussir à les extraire, une attaque électrolytique [Li02] a été effectuée sur un échantillon de dimensions 20x20x17 mm<sup>3</sup>. L'électrolyte est un mélange d'une solution contenant 1 ml de sulfate d'ammonium, 2 ml d'acide tartrique et 97 ml d'eau. La densité de courant utilisée pendant l'opération est de 100 mA/cm<sup>2</sup> pour une durée d'environ 8 heures. Les précipités sont ensuite récupérés sur un papier filtre après rinçage à l'eau distillée et séchage. La quantité de poudre obtenue est d'environ 550 mg après dissolution d'une masse d'environ 8 g de l'échantillon. Les diffractogrammes expérimentaux ainsi obtenus ont été dépouillés à l'aide du logiciel Carine Cristallographie [CaR89-09]. Les positions des pics des phases présentes sont calculées et comparées aux résultats expérimentaux. La superposition des pics calculés et expérimentaux est réalisée en ajustant les paramètres de maille des phases détectées  $\gamma$  et  $\delta$  (les valeurs de départ considérées sont celles du Ni et de Ni<sub>3</sub>Nb [Vil97]).

### III.2.3. Observations métallographiques

#### III.2.3.1. *Préparations des échantillons et attaques*

Pour effectuer des observations métallographiques, il est nécessaire d'avoir un état de surface très propre, donc une très bonne préparation. La préparation débute par un polissage mécanique à l'aide des machines Buehler Metaserv avec des papiers abrasifs de carbure de silicium de grade croissant (80, 180, 320, 600, 1200, 4000). Le polissage se fait sous eau. Il débute avec un papier à gros grains et on procède par élimination progressive des rayures. On croise soigneusement les stries de polissage quand on passe d'un papier au suivant. Nous terminons par un polissage à pâte diamantée de 3  $\mu\text{m}$  qui est utilisé avec un disque feutré spécifique. Après polissage, ces échantillons seront nettoyés dans un bain aux ultrasons avec de l'éthanol puis séchés avec de l'acétone.

Une fois que le polissage est réalisé, on peut effectuer une attaque électrochimique. Deux types d'attaque ont souvent été réalisés dans cette étude.

- ✓ Une attaque avec une solution à 10 % d'acide oxalique dissout dans de l'eau, sous 5 Volts pendant 20 secondes. Elle permet de révéler les joints de grains de l'échantillon et permet ainsi d'observer la morphologie des grains au microscope optique.
- ✓ Une attaque électrochimique avec un mélange de 460 ml d'acide phosphorique, 25 ml d'acide sulfurique et 50 g de  $\text{CrO}_3$ , sous 4 volts pendant 7 à 8 secondes, qui permet de révéler la phase  $\delta$ .

#### III.2.3.2. *Microscopie optique (MO)*

L'appareil utilisé est un microscope optique métallographique inversé **Olympus PMG3**. Cet appareil est équipé de 5 objectifs allant de 5 à 100 fois. Il permet d'observer des détails jusqu'au micron. Il est couplé avec une caméra numérique permettant l'acquisition directe d'images par le logiciel Aphélion. Ces observations ont été effectuées sur les échantillons polis et attaqués.

#### III.2.3.3. *Microscopie électronique à balayage (MEB)*

Le microscope électronique à balayage utilisé pendant l'étude est un **LEO 435 VP**. Cet appareil est équipé de 3 détecteurs différents : i) un détecteur pour les électrons secondaires permettant d'obtenir un contraste topographique, ii) un détecteur pour les électrons rétrodiffusés qui est nécessaire pour visualiser les contrastes chimiques et iii) une sonde qui permet d'effectuer des analyses EDX ponctuelles.

Pour observer les précipités de la phase  $\delta$ , on utilise le détecteur d'électrons rétrodiffusés si les échantillons n'ont pas subi d'attaque électrochimique après polissage. Dans le cas contraire, les observations seront effectuées avec le détecteur d'électrons secondaires. Pour obtenir des images MEB haute résolution à plus forts grossissements, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à effet de champ (MEB-FEG)-**JEOL-JSM 6700F**. Ce dernier possède des qualités très intéressantes parmi lesquelles, nous pouvons citer son faisceau qui est très fin et brillant.

### III.2.4. Microscopie électronique à transmission (MET)

#### *III.2.4.1. Préparation d'échantillons*

L'observation au microscope électronique à transmission nécessite d'utiliser des lames très minces avec une épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètres. Ceci nécessite donc une étape de préparation afin d'obtenir des lames suffisamment minces pour être observables. Cette phase de préparation est donc très importante, car c'est elle qui détermine en partie la qualité des résultats obtenus. Sur les échantillons massifs dont nous disposons, on commence par une découpe pour obtenir une lame d'épaisseur 0,5 à 0,8 mm au maximum. Cette épaisseur sera ensuite réduite par polissage mécanique avec des papiers de carbure de silicium sous eau jusqu'à une épaisseur d'environ 80  $\mu\text{m}$ . Cette lame va subir un amincissement électrolytique avec une amincisseuse Tenupol-5 de marque STRUERS. L'électrolyte utilisé est un mélange contenant 900 ml de méthanol, 100 ml d'acide perchlorique et 200 ml de Butylcellosolve. L'opération doit s'effectuer à une température en dessous de 0°C généralement entre -5 et -10°C, sous un potentiel de 22 Volts. Après amincissement il apparaît un trou sur l'échantillon aminci. La zone au bord est transparente aux électrons. Les observations des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et des précipités de la phase  $\delta$  seront effectuées dans cette zone transparente.

L'observation de ces lames au microscope électronique à transmission haute résolution nécessite un nettoyage supplémentaire. L'appareil utilisé pour cette opération est un plasma cleaner de marque DIENER PICO du service TEMSCAN de l'université Paul Sabatier (UPS) de Toulouse. Le gaz utilisé est un mélange d'oxygène et d'argon dans des proportions de 30 et 70 % respectivement. C'est un plasma ionique, il permet donc de casser les molécules qui sont des impuretés à la surface de l'échantillon. Cette opération permet d'éliminer tous les éléments organiques accrochés à la surface de l'échantillon tels que l'huile et les résidus de carbone.

### *III.2.4.2. Caractéristiques principales des microscopes utilisés*

Pour mener à bien notre étude, plusieurs appareils du service TEMSCAN de l'UPS ont été utilisés. Leurs caractéristiques générales et les raisons de leur utilisation sont brièvement présentées ci-dessous.

#### *III.2.4.2. 1. JEOL-JEM 2010*

Le microscope JEOL 2010 travaille avec une tension d'accélération des électrons de 200 kV. Il est équipé d'un canon à cathode en hexaborure de lanthane (LaB6). Sa brillance est plus élevée que celle du filament de tungstène pour une température de chauffe plus basse. L'avantage de cet appareil est qu'on peut réaliser de l'imagerie conventionnelle en champ clair ou en champ sombre et de la diffraction, ce qui constitue un intérêt majeur pour notre étude. Il permet aussi d'enregistrer les images et les clichés de diffraction sur des supports de films. Cet appareil permet d'observer par exemple des défauts à faible échelle sur les précipités de la phase métastable  $\gamma$ ".

#### *III.2.4.2. 2. JEOL-JEM 2100 F*

Le microscope JEOL JEM 2100F est, quant à lui, équipé d'un canon à effet de champ. La tension d'accélération des électrons est de 200 kV. Il permet de réaliser de l'imagerie haute résolution et donc d'observer les précipités métastables  $\gamma$ " et stables  $\delta$ . Cet appareil donne la faculté d'observer les précipités à l'échelle des colonnes atomiques. Les images effectuées nous permettent de tirer des informations sur l'organisation cristalline des précipités ainsi que sur les défauts qui s'y trouvent, comme les dislocations partielles, les défauts chimiques ou les dissociations de dislocations.

#### *III.2.4.2. 3. JEOL-JEM-1011*

Le microscope JEOL 1011 travaille avec une tension d'accélération des électrons de 100 kV. L'intérêt d'utiliser ce microscope est sa facilité d'accès si on veut réaliser des images à faibles grossissements. Son porte-échantillon peut porter deux lames à la fois, ce qui permet d'observer la qualité des lames et de les trier avant de les utiliser au microscope électronique à haute résolution. Sa faible tension d'accélération permet d'observer les échantillons avec moins de risques d'endommagement par le faisceau d'électrons.

#### *III.2.4.2. 4. JEOL-JEM-1400*

Le microscope 1400 travaille avec une tension d'accélération d'électrons de 120 kV. Il possède les mêmes avantages que le MET 1011. Grâce à sa facilité d'accès, il permet aussi de

pouvoir observer la qualité des lames déjà préparées et de les trier avant de les utiliser au microscope JEOL2100F. Son porte échantillon peut porter plus de lames que celui du microscope 1011 (jusqu'à 5 lames).

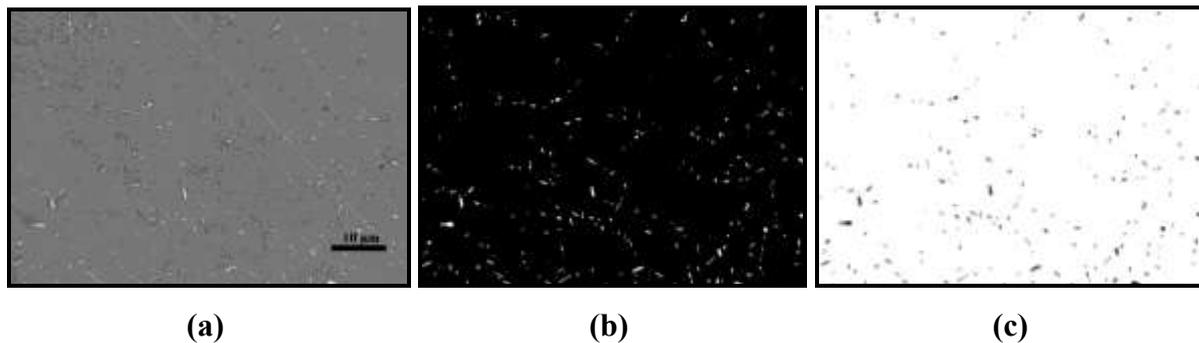
### III.2.5. Analyses d'images

Le traitement et l'analyse des images obtenues au MEB ont été effectués à l'aide de deux logiciels : Aphèlion et ImageJ. Pour les analyses quantitatives, afin de s'assurer de la représentativité statistique des zones observées au MEB, neuf images sont prises pour chaque échantillon. Ces images sont réparties sur l'ensemble de la zone en prenant une image sur chacune des neuf zones indiquées sur la figure III-2.

1	2	3
4	5	6
7	8	9

**Figure III- 2 :** Représentation schématique de la répartition des 9 zones dans les quelles les photos ont été prises sur la surface totale de l'échantillon. Le coté du carré représente la taille de l'échantillon, soit environ 20 mm.

Les images obtenues sont ensuite analysées pour déterminer la fraction surfacique de la phase  $\delta$  sur l'image. La moyenne des fractions surfaciques est assimilée à la fraction volumique de la phase  $\delta$  dans l'échantillon. L'analyse d'images est réalisée en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on réalise une adaptation manuelle du contraste et de la luminosité sur les photos et une élimination des carbures et autres précipités. L'image est ensuite seuillée manuellement (figure III-3 (b)), puis une macro écrite dans le logiciel Aphèlion permet d'identifier les précipités (figure III-3 (c)) et de déterminer leur fraction surfacique. Les traitements et analyses d'images obtenues au MET en champ sombre permettent de connaître les tailles des précipités de la phase  $\gamma$ ".



**Figure III - 3** : Exemple d'une image brute **(a)**, image seuillée **(b)** et les différentes particules détectées. (Echantillon ATD 1020°C refroidissement 5 K/min).

## Sommaire

---

<b>Chapitre IV - Caractérisation de la précipitation des phases à l'état de réception</b> .....	<b>54</b>
IV.1. Caractérisation microscopique .....	<b>54</b>
IV.1.1. Morphologie et taille des grains .....	54
IV.1.2. Morphologie et fraction surfacique de la phase $\delta$ .....	55
IV.1.3. Morphologie des précipités $\gamma'$ et $\gamma''$ .....	57
IV.2. Analyses par diffraction des rayons X.....	<b>60</b>
IV.2.1. La phase $\gamma$ .....	60
IV.2.2. La phase $\delta$ .....	61

---

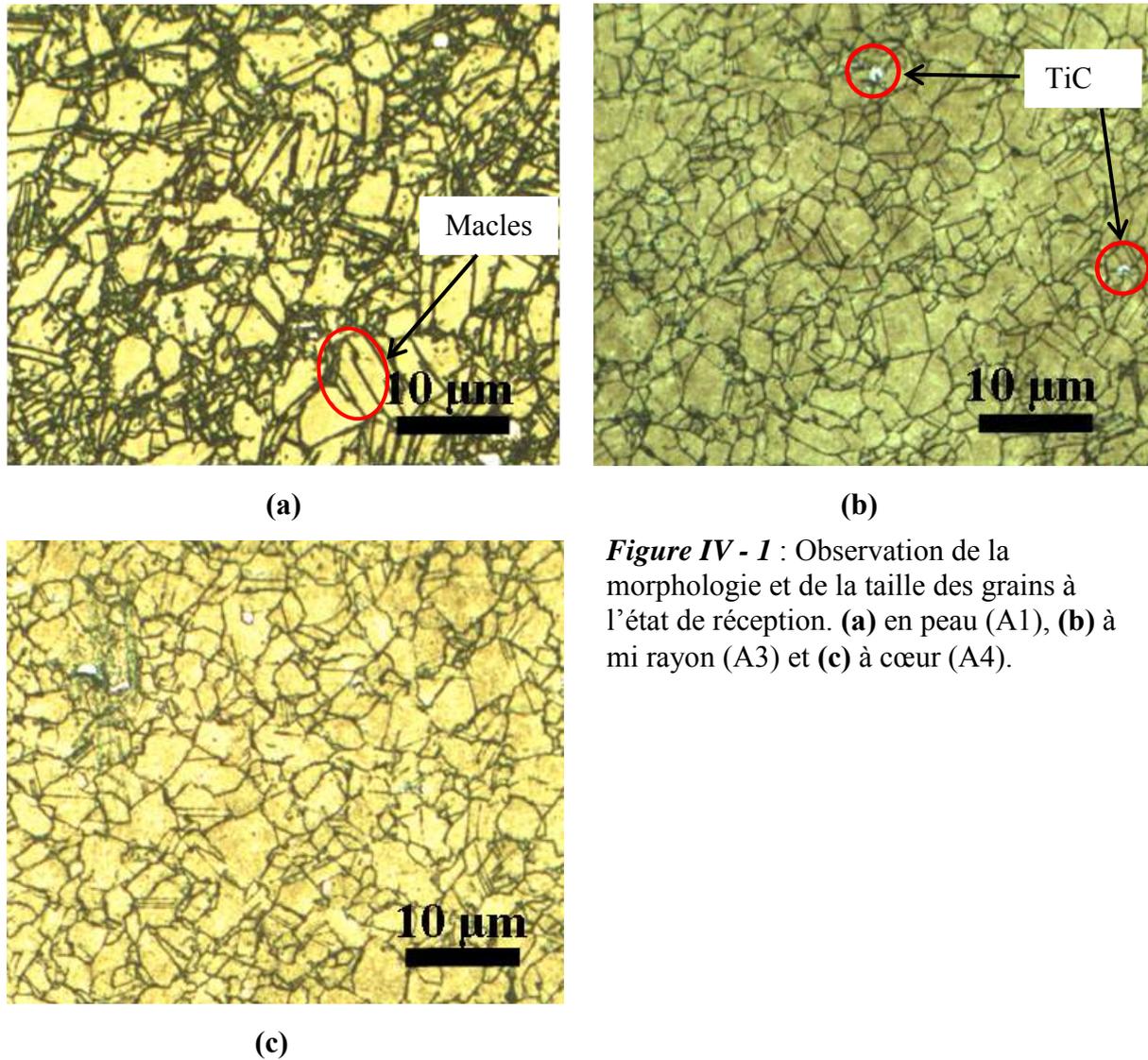
## Chapitre IV - Caractérisation de la précipitation des phases à l'état de réception

La caractérisation de la microstructure de l'alliage dans son état de réception est une étape très importante avant de suivre l'évolution de la précipitation des phases au cours des différents traitements thermiques. L'alliage a subi un traitement thermique appelé « standard » après forgeage. Ce traitement a été décrit dans le chapitre III, c'est un traitement de précipitation. Il est optimisé en fonction des températures d'utilisation de l'alliage et de ses performances mécaniques. Il permet donc de pouvoir bien contrôler la taille des grains avec le suivi de la précipitation de la phase  $\delta$ . Il permet également de faire précipiter les phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . Dans ce chapitre, nous allons donc essayer de caractériser la morphologie et la taille des grains sur des zones différentes au sein du demi-rondin par microscopie optique. Les précipités de la phase  $\delta$  seront caractérisés par microscopie électronique à balayage, tandis que les morphologies des précipités fins de  $\gamma''$  seront observées au microscope électronique à transmission. Nous finirons par déterminer, grâce à des analyses par diffraction des rayons X, les paramètres de maille de la matrice  $\gamma$  et de la structure de la phase  $\delta$ .

### IV.1. Caractérisation microscopique

#### IV.1.1. Morphologie et taille des grains

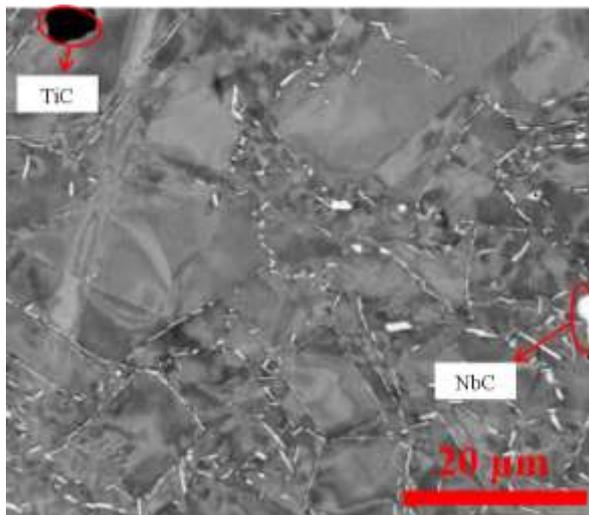
La morphologie et la taille des grains de l'alliage dans son état de réception ont été observées par microscopie optique. Les observations ont été effectuées sur des zones différentes au sein du demi-rondin. Elles ont été réalisées sur des échantillons prélevés près de la peau (A1), à mi rayon (A3) et à cœur (A4) du matériau. Nous remarquons que la microstructure des grains est très différente dans les différents échantillons observés. La taille des grains est très hétérogène près de la peau (figure IV-1(a)) avec de très petits grains de taille moyenne environ 0,5 à 1  $\mu\text{m}$  et de gros grains de taille moyenne environ 8 à 10  $\mu\text{m}$ . Elle est moins hétérogène à cœur (figure IV-1(c)) et à mi rayon (figure IV-1 (b)) du demi-rondin avec des grains de taille moyenne environ 5  $\mu\text{m}$ . Nous notons également la présence de macles et de carbures de titane (TiC) (figure IV-1(a)). La microstructure de cet alliage dépend de son histoire thermomécanique pendant les opérations d'élaboration et de mise en forme. Les macles observées sont formées lors de la recristallisation. La présence de carbures de titane et de niobium provient du fait que le titane et le niobium sont des éléments très carburigènes qui s'associent facilement au carbone présent dans l'alliage.



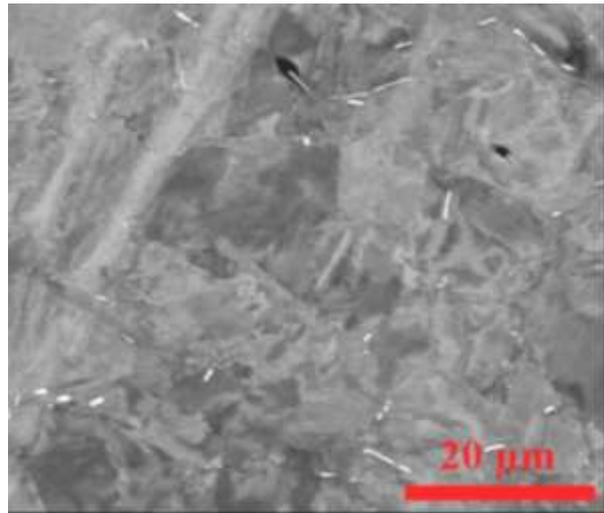
**Figure IV - 1** : Observation de la morphologie et de la taille des grains à l'état de réception. **(a)** en peau (A1), **(b)** à mi rayon (A3) et **(c)** à cœur (A4).

#### IV.1.2. Morphologie et fraction surfacique de la phase $\delta$

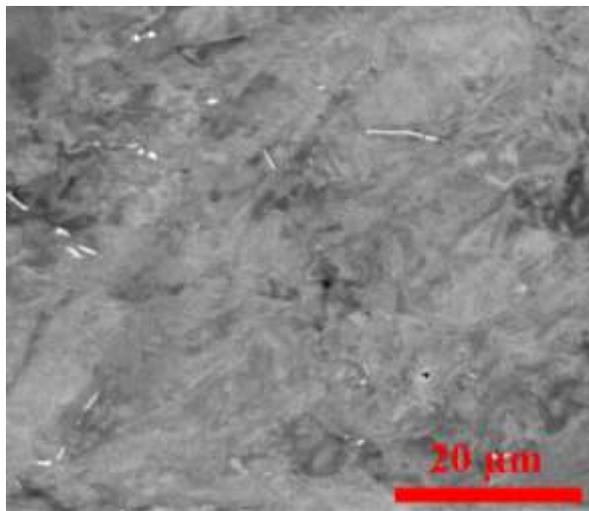
Les échantillons précédemment observés au microscope optique ont également été caractérisés par microscopie électronique à balayage afin de déterminer dans un premier temps les morphologies des précipités de la phase  $\delta$  et ensuite de réaliser la quantification de leur fraction surfacique par analyse d'images. Sur la figure IV-2 nous apercevons les images obtenues après polissage et attaque électrochimique. Elles ont été réalisées avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés. On remarque que la fraction de la phase  $\delta$  est faible et que sa répartition n'est pas homogène au sein de l'échantillon. Les précipités de  $\delta$  sont plus nombreux au niveau des joints de grains, ils contrôlent la croissance des grains recristallisés tout en freinant la progression du phénomène de recristallisation. On remarque aussi la présence des carbures de niobium et de titane confirmée par microanalyse X.



(a)



(b)



(c)

**Figure IV - 2** : Observation par MEB des échantillons à l'état de réception (a) en peau (A1), (b) à mi rayon (A3) et (c) à cœur(A4).

Pour réaliser la quantification des précipités de la phase  $\delta$  présents dans les différents échantillons observés, nous avons effectué des analyses des images obtenues au MEB avec les logiciels Aphélon ou ImageJ. Le tableau IV-1 présente les valeurs ainsi obtenues sur chaque image ainsi que la valeur moyenne.

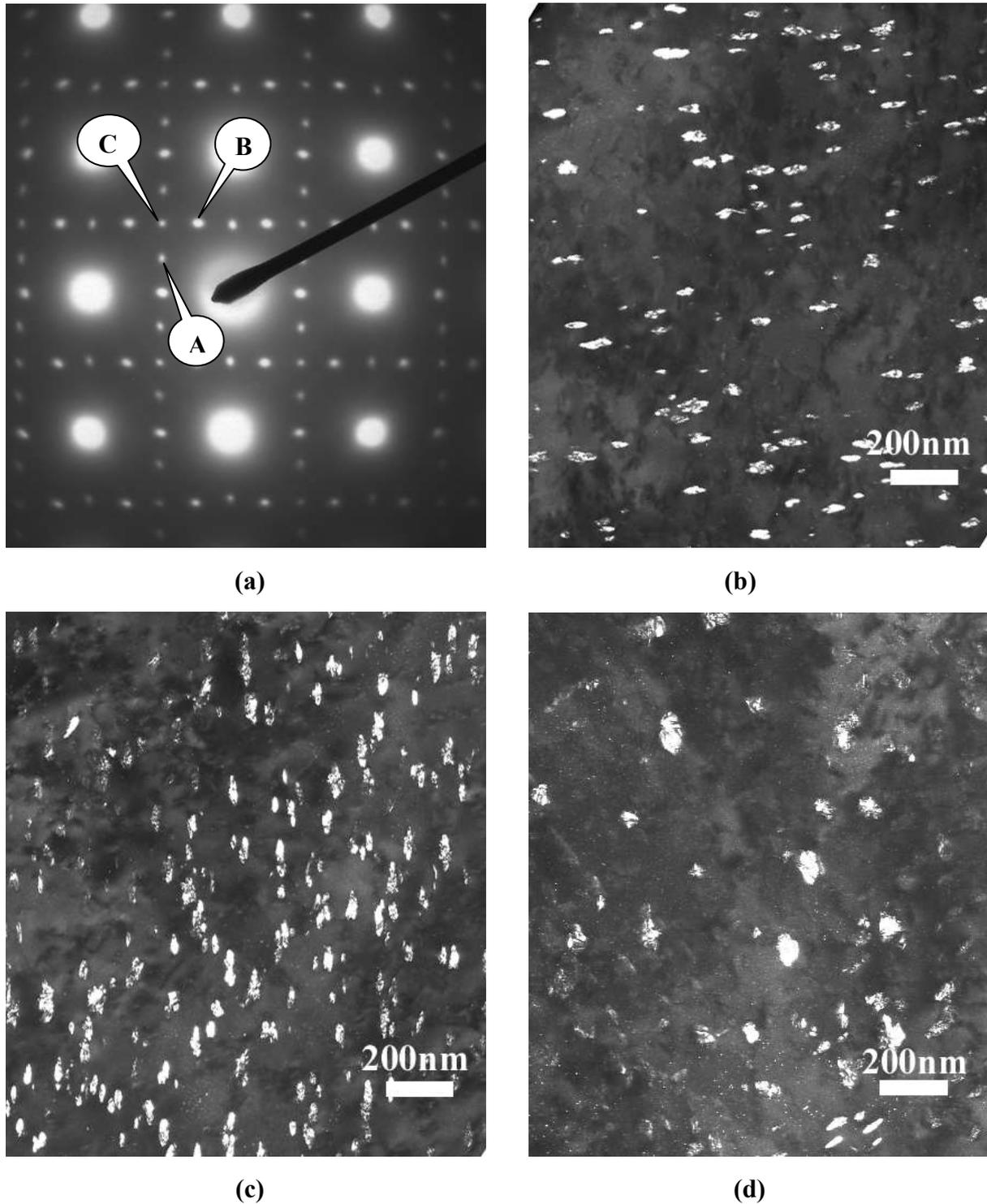
Numéro de la photo traitée	en peau (%)	à mi rayon (%)	à cœur (%)
1	1,57	2,51	0,25
2	2,91	3,49	0,17
3	2,20	1,09	0,23
4	1,52	1,22	0,21
5	2,60	0,89	0,25
6	1,25	0,84	0,70
7	3,18	0,42	0,73
8	2,16	0,74	0,25
9	2,95	1,17	0,27
Fraction moyenne de la phase $\delta$ (%)	<b>2,26</b>	<b>1,37</b>	<b>0,34</b>
Ecart type	0,70	0,98	0,21

**Tableau IV - 1** : Analyse quantitative des images réalisées au MEB

D'après les résultats obtenus et montrés sur le tableau IV-1, nous remarquons que la fraction des précipités de la phase  $\delta$  est plus importante en peau (2,26%) qu'à mi rayon (1,37%) ou à cœur (0,34%) du demi-rondin. Cette différence de distribution ou de répartition des précipités de la phase  $\delta$  au sein du demi-rondin est liée aux différences de microstructure observées à l'état de réception (figure IV-1).

#### IV.1.3. Morphologie des précipités $\gamma'$ et $\gamma''$

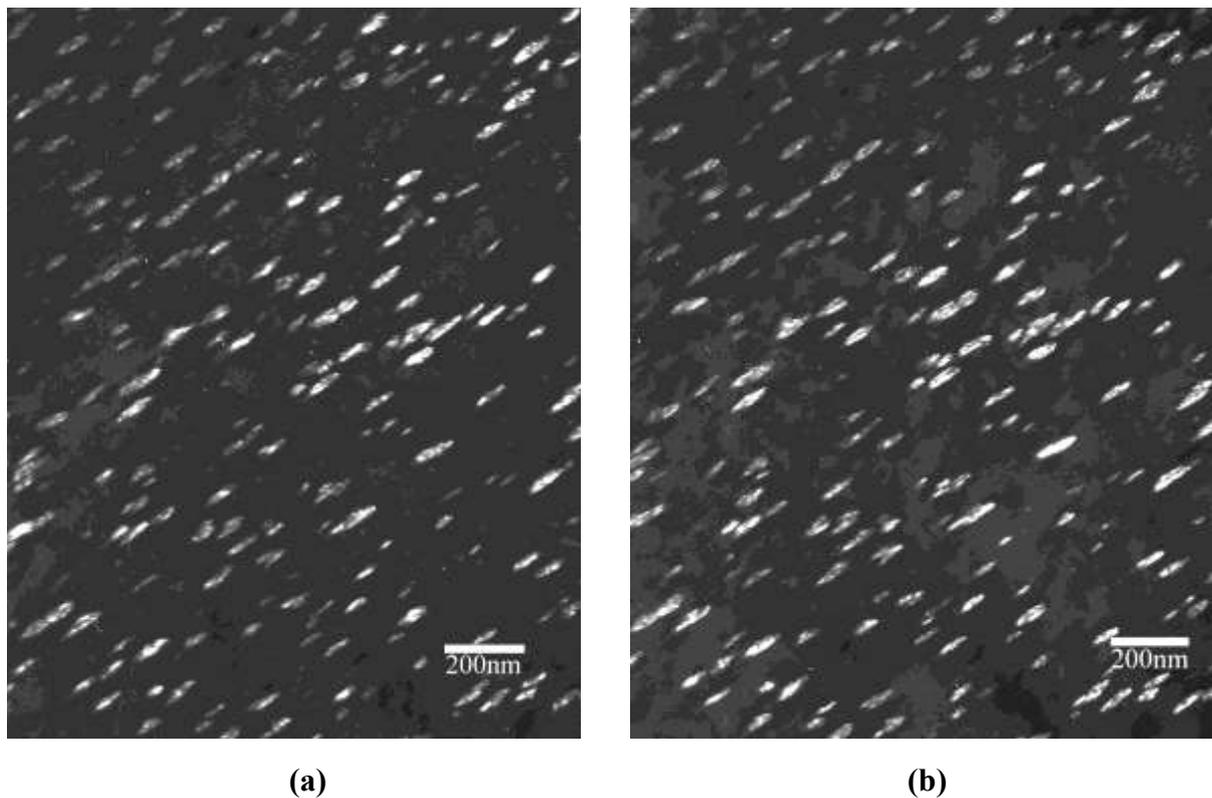
Les micrographies des précipités de  $\gamma'$  et de  $\gamma''$  ont été réalisées en champ sombre au microscope électronique en transmission (JEOL-2010). Les échantillons utilisés ont été prélevés sur la partie repérée A.7 (près de la peau, voir repérage). Pour cela, nous avons choisi l'axe de zone de type  $\langle 100 \rangle_{\gamma}$  afin d'observer  $\gamma'$  et les trois variants de  $\gamma''$  simultanément. Le cliché de diffraction expérimental obtenu et montré sur la figure IV-3 (a) présente des taches intenses associées à la matrice ( $\gamma$  ; nickel C.F.C ; taches fondamentales) et des taches moins intenses correspondant aux phases  $\gamma''$  (figure IV-3 (a) ; taches A, B et C ; taches de surstructure) et  $\gamma'$  (figure IV-3 (a) ; taches C ; taches de surstructure).



**Figure IV - 3 :** (a) : Cliché de diffraction selon  $[100]_{\gamma}$ . Micrographies des précipités en champ sombre réalisées en sélectionnant les taches A, B et C pour visualiser respectivement les différents variants de  $\gamma''$  (b), (c), (d) et ( $\gamma'$  ou  $\gamma''$ ) (d). Echantillon à l'état de réception (A7).

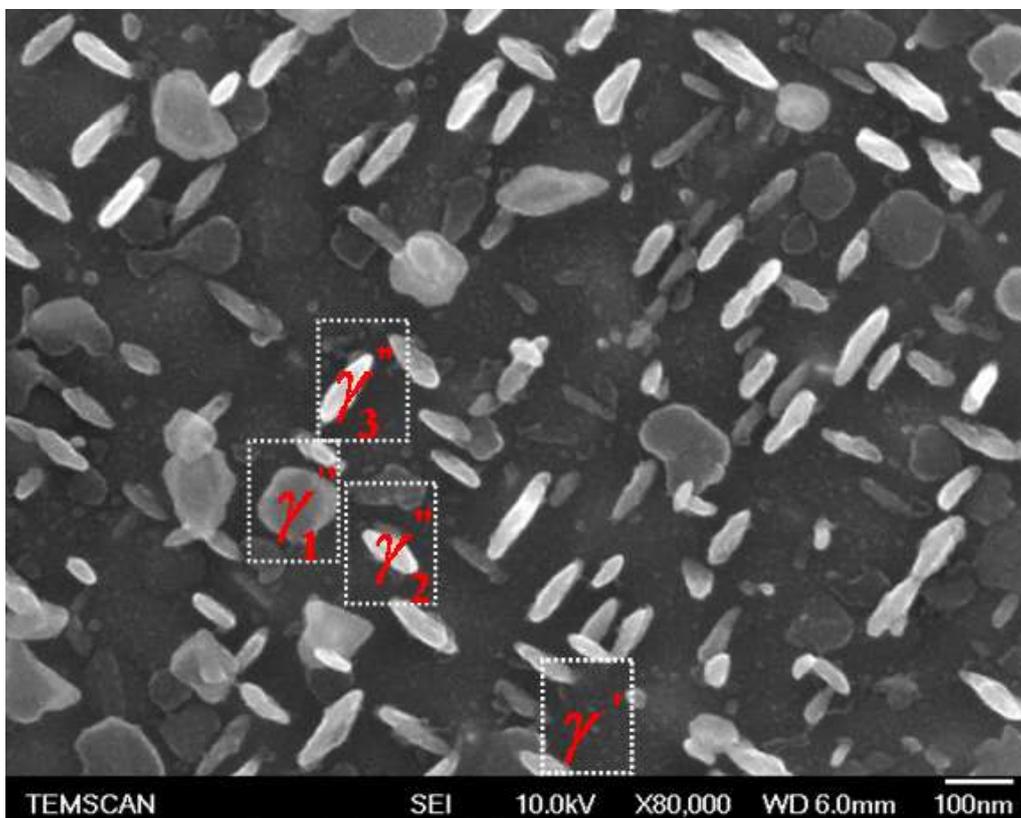
Les images en champ sombre visibles sur la figure IV-3 (b, c et d) nous montrent que les précipités de  $\gamma''$  sont très fins et répartis à l'intérieur des grains de manière homogène et allongés sous forme elliptique (images (b) et (c)) de longueur moyenne d'environ quelques dizaines de nanomètres et sous forme de disques (image (d)). Sur la figure IV-3 (d), nous

constatons que les précipités apparaissant en clair présentent tous des morphologies et des tailles similaires. Il semble donc qu'au travers de ces observations nous révélons bien la présence des trois variants de la phase  $\gamma''$  mais pas la phase  $\gamma'$ . Pour nous assurer de ce point, nous avons appliqué la procédure proposée par Paulonis et ses collaborateurs [Pau69] afin de visualiser les précipités  $\gamma'$ . Comme nous l'avons rappelé au paragraphe II-3, cette procédure consiste à observer une même plage en champ sombre le long d'un axe de zone [001] en utilisant successivement les taches 100 (montrant  $\gamma''$  et  $\gamma'$ ) et  $\frac{1}{2}10$  (montrant  $\gamma''$  seulement). Comme on peut le voir sur la figure IV-4, les deux images correspondantes sont strictement identiques et ne permettent pas de visualiser la phase  $\gamma'$ . Cela peut donc nous amener à déduire qu'ils sont très difficiles à observer au MET comme l'avaient déjà remarqué Touratier et ses collaborateurs [Tou08]. Des études montrant l'origine de la difficulté d'observation des précipités  $\gamma'$  en champ sombre seront présentées au chapitre VII.



**Figure IV - 4** : Micrographies des précipités obtenues en champ sombre en sélectionnant les taches de diffraction 100 (a) et 1/210 (b). Echantillon à l'état de réception (A3).

Des observations au MEB-FEG ont également été effectuées sur un échantillon prélevé à mi rayon du matériau et ayant subi un essai d'analyse thermique différentielle correspondant à un chauffage avec une vitesse de 30 K/min jusqu'à 980°C, suivi d'un maintien pendant 10 minutes à cette température et finalement un refroidissement avec une vitesse de 10 K/min jusqu'à la température ambiante. Les observations ont été réalisées sur cet échantillon après polissage mécanique et attaque électrochimique permettant de révéler la phase  $\delta$ . Elles ont permis d'observer dans un grain  $\gamma$  qui est orienté le long de la direction [100], les trois variants des précipités de  $\gamma''$  mais aussi les précipités de  $\gamma'$  (figure IV-5). Les précipités  $\gamma'$  apparaissent sur cette image sous forme sphérique avec des tailles très petites par rapport à  $\gamma''$  (variant  $\gamma''_1$  dans l'image de la figure IV-5).



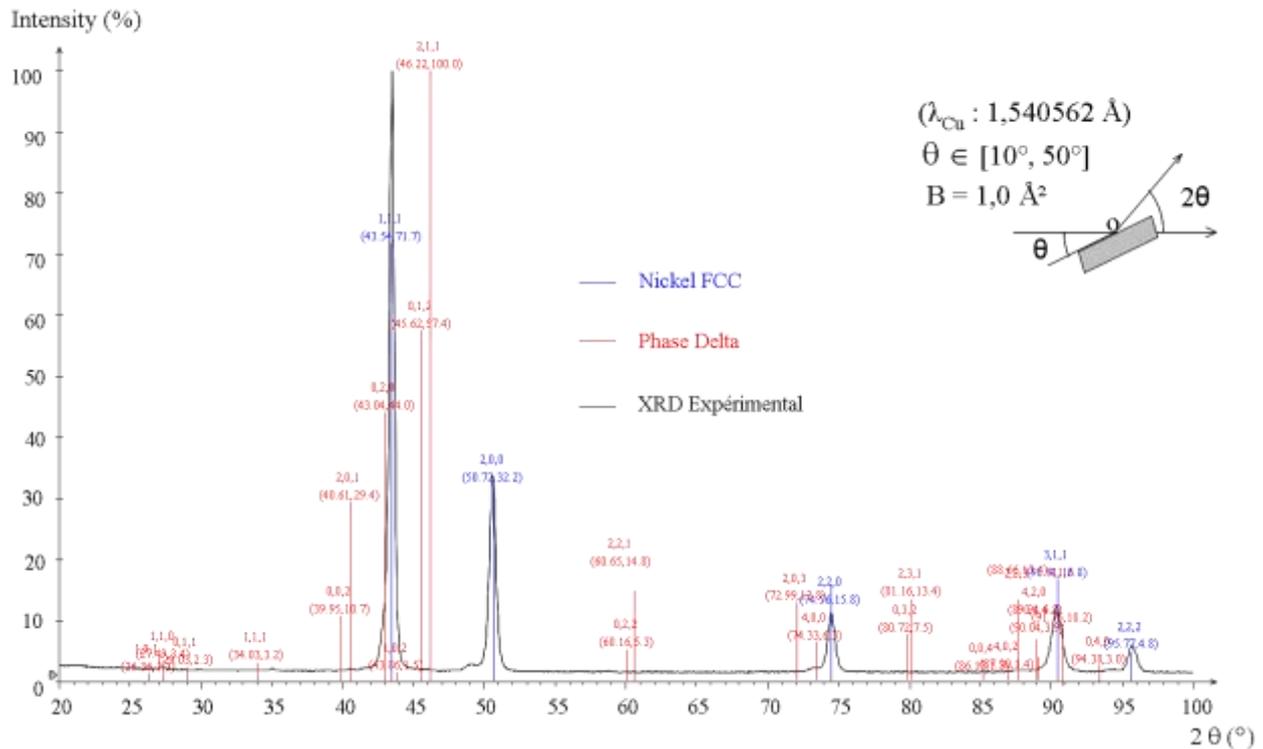
**Figure IV - 5 :** Images des précipités de  $\gamma'$  et  $\gamma''$  obtenues au MEB-FEG sur un échantillon à l'état de réception (à mi-rayon ; A3) ayant subi un essai d'ATD (980°C/10 min).

## IV.2. Analyses par diffraction des rayons X

### IV.2.1. La phase $\gamma$

Sur la figure IV-6 est représenté le diagramme de diffraction des rayons X expérimental obtenu sur un échantillon massif d'alliage 718 à l'état de réception prélevé à mi-rayon du matériau (échantillon A3). Les positions des pics de diffraction caractéristiques de la phase  $\gamma$

sont superposées au diagramme expérimental, en ajustant le paramètre de maille (paramètre de départ :  $a_{Ni} = 0,35236$  nm pour le Ni pur [Vil97]). On obtient ainsi le paramètre de la phase  $\gamma$ ,  $a_\gamma = 0,35970$  nm. Cette valeur est très proche de 0,3601 nm trouvée par Dehmas et ses collaborateurs [Deh05], voir aussi Annexe B. En revanche, elle est légèrement plus faible que celle obtenue par Sundararaman et Mukhopadhyay [Sun88] dans l'alliage 718 qui est de 0,3616 nm.



**Figure IV - 6 :** Diagramme de diffraction des rayons X réalisé sur un échantillon d'alliage 718 prélevé à mi-rayon du matériau (échantillon A.3).

On constate ainsi une variation du paramètre de maille  $\Delta a = a_\gamma - a_{Ni} = 73,4$  pm.

Nous remarquons que ceci correspond à une expansion de la maille de  $\gamma$  par rapport à celle du

nickel pur et la variation relative est de  $\frac{\Delta a}{a_{Ni}} = 2,08$  %. Cette expansion de la maille est due aux

nombreux éléments en solution dans la matrice  $\gamma$  de l'alliage.

#### IV.2.2. La phase $\delta$

Le matériau à l'état de réception présente une faible quantité de phase  $\delta$  répartie de façon hétérogène. Sur le diffractogramme, obtenu sur l'échantillon massif à l'état de réception (figure IV-6), on ne voit pas apparaître directement les pics de la phase  $\delta$  qui ont une intensité beaucoup

trop faible. Nous avons donc étudié un échantillon massif ayant subi un traitement thermique permettant de faire précipiter la phase  $\delta$  en quantité beaucoup plus importante et répartie de façon homogène au sein du matériau. Le traitement est effectué à une température de 900°C pendant dix heures dans un four sous air suivi d'une trempe à l'eau. La figure IV-7 représente le digramme de diffraction des rayons X obtenu.

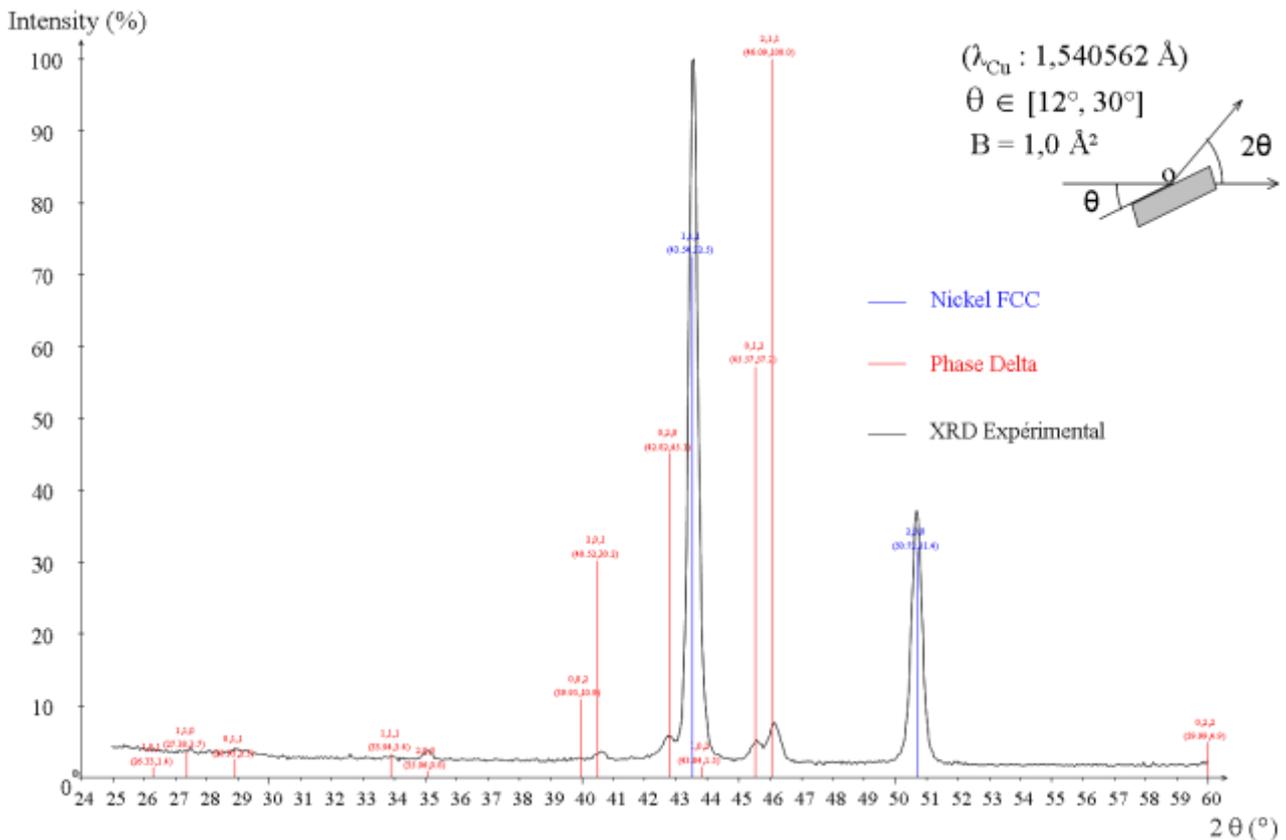


Figure IV - 7 : Diagramme de diffraction des rayons X obtenu sur un échantillon T.T. 900°C/10H.

Sur le diffractogramme expérimental ainsi obtenu on voit apparaître les pics de  $\gamma$  qui sont très intenses et les pics de  $\delta$  qui sont d'une intensité très faible. Pour faire apparaître les pics de la phase  $\delta$  beaucoup plus intenses, nous avons réalisé une extraction des précipités selon la procédure décrite par Li et ses collaborateurs [Li02] et rappelée au chapitre II. La figure IV-8 représente le diagramme de diffraction des rayons X réalisé sur la poudre après extraction. Les positions des pics de diffraction de  $\delta$  sont superposées au digramme expérimental après un ajustement des paramètres de maille de  $\delta$ . Le tableau IV-2 présente les valeurs expérimentales des paramètres de maille de la phase  $\delta$  obtenues après adaptation et les valeurs de référence [Vil97].

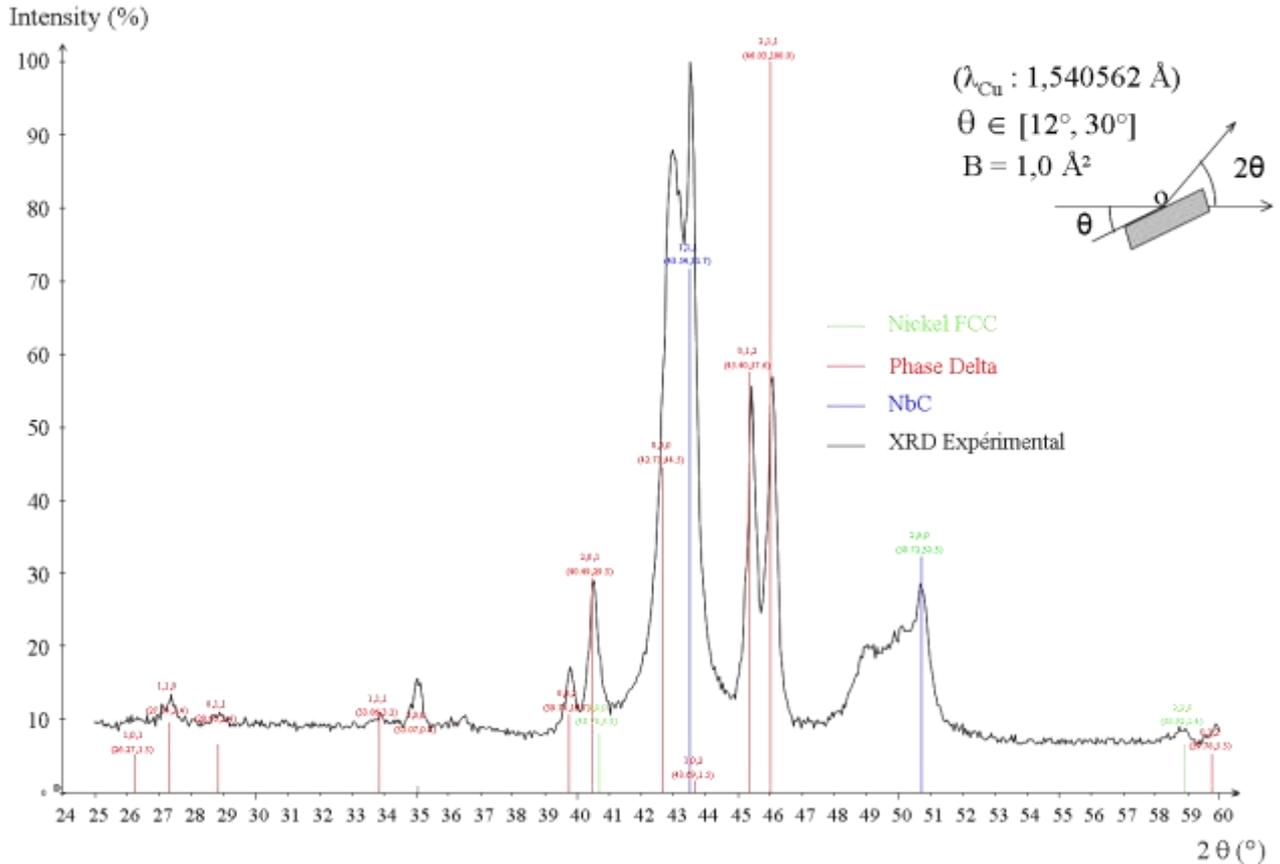


Figure IV - 8 : Diagramme de diffraction des rayons X obtenu après extraction de précipités.

Phase $\delta$ (Orthorhombique)	a (nm)	b (nm)	c (nm)
Pearson (Hand book)	0,5114	0,4244	0,4538
RX (T.T.900°C/10H)	0,5114	0,4220	0,4510
RX (Après extraction)	0,5113	0,4214	0,4528

Tableau IV-2 : Valeurs des paramètres de maille de  $\delta$  obtenues après adaptation.

Les résultats présentés sur le tableau IV-2 nous montrent les écarts qui existent entre les paramètres expérimentaux et les paramètres à l'équilibre de la phase  $\delta$  [Vil97]. Par ailleurs nous n'avons pas remarqué des différences sensibles entre les valeurs trouvées sur l'échantillon massif et sur la poudre. Cela signifie donc qu'ils sont semi-cohérents. Ces valeurs sont très voisines de celles trouvées dans la littérature [Deh05, Sun88, Fan92] et présentées au paragraphe II.2.1. La relation d'épitaxie existant entre la phase  $\delta$  et la matrice  $\gamma$  est la suivante.

$$\begin{cases} (111)_\gamma // (010)_\delta \\ [\bar{1}10]_\gamma // [100]_\delta \end{cases}$$

Les interfaces entre la matrice  $\gamma$  et les précipités  $\delta$  peuvent ainsi être cohérentes (épitaxie parfaite), semi cohérentes (distorsion ou déformation élastique) ou incohérentes. Nous allons calculer les paramètres dits "idéaux" de la phase  $\delta$  qui vérifient l'épitaxie parfaite avec la matrice  $\gamma$ . Ces paramètres seront calculés à partir des relations d'épitaxie entre  $\gamma$  et  $\delta$ , et du paramètre de maille expérimental de  $\gamma$ . La valeur de la déformation ou de l'écart à la cohérence sera calculée pour chaque paramètre de maille de  $\delta$ .

La relation d'épitaxie entre les plans,  $(111)_\gamma // (010)_\delta$ , permet de calculer le paramètre de maille idéal  $b_{\delta_i}$  par la relation  $d_{111_\gamma} = \frac{a_\gamma}{\sqrt{3}} = d_{020_\delta} = \frac{b_{\delta_i}}{2}$ . Le paramètre  $b$  de la maille de la phase  $\delta$  idéal est donc,  $b_{\delta_i} = 0,4153$  nm. La valeur de la déformation ou de l'écart à la cohérence  $\varepsilon$  selon  $b$  de la maille de la phase  $\delta$  est

$$\varepsilon_\delta^b = \frac{\Delta b_\delta}{b_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{b_{\delta_i} - b_\delta^{\text{exp.}}}{b_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{4,153 - 4,214}{4,214} = -1,45 \%. \text{ Cette valeur nous montre qu'il faut mettre}$$

la maille de  $\delta$  en compression selon  $b$  pour établir l'épitaxie avec  $\gamma$ .

La relation d'épitaxie entre les directions  $[\bar{1}10]_\gamma // [100]_\delta$  nous permet de déduire la valeur du paramètre de maille idéal de la phase  $\delta$  :  $a_{\delta_i} = a_\gamma \times \sqrt{2} = 0,5087$  nm. La valeur de la déformation de la maille de  $\delta$  selon la direction  $a$  s'exprime par

$$\varepsilon_\delta^a = \frac{\Delta a}{a_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{a_{\delta_i} - a_\delta^{\text{exp.}}}{a_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{0,5086 - 0,5113}{0,5113} = -0,53\%. \text{ Cette valeur nous montre qu'il faut}$$

mettre la maille de  $\delta$  en compression selon  $a$  pour établir l'épitaxie parfaite avec  $\gamma$ .

La relation d'épitaxie implique la correspondance entre les directions  $[202]_\gamma$  et  $[102]_\delta$  qui nous permet de déduire la valeur du paramètre de maille idéal  $c_{\delta_i}$  à partir de l'équation

$$8a_\gamma^2 = a_{\delta_i}^2 + 4c_{\delta_i}^2 \Rightarrow c_{\delta_i} = \frac{1}{2} \sqrt{8a_\gamma^2 - a_{\delta_i}^2} \text{ d'où } c_{\delta_i} = 0,4406 \text{ nm. La valeur de la déformation}$$

$$\text{selon cette direction se déduit ainsi } \varepsilon_\delta^c = \frac{\Delta c_\delta}{c_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{c_{\delta_i} - c_\delta^{\text{exp.}}}{c_\delta^{\text{exp.}}} = \frac{0,4406 - 0,4528}{0,4528} = -2,69\% .$$

Cette valeur nous montre qu'il faut mettre la maille de  $\delta$  en compression selon  $c$  pour établir l'épitaxie avec  $\gamma$ .

## Sommaire

---

<b>Chapitre V - Etude de l'évolution isotherme et anisotherme de la précipitation des phases</b> .....	<b>66</b>
V.1. Traitements thermiques anisothermes : Analyse Thermique Différentielle .....	<b>66</b>
V.1.1 Détermination de la température de solvus de $\delta$ .....	66
V.1.1.1 Echantillons utilisés .....	66
V.1.1.2 Technique utilisée .....	67
V.1.2 Effet de la vitesse de chauffage sur le matériau de base .....	70
V.1.3 Effet du temps de maintien sur la précipitation des phases.....	71
V.1.4 Effet de la température haute de chauffage sur la précipitation des phases .....	72
V.1.4.1 Caractérisation de la phase $\delta$ .....	75
V.1.4.2 Précipitation de la phase $\gamma''$ .....	79
V.2. Traitements thermiques isothermes et caractérisations .....	<b>88</b>
V.2.1 Etat de réception.....	88
V.2.2 Mise en solution 1020°C/30 min.....	89
V.2.3 Mise en solution 1100°C/1h.....	89
V.3. Conclusions.....	<b>92</b>

---

## Chapitre V - Etude de l'évolution isotherme et anisotherme de la précipitation des phases

Après avoir caractérisé la précipitation au sein de l'alliage dans son état de réception, nous avons décidé d'étudier l'évolution microstructurale du matériau lors de traitements thermiques isothermes et anisothermes. Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord les essais d'Analyse Thermique Différentielle (ATD) que nous avons réalisés pour étudier la précipitation anisotherme des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) et en transmission (MET) seront effectuées sur les échantillons obtenus afin d'identifier correctement les pics qui apparaissent lors du refroidissement. Nous présenterons ensuite les différents traitements thermiques isothermes que nous avons effectués dans un four sous air à partir d'échantillons dans l'état de réception ou après remise en solution. Des observations par MEB et par MET seront effectuées sur ces différents échantillons afin d'évaluer l'état de précipitation des phases.

### V.1. Traitements thermiques anisothermes : Analyse Thermique Différentielle

Des essais d'analyse thermique différentielle (ATD) ont été effectués sur l'alliage. Cette technique d'analyse permet de connaître des informations importantes comme les températures de transition des phases dans l'alliage 718. Elle permet de déterminer les solidus, les liquidus et les domaines des températures de précipitation et de dissolution des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  lors du chauffage ou lors du refroidissement [Mau79, Fip79, Spo96]. Elle permet également de déterminer les températures de solvus de ces phases [Sla97b, Yan97]. Nous avons étudié l'effet de la vitesse de chauffage et de la température haute sur la précipitation des phases.

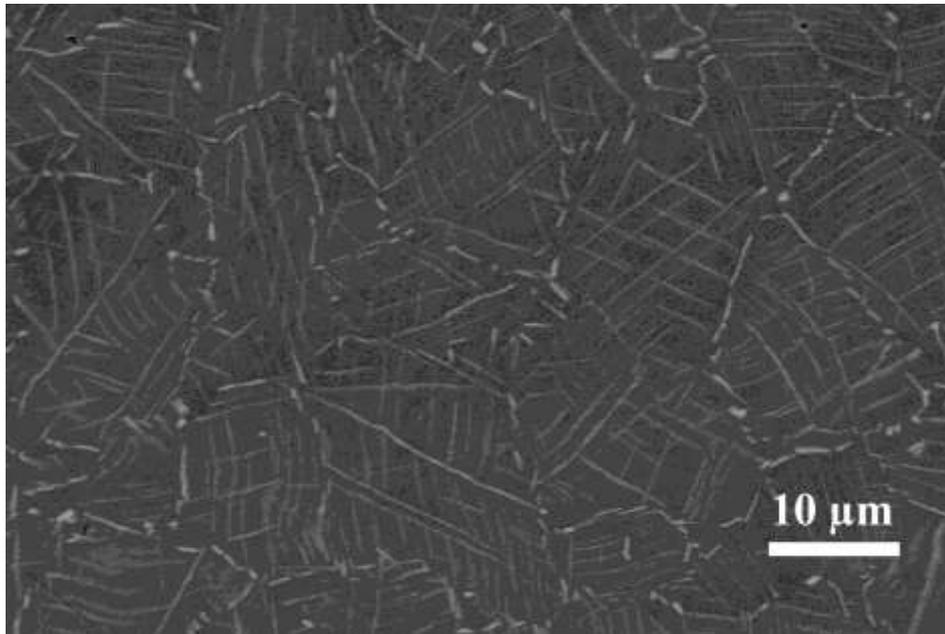
#### V.1.1. Détermination de la température de solvus de $\delta$

Les premières séries d'ATD ont été effectuées afin de déterminer d'abord la température de solvus de la phase  $\delta$ .

##### *V.1.1. 1. Echantillons utilisés*

Comme pour l'étude des DRX de la phase  $\delta$  présentée ci-dessus, nous avons réalisé un traitement thermique permettant d'obtenir une précipitation importante et homogène de la phase  $\delta$ . Le traitement thermique, réalisé sous air, consiste en un chauffage à 25°C par minute

jusqu'à 900°C, suivi d'un maintien pendant 10 heures à cette température et enfin une trempe à l'eau. Cela produit une morphologie aciculaire de la phase  $\delta$  présentée sur la figure V-1. Notons que la température de 900°C correspond à une température de préchauffage des pièces forgées pour faire apparaître de la phase  $\delta$  en quantité importante.



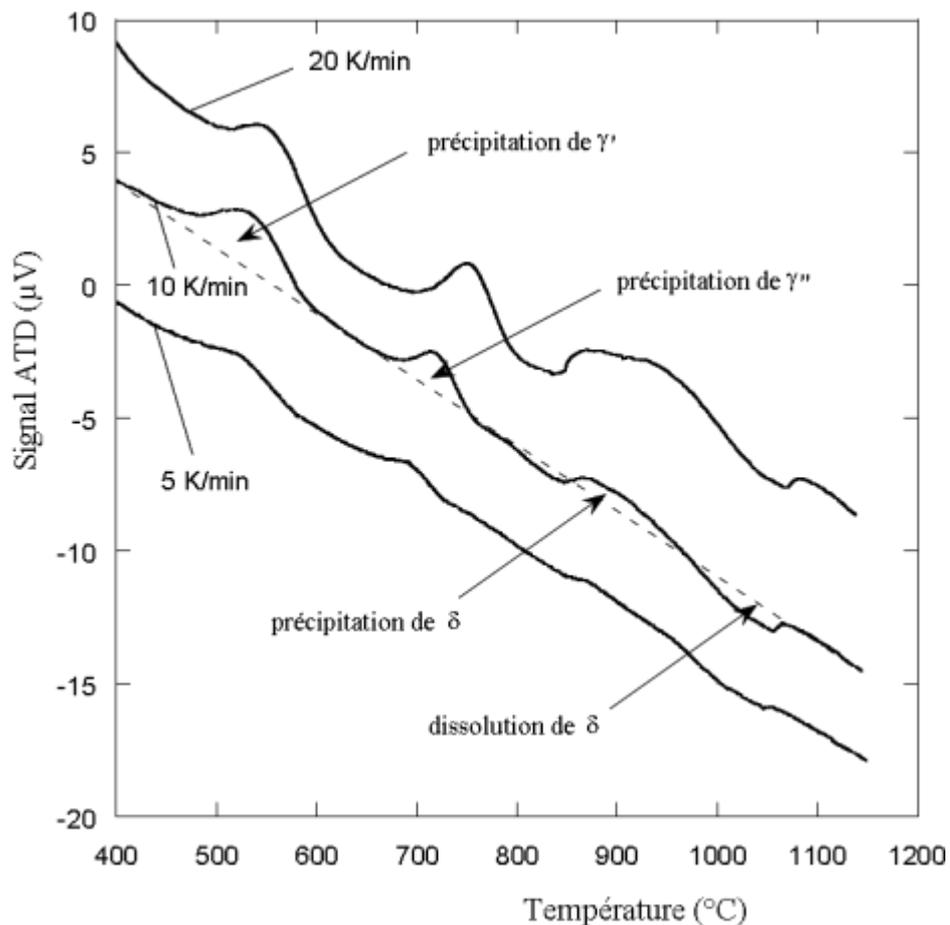
**Figure V - 1** : Observation par MEB de l'échantillon à l'état de réception (repéré A3) qui a subi un traitement thermique isotherme à 900°C pendant 10 heures suivi d'une trempe à l'eau.

Nous notons sur cette figure une précipitation importante et homogène de la phase  $\delta$  intergranulaire et intragranulaire. La fraction volumique totale de la phase  $\delta$  que nous avons mesurée sur cet échantillon par analyse d'images est de 7,8%. Cette valeur est légèrement plus basse que la valeur à l'équilibre de la phase  $\delta$  prévue pour ce traitement thermique qui est évaluée à 8 % environ [Des94]. Notons que la valeur maximum de la fraction volumique de la phase  $\delta$  à l'équilibre à la température ambiante est évaluée à 13 % [Des94].

### *V.1.1. 2. Technique utilisée*

Nous présentons sur la figure V-2 le signal que nous avons obtenu au cours du chauffage jusqu'à 1150°C avec trois vitesses de chauffage différentes (5, 10 et 20 K/min) sur trois échantillons distincts. A cette température haute, l'alliage doit normalement être monophasé mis à part la présence possible de quelques carbures. La ligne tracée en pointillé représente la "ligne de base". Si nous considérons la courbe enregistrée avec une vitesse de chauffage de 10 K/min; nous observons trois pics exothermiques situés successivement dans la gamme de

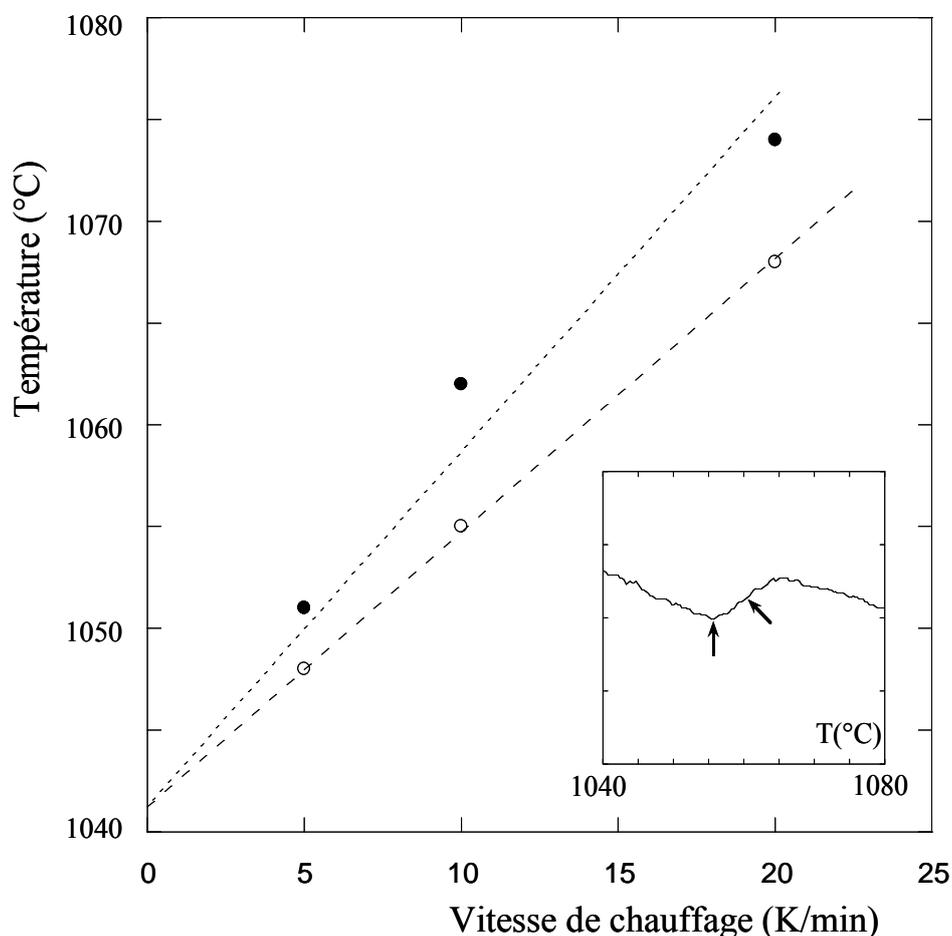
températures comprises entre 450 et 600°C pour le premier, 680 et 800°C pour le second et entre 860 et 970°C pour le troisième, suivis d'un pic endothermique entre 970 et 1060°C. En référence aux travaux de Slama et Cizeron [Sla97b], ces pics correspondent respectivement à la précipitation de  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  dans la matrice sursaturée, suivis de la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$  et finalement de la dissolution de  $\delta$ . L'analyse faite sur les courbes obtenues avec les trois vitesses de chauffage différentes montre que les pics observés sont identiques sur les trois courbes. Cependant, les températures de transformation augmentent avec la vitesse de chauffage, de même que les aires sous les pics du signal d'ATD.



**Figure V- 2** : Présentation des courbes d'ATD enregistrées lors du chauffage jusqu'à 1150°C (échantillon T.T. 900°C pendant 10 heures, suivi d'une trempe à l'eau) avec des vitesses de chauffage de 5, 10 et 20 K/min.

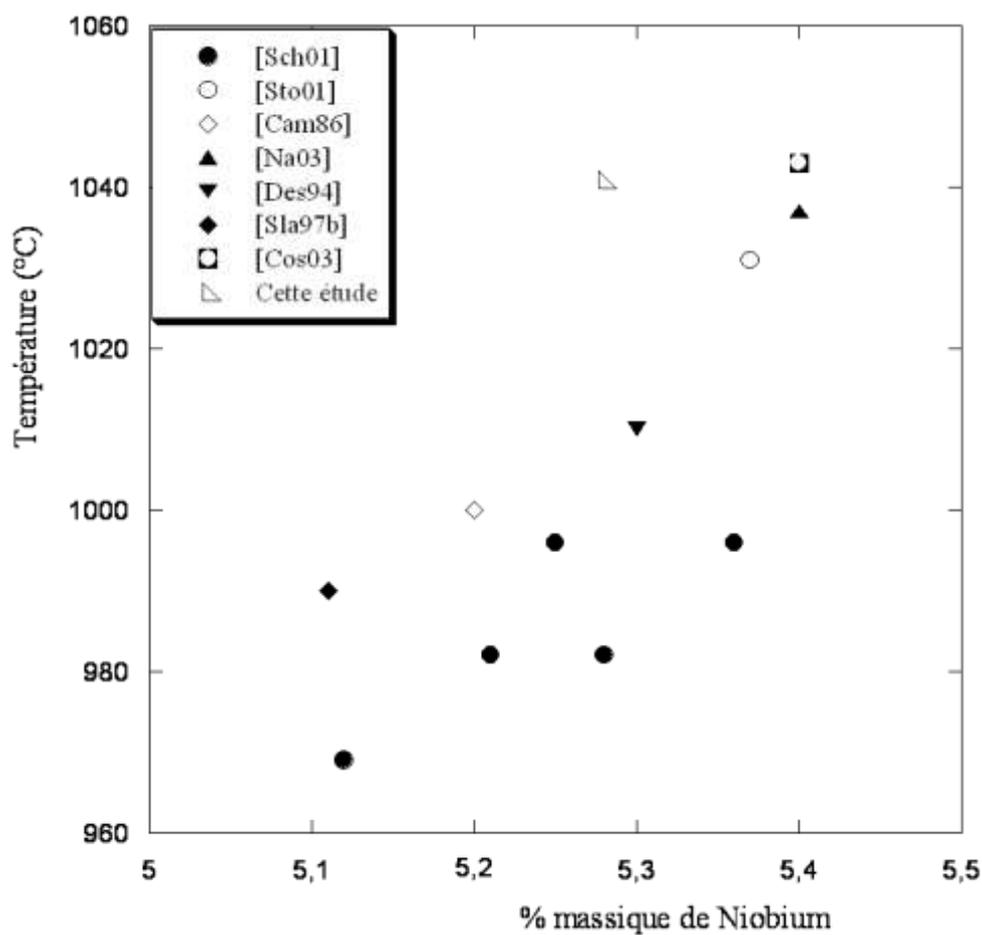
Nous avons noté au cours du chauffage un point d'inflexion qui correspond à la fin de la dissolution de la phase  $\delta$ . Deux valeurs de températures ont été mesurées sur les courbes des essais d'ATD afin de déterminer la valeur expérimentale de la température de solvus de la phase  $\delta$  : la température du minimum du pic lié à la dissolution de la phase  $\delta$  et celle obtenue au point d'inflexion au moment où le signal rejoint la ligne de base. Ces températures sont

présentées sur la figure V-3 en fonction de la vitesse de chauffage. Les deux températures dépendent de la vitesse de chauffage comme on peut le noter sur la figure V-3.



**Figure V- 3** : Détermination de la température de solvus de la phase  $\delta$  par extrapolation à vitesse nulle des températures caractéristiques du pic de dissolution de  $\delta$  au cours du chauffage.

La figure V-3 montre que la température de solvus de la phase  $\delta$  varie linéairement avec la vitesse de chauffage. On peut donc extrapoler la valeur de la température de transformation à l'équilibre (vitesse nulle). On trouve que la température de solvus de la phase  $\delta$  expérimentale est de 1041°C. Cette valeur a été reportée sur la figure V-4 où elle est comparée avec les données de la littérature [Sch01, Sto01, Cam86, Na03, Des94, Sla97b, Cos03]. Cette figure montre l'évolution de la valeur de la température de solvus de la phase  $\delta$  en fonction de la composition nominale en niobium de l'alliage utilisé.

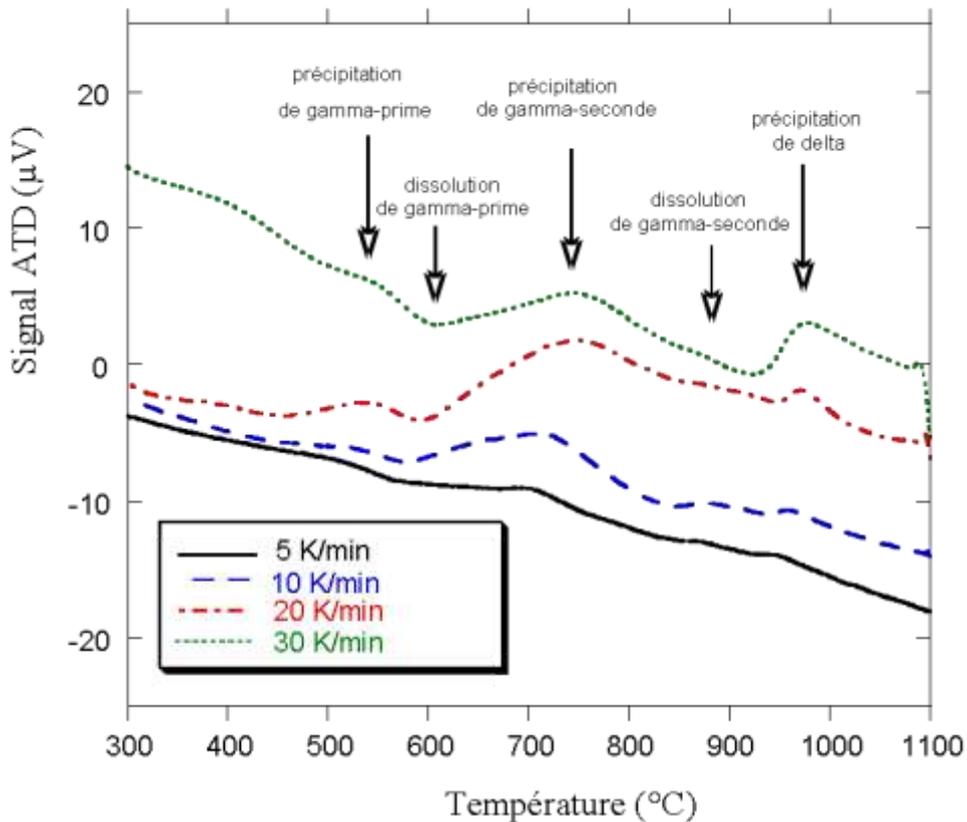


**Figure V- 4** : Température de solvus de la phase  $\delta$  en fonction de la composition nominale en niobium de l'alliage étudié [Sch01, Sto01, Cam86, Na03, Des94, Sla97b, Cos03].

Sur cette figure, nous notons que la valeur de la température de solvus de la phase  $\delta$  que nous avons trouvée est élevée par rapport aux valeurs de la littérature pour des alliages de fractions massiques en niobium voisines de celle de notre alliage d'étude. Cet écart pourrait être lié au fait que la technique que nous avons utilisée pour évaluer la valeur de la température de solvus de la phase  $\delta$  est différente des autres techniques utilisées par les autres auteurs.

#### V.1.2. Effet de la vitesse de chauffage sur le matériau de base

Grâce aux essais d'ATD, nous avons étudié l'influence de la vitesse de chauffage sur la précipitation des phases lors des traitements thermiques. Cette influence peut ainsi être révélée par des variations de l'aire des pics des courbes de précipitation ou de dissolution enregistrées lors du chauffage ou lors du refroidissement ou par la microstructure des précipités formés. Nous avons effectué des essais d'ATD sur des échantillons prélevés près de la peau du matériau (A1) et chauffés jusqu'à 1100°C avec des vitesses de chauffage différentes. La figure V-5 présente les différentes courbes de chauffage enregistrées.

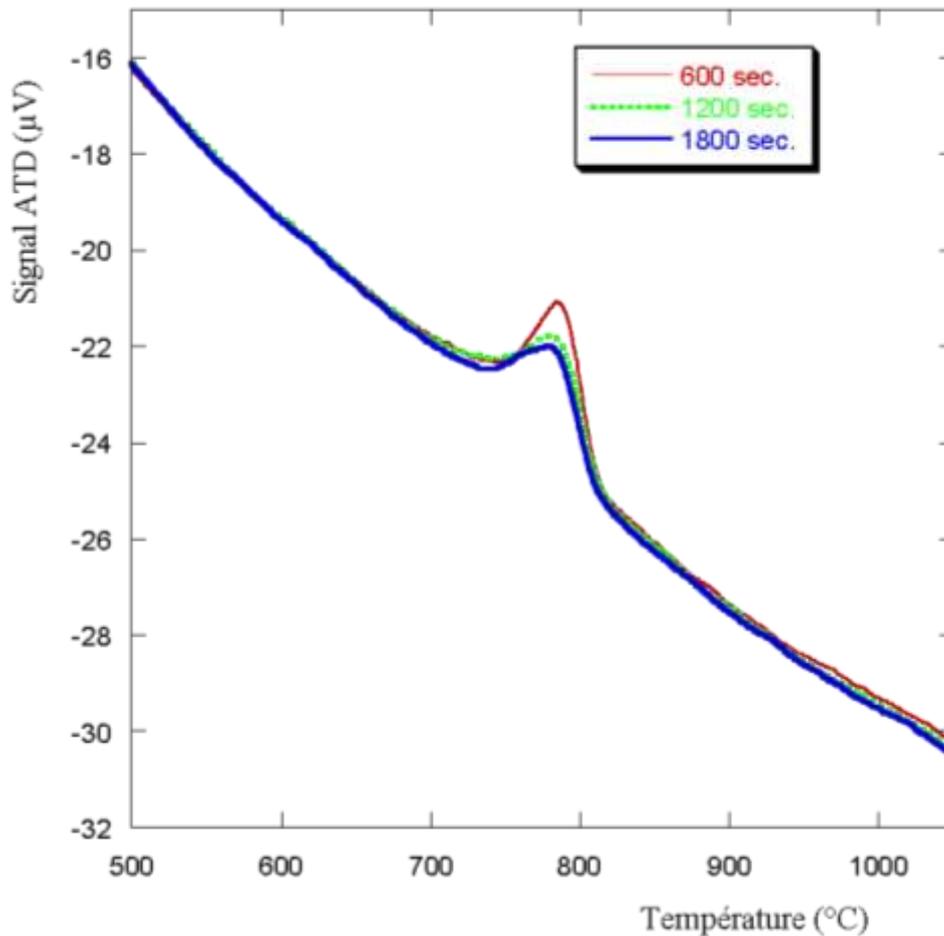


**Figure V- 5** : Présentation des courbes de chauffage jusqu'à 1100°C enregistrées avec des vitesses de chauffage différentes (5, 10, 20 et 30 K/min) (Etat de réception A1).

La figure V-5 nous montre que les pics sont de plus en plus marqués avec l'augmentation de la vitesse de chauffage. Cependant, leur identification (début/fin) n'est pas évidente et la proposition apparaissant sur le graphe fait appel à l'analyse de Slama et Cizeron [Sla97b]. Un léger pic exothermique de précipitation de  $\gamma'$  vers 510°C (pour un chauffage à 5 K/min) est suivi d'un accident endothermique de dissolution de  $\gamma'$ ; précipitation et dissolution de  $\gamma''$  suivent de même, et le dernier accident doit correspondre à la précipitation de  $\delta$  (et sûrement dans la foulée sa dissolution). Nous notons que les aires sous les pics au chauffage sont proportionnelles à la vitesse de chauffage.

### V.1.3. Effet du temps de maintien sur la précipitation des phases

Nous avons étudié l'effet du temps de maintien à la température haute sur la précipitation des phases lors du refroidissement. Des échantillons à l'état de réception prélevés à mi-rayon du demi-rondin (A3) ont été chauffés jusqu'à 1100°C et maintenus durant 600, 1200 et 1800 secondes respectivement. Les courbes enregistrées (figure V-6) sont très semblables avec un pic commençant vers 800°C qui doit correspondre à la précipitation de  $\gamma''$ .



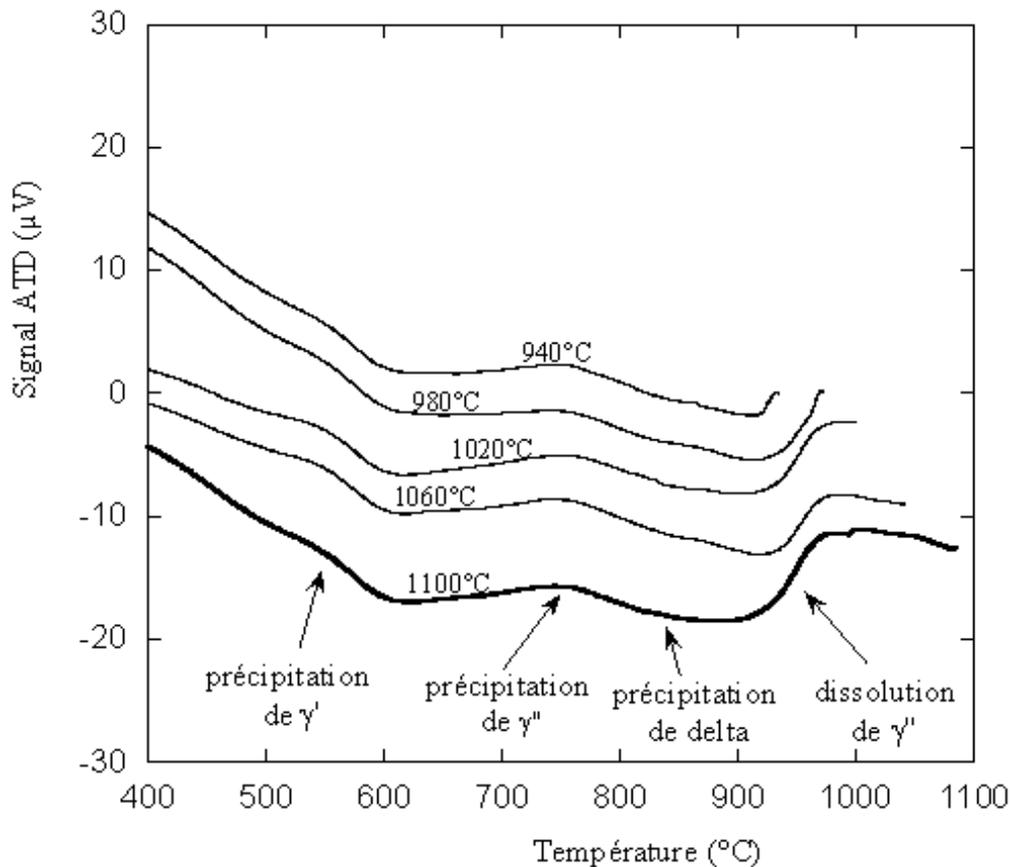
**Figure V- 6** : Partie refroidissement des courbes enregistrées pour des temps de maintien différents à 1100°C (mi-rayon A3).

La comparaison des aires des pics des courbes de la figure V-6 nous montre que le temps de maintien n'a pas une grande influence sur la précipitation de la phase  $\gamma''$ . Même sans temps de maintien, le chauffage et le refroidissement suffisent à assurer la précipitation totale de la phase  $\gamma''$ , et ce même pour des vitesses de chauffage et de refroidissement augmentées à la limite des possibilités de l'appareil.

#### V.1.4. Effet de la température haute de chauffage sur la précipitation des phases

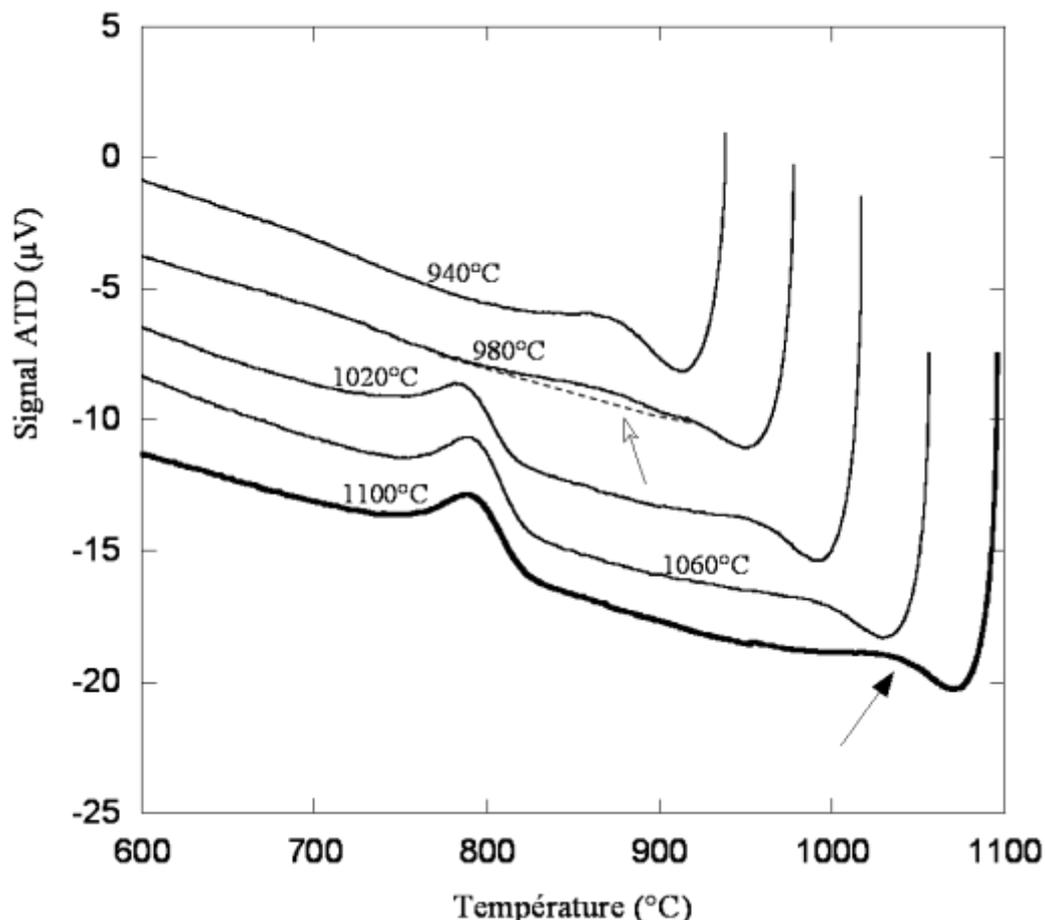
Nous avons également cherché, par des essais d'ATD, si la température haute de chauffage influe sur la précipitation des phases. Pour cela, une série d'essais consistant en un chauffage à 30 K/min jusqu'à une température allant de 940 à 1100°C, maintien durant une seconde, puis refroidissement à 10 K/min, a été réalisée sur des échantillons distincts de l'alliage dans son état de réception à mi-rayon (A3). L'essai avec comme température haute 1100°C a été répété plusieurs fois, donnant des courbes semblables dont l'une est montrée en trait épais sur la

figure V-7. Sur cette courbe, la précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  est clairement marquée, le pic d'apparition de la première étant situé vers 550°C, celui de la seconde vers 750°C. Une très légère inflexion du signal aux alentours de 850°C est associée à une possible précipitation de phase delta. Enfin, le chauffage s'achève par un accident endothermique associé à la dissolution de  $\gamma''$ .



**Figure V- 7 :** Présentation des courbes d'ATD enregistrées lors du chauffage à 30 K/min (état de réception; mi-rayon; A3) jusqu'aux températures hautes de 940, 980, 1020, 1060 et 1100°C (maintien 1 seconde).

Les autres enregistrements, avec une température haute plus faible, présentent les mêmes caractéristiques pour ce qui concerne la succession des précipitations. La seule différence entre eux étant l'étendue du pic de remise en solution de la phase  $\gamma''$  qui diminue en même temps que la température haute du cycle d'ATD est abaissée. Notons que l'amplitude de cet accident thermique est similaire pour les températures hautes de 1020, 1060 et 1100°C, alors qu'elle est beaucoup plus faible quand la température haute est de 940 ou 980°C. On peut ainsi prévoir que la dissolution de la phase  $\gamma''$  n'était pas complète à l'issue de l'étape de chauffage pour ces deux derniers essais.

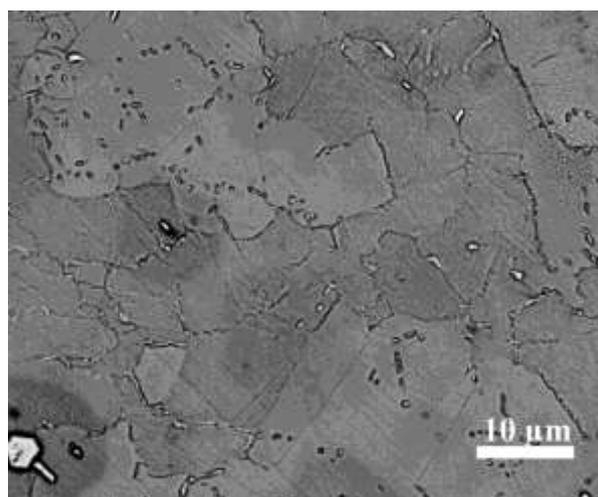


**Figure V- 8** : Présentation des courbes d'ATD enregistrées lors du refroidissement à 10 K/min (état de réception; mi-rayon; A3) depuis les températures hautes de chauffage de 940, 980, 1020, 1060 et 1100°C.

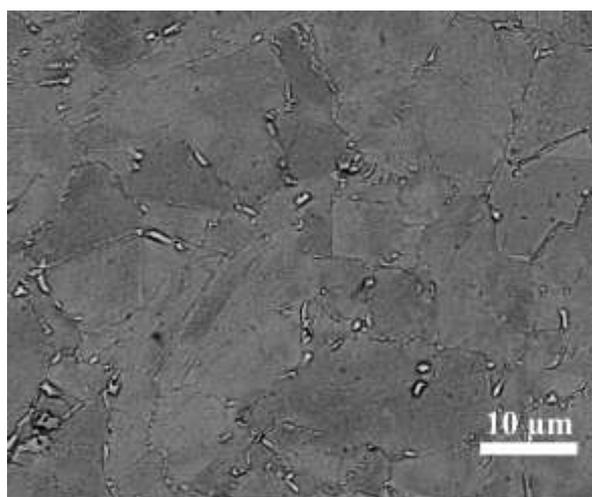
La figure V-8 présente les courbes enregistrées lors du refroidissement après maintien d'une seconde à la température haute. Dans de nombreux cas, une bosse est visible sur l'enregistrement au retour du signal à la ligne de base, marquée par une flèche pleine sur la figure. Cette bosse est associée à une oscillation thermique due à un effet thermique non-stationnaire. On voit que pour une température haute égale ou supérieure à 1020°C, on enregistre un pic de précipitation unique aux alentours de 800°C semblable à celui associé précédemment à la précipitation de la phase  $\gamma''$  (figure V-6). Au contraire, quand la température haute du cycle est de 940°C, aucun accident n'apparaît sur la courbe d'ATD enregistrée au refroidissement. Enfin, pour la température haute de 980°C, on note la présence d'un pic étalé débutant vers 910-920°C. Afin d'interpréter ces résultats, nous avons prélevé sur chacun de ces échantillons un bout pour analyse MEB et quelques tranches pour analyse MET sur lesquels caractériser l'effet de la température haute de chauffage sur la précipitation des phases  $\gamma''$  et  $\delta$ .

*V.1.4. 1. Caractérisation de la phase  $\delta$*

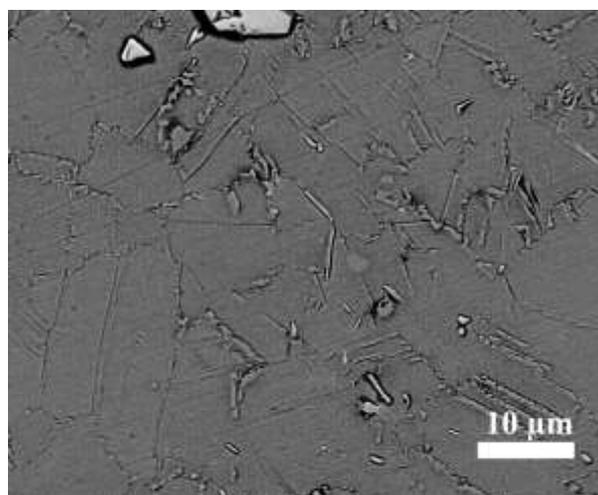
La précipitation de la phase  $\delta$  sur chacun de ces échantillons a été observée au MEB. La figure V-9 nous montre les images ainsi obtenues. Nous notons la présence de quelques précipités de phase  $\delta$  principalement au niveau des joints de grain. Ces images montrent également le rôle des précipités de la phase  $\delta$  sur le contrôle de la taille de grain. Les échantillons traités 1060 et 1100°C où la fraction volumique de la phase  $\delta$  semble beaucoup plus faible présentent des tailles de grains très élevées par rapport aux échantillons traités à 940, 980 et 1020°C.



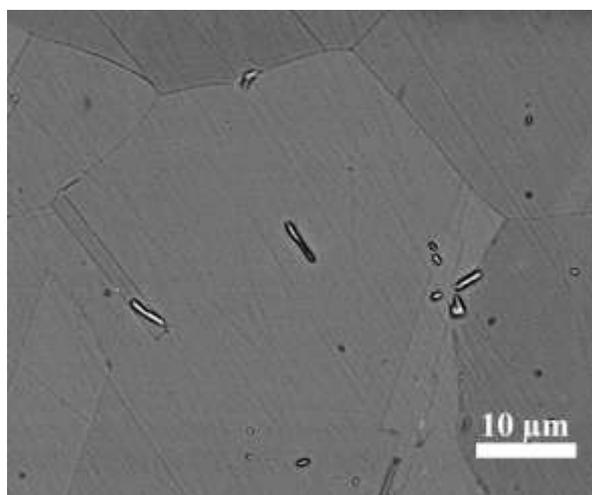
(a)



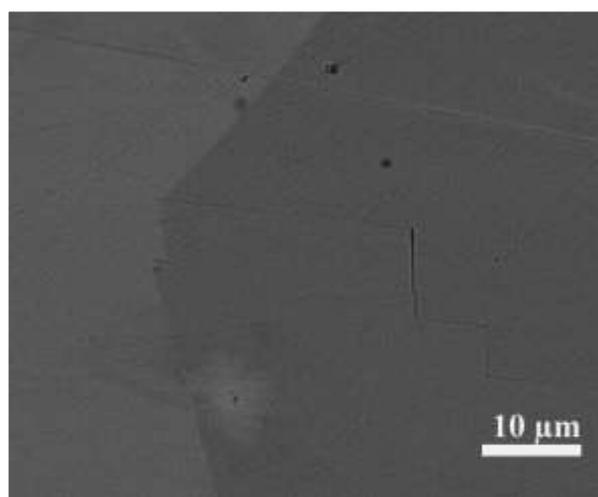
(b)



(c)



(d)



(e)

**Figure V - 9** : Observation MEB des échantillons d'ATD avec différentes températures hautes de chauffage : 940°C (a), 980°C (b), 1020°C (c), 1060°C (d) et 1100°C (e).

Pour estimer les différences de fraction volumique de phase  $\delta$  sur chacun des échantillons, une quantification par analyses d'images a été réalisée. Le tableau V-1 montre la moyenne des fractions surfaciques sur chaque échantillon qui est assimilée à la fraction volumique de la phase  $\delta$  présente dans chaque échantillon (la moyenne est obtenue sur 9 photos après seuillage comme nous l'avons indiqué précédemment dans le paragraphe IV.1.2).

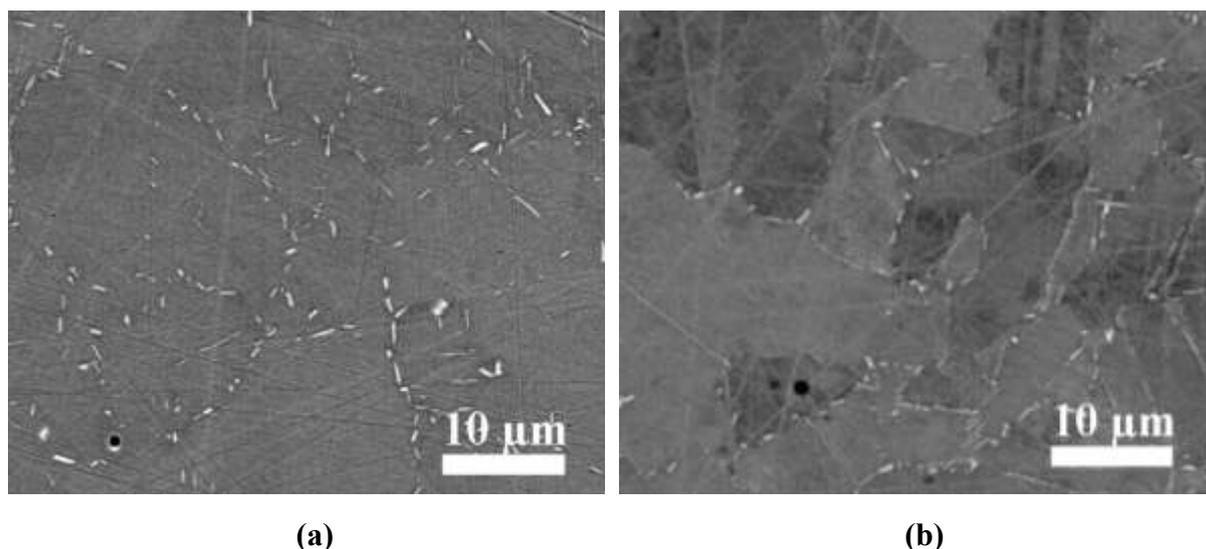
Température haute de chauffage (°C)	940	980	1020	1060	1100
Fraction surfacique moyenne de phase $\delta$ (%).	2,14	3,19	1,42	0,42	0,02

**Tableau V- 1** : Analyse quantitative des images réalisées au MEB sur chacun des échantillons avec des températures hautes de chauffage différentes.

Les résultats du tableau V-1 confirment bien que la fraction de la phase  $\delta$  est plus importante sur les échantillons 940, 980 et 1020°C que sur ceux réalisés à 1060 et 1100°C.

Notons que la fraction volumique de la phase  $\delta$  trouvée à 940, 980 ou 1020°C est plus grande que celle que nous avons trouvée à l'état de réception de l'alliage à mi-rayon (échantillon repéré A3) dont la valeur de la fraction volumique est;  $f_v = 1,37$  %.

A partir des fractions volumiques de la phase  $\delta$  que nous avons trouvées sur chacun des échantillons, il est possible de calculer la fraction massique de niobium de l'alliage consommée lors de la précipitation de la phase  $\delta$ . Pour l'échantillon traité à 1020°C, on peut déduire qu'environ 10 % de la teneur massique en niobium de l'alliage ont servi à la précipitation de 1,42 % de  $\delta$  (les détails sur le calcul de la fraction de niobium consommée sont donnés en annexe C. L'apparition de ces précipités sur chacun des échantillons confirme bien que pour des traitements thermiques à des températures hautes de chauffage qui ne sont pas très élevées, le chauffage et le refroidissement suffisent pour faire précipiter la phase  $\delta$  même sans temps de maintien (seulement une seconde). Cependant il paraît très difficile de déterminer si ces précipités de  $\delta$  observés avec des températures hautes de chauffage de 940, 980, 1020 ou 1060°C sont des restes de la phase  $\delta$  qui n'ont pas été dissous à la fin du chauffage ou bien s'ils se sont formés lors du refroidissement à la vitesse de 10 K/min. Pour essayer de répondre à ces questions, des essais supplémentaires ont été effectués à 1020°C toujours avec une vitesse de chauffage de 30 K/min, maintien pendant 1 seconde et refroidissement à 5 et 20 K/min. Les images obtenues au MEB sur ces échantillons montrent que la fraction de la phase  $\delta$  obtenue est plus importante à 5 K/min qu'à 20 K/min (figure V-10).



**Figure V - 10** : Images MEB des échantillons traités à 1020°C, refroidis à 5 K/min **(a)** et 20 K/min **(b)**.

Ces images montrent l'effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation de la phase  $\delta$ . La fraction volumique de  $\delta$  dépend de la vitesse de refroidissement. Nous pouvons donc conclure que la majorité des précipités de la phase  $\delta$  observés sur l'échantillon traité à 1020°C et refroidi à 10 K/min est apparue lors du refroidissement. On note l'absence de précipitation de la phase  $\delta$  au refroidissement si la température cible de chauffage est très élevée, c'est le cas des traitements à 1060 et 1100°C. Ces températures sont au dessus de la température de solvus expérimentale de la phase  $\delta$  que nous avons trouvée. Nous pouvons donc supposer à partir de ces résultats que la précipitation de la phase  $\delta$  obtenue lors du refroidissement est fonction de la taille des grains. Les joints de grain sont des sites de germination de la phase  $\delta$ . Cette germination démarre au niveau des joints de grain avant de poursuivre leur croissance à l'intérieur des grains. Donc la fraction volumique de  $\delta$  précipitée peut dépendre du nombre de joints de grains. Dans le cas de grains très gros, le nombre limité de joints de grains peut influencer la précipitation de la phase  $\delta$ . Par ailleurs, les précipités de  $\delta$  qui étaient présents dans l'échantillon avant le traitement thermique et qui ne sont pas dissous peuvent croître. Nous pouvons supposer qu'il y a croissance des précipités de  $\delta$  lors du refroidissement des échantillons traités 940 ou 980°C pendant 1s. Les échantillons 1020, 1060 et 1100°C qui présentent des fractions volumiques de  $\delta$  plus faibles que ceux traités à 940 et 980°C ont donc plus de niobium en solution solide dans la matrice. Ce niobium est disponible pour la précipitation de la phase durcissante  $\gamma$ ". L'analyse par MET de la précipitation de ces phases sur les échantillons déjà observés au MEB nous semble très importante.

*V.1.4. 2. Précipitation de la phase  $\gamma''$*

La précipitation de la phase  $\gamma''$  dans chacun de ces échantillons a été observée au MET. Pour cela, nous avons prélevé sur chaque échantillon quelques tranches pour les analyser au MET. Les analyses ont été effectuées en champ sombre en sélectionnant les taches du type  $\frac{1}{2}10, 1\frac{1}{2}0$  et 110 analogues aux taches A, B et C respectives de la figure IV-3 (a). Le tableau V-2 un récapitulatif des micrographies que nous avons obtenues sur chacun des échantillons.

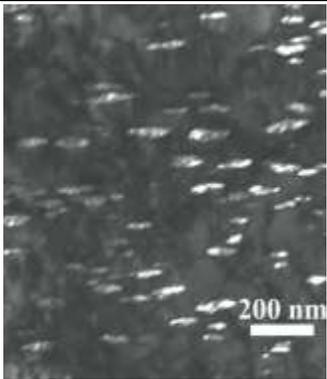
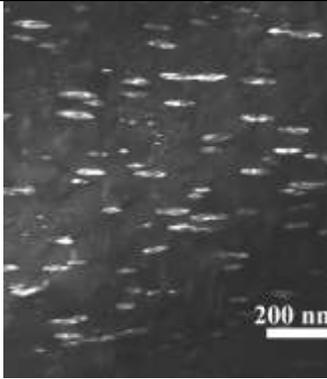
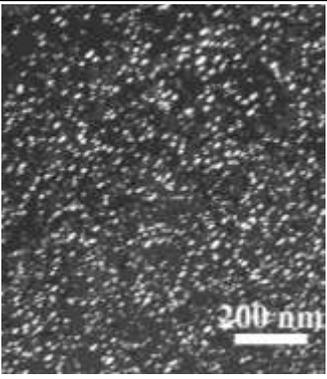
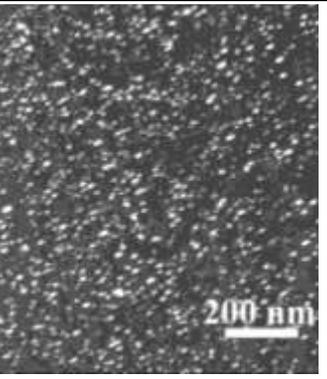
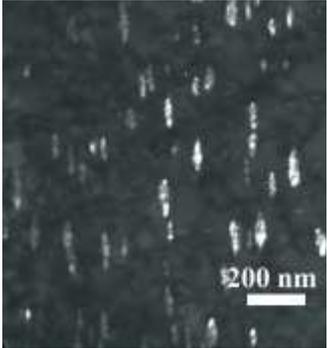
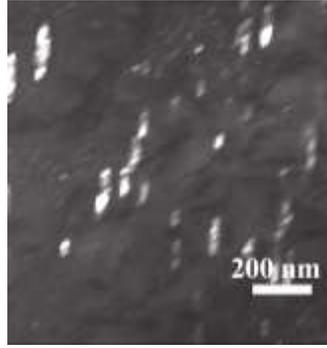
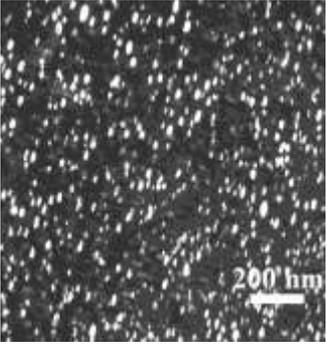
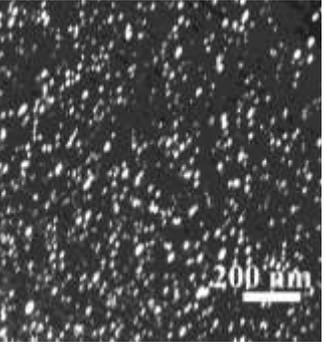
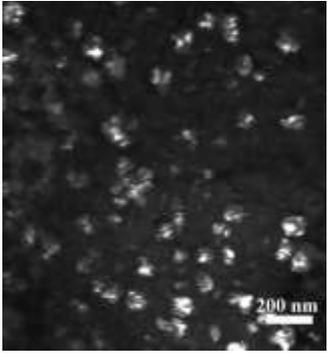
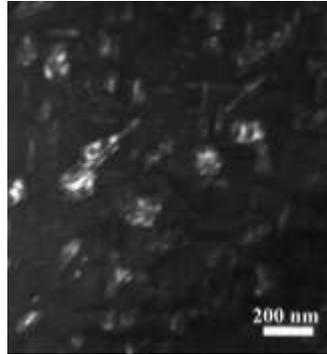
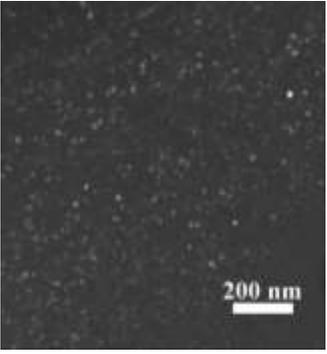
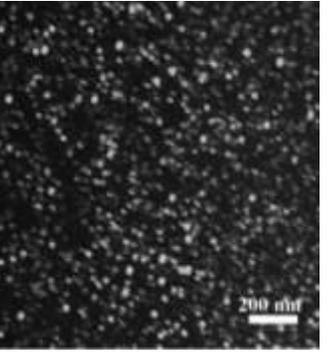
T° haute de chauffage	940°C	980°C	1020°C	1100°C
Variant I (tache A) : type $\frac{1}{2}10$				
Variant II (tache B) : type $1\frac{1}{2}0$				
Variant III (tache C) : type 110				

Tableau V - 2: Micrographies en champ sombre des précipités  $\gamma''$  obtenues en sélectionnant les taches A, B et C respectives de la figure IV-3 (a).

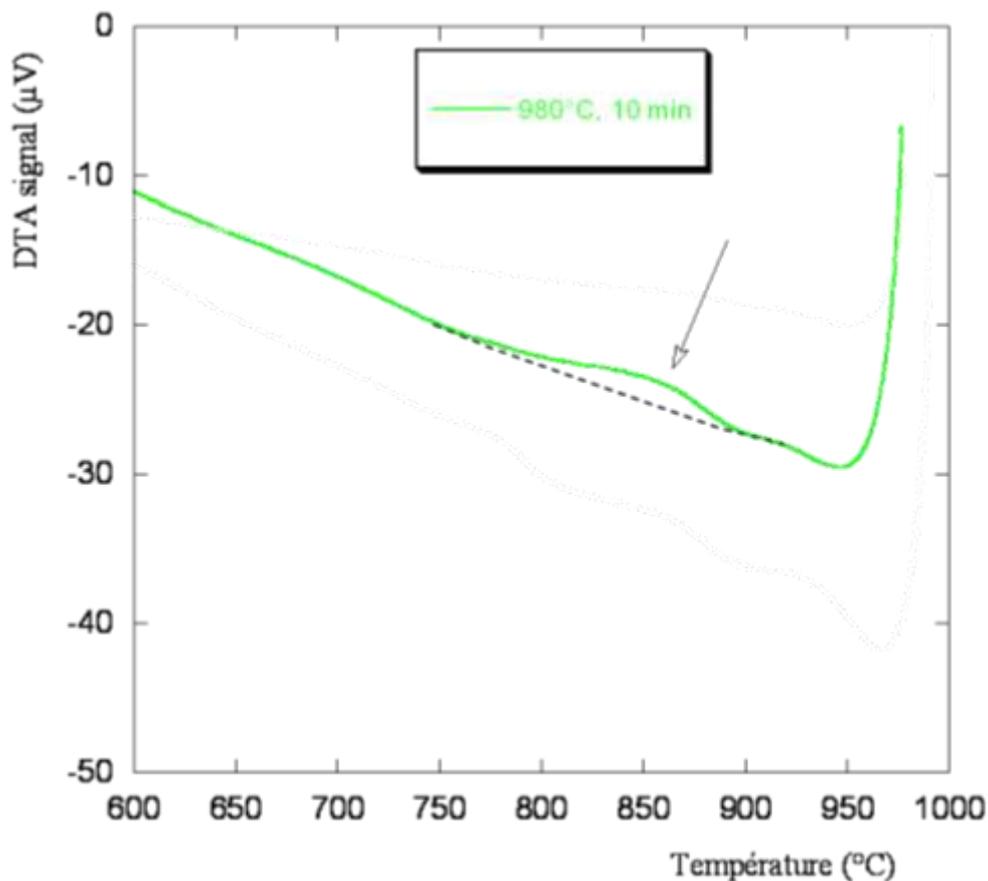
Les images du tableau V-2 nous montrent les micrographies des précipités  $\gamma''$  observées sur chacun des échantillons. Ces images sont obtenues au MET en champ sombre en sélectionnant les taches diffractées  $\frac{1}{2}10$ ,  $1\frac{1}{2}0$ , et  $110$  observées sur l'orientation  $[100]_{\gamma}$  (figure IV-3 (a) ; taches A, B et C). Ce sont les trois variants (I, II et III) des précipités  $\gamma''$ . Les deux variants des précipités  $\gamma''$  obtenus en champ sombre en sélectionnant les taches A et B sont répartis dans les grains de manière homogène et allongés sous forme elliptique. Les tailles des précipités sont plus importantes sur les échantillons 940 et 980°C que sur les échantillons 1020 et 1100°C. En revanche, la fraction volumique semble plus importante sur les échantillons 1020 et 1100°C que sur les échantillons 940 et 980°C. Les tailles des précipités de  $\gamma''$  ont été mesurées par analyse d'images sur des images numérisées obtenues à partir des négatifs du microscope (MET-JEOL 2010) à l'aide du logiciel Aphélon. Une série de trente mesures a été effectuée à chaque fois sur les deux variants de précipités  $\gamma''$  après seuillage (Tableau V-2; variants II et III), dans le sens longitudinal (L) et transversal (l) (annexe D). Nous avons également évalué les rapports de longueur sur largeur des tailles des précipités  $\gamma''$ . Le tableau V-3 est un récapitulatif des résultats que nous avons obtenus. Des détails sur le calcul de ces tailles de précipités sont également fournis en annexe D.

Traitement Thermique (°C)	940		980		1020		1100	
Variant	A	B	A	B	A	B	A	B
Longueur moyenne $\langle L \rangle$ (nm)	82	95	99	98	25	27	32	25
Largeur moyenne $\langle l \rangle$ (nm)	42	46	46	34	14	14	19	18
Rapport $\left(\frac{L}{l}\right)$	1,94	2,06	2,14	2,88	1,76	1,84	1,67	1,42

**Tableau V - 3** : Longueur et largeur moyenne obtenues après 30 mesures effectuées sur les précipités selon la température haute de chauffage.

Les micrographies des précipités  $\gamma''$  obtenues au MET avec la température haute de 1020°C montrent une distribution fine et homogène des précipités  $\gamma''$ , tandis qu'à la température de 980°C nous apercevons de gros précipités dispersés de  $\gamma''$ . En revenant aux courbes d'ATD, cette différence pourrait être liée à la présence du pic observé à 800°C lors de l'essai à 1020°C qui est absent pour l'essai 980°C. Cela suggère donc qu'avec une température haute limitée à 980°C, la dissolution des précipités  $\gamma''$  au dessus du solvus de cette phase durant l'étape de chauffage est assez lente pour que certains d'entre eux ne se dissolvent pas et même coalescent. Le maintien d'une certaine quantité de précipités  $\gamma''$  abaisse la sursaturation

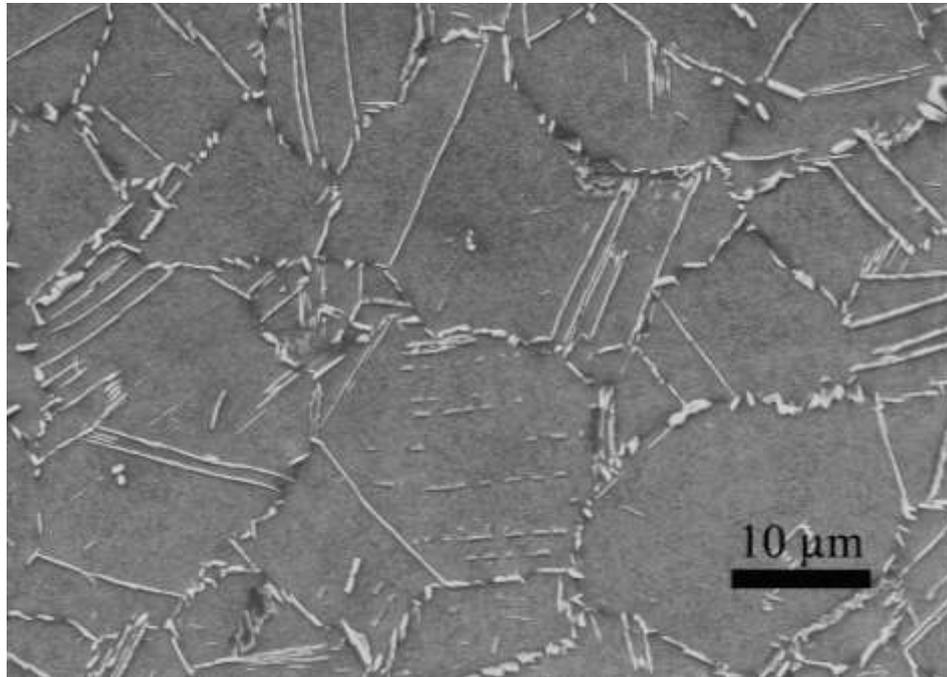
en niobium de la matrice de l'alliage lors du refroidissement ultérieur, ce qui empêche la «reprécipitation» de la phase  $\gamma''$ . Au contraire, avec la température haute de chauffage de 1020°C, la dissolution des précipités est complète; ainsi la sursaturation de la matrice est maximale permettant une germination suffisante et fine de la précipitation de  $\gamma''$  durant le refroidissement. Cette interprétation est confirmée par l'observation du nombre et de la taille des précipités  $\gamma''$  dans les échantillons en fonction de la température haute du cycle d'ATD (micrographies du tableau V-2): les précipités sont semblables, nombreux et de petite taille pour les températures hautes de 1020, 1060 et 1100°C, moins nombreux et grossiers pour les températures hautes de 940 et 980°C.



**Figure V - 11** : Présentation de la partie refroidissement de la courbe d'ATD (980°C/10min) enregistrée sur l'échantillon prélevé à mi-rayon (A3).

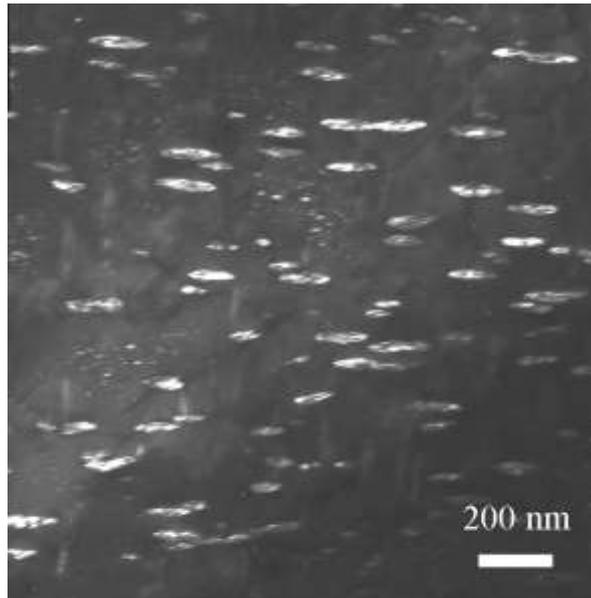
Les résultats que nous avons obtenus suggèrent de réaliser un essai d'ATD supplémentaire qui consiste en un chauffage jusqu'à la température haute de 980°C et un temps de maintien plus long (10 minutes) en température avant refroidissement. La figure V-11 montre la partie refroidissement de la courbe d'essai d'ATD obtenue. Sur cette courbe, nous notons un pic montré par une flèche vers 900°C lors du refroidissement. Ce dernier est bien semblable à celui que nous avons montré enregistré sur l'échantillon 980°C/1s (figure V-8). Nous

remarquons que l'aire de ce pic semble plus importante à 10 minutes qu'à 1 seconde pour la même température cible de 980°C. Un bout de l'échantillon d'essai d'ATD 980°C/10 min a été observé au MEB. La figure V-12 montre la micrographie obtenue.



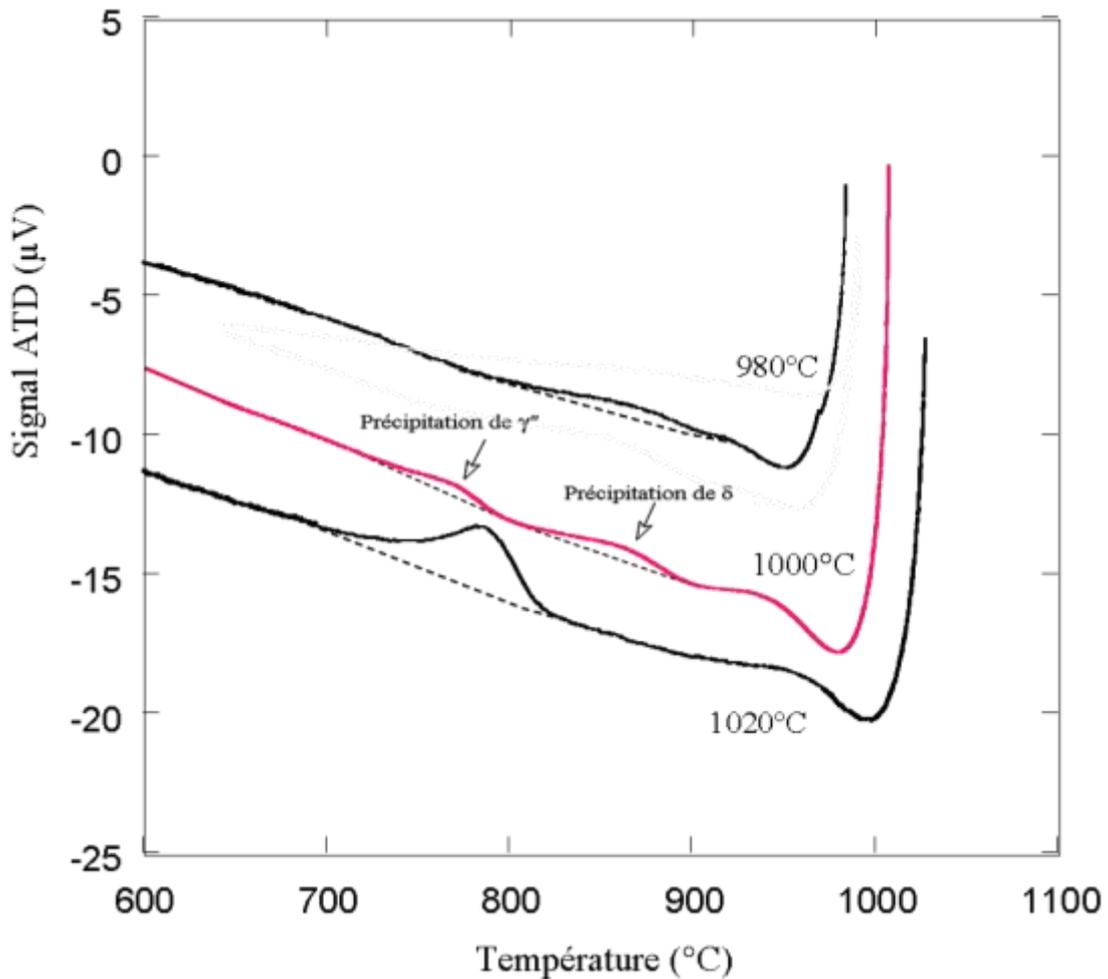
**Figure V - 12** : Micrographie de l'échantillon d'essai d'ATD 980°C/10 min. prélevé à mi-rayon (A3).

Sur cette image, nous notons une précipitation globulaire et aciculaire importante de la phase  $\delta$ . Les précipités sont présents à l'intérieur des grains ainsi qu'au niveau des joints de grains. Nous remarquons que la majorité se trouve au niveau des joints de grains. L'autre bout de l'échantillon a été observé au MET afin de vérifier l'état de précipitation de  $\gamma''$  à l'intérieur des grains. La figure V-13 montre l'image que nous avons réalisée au MET en champ sombre en sélectionnant la tache diffractée  $\frac{1}{2}10$  obtenue sur l'axe de zone du type  $[100]_{\gamma}$  (tache A de la figure IV-3 (a)).



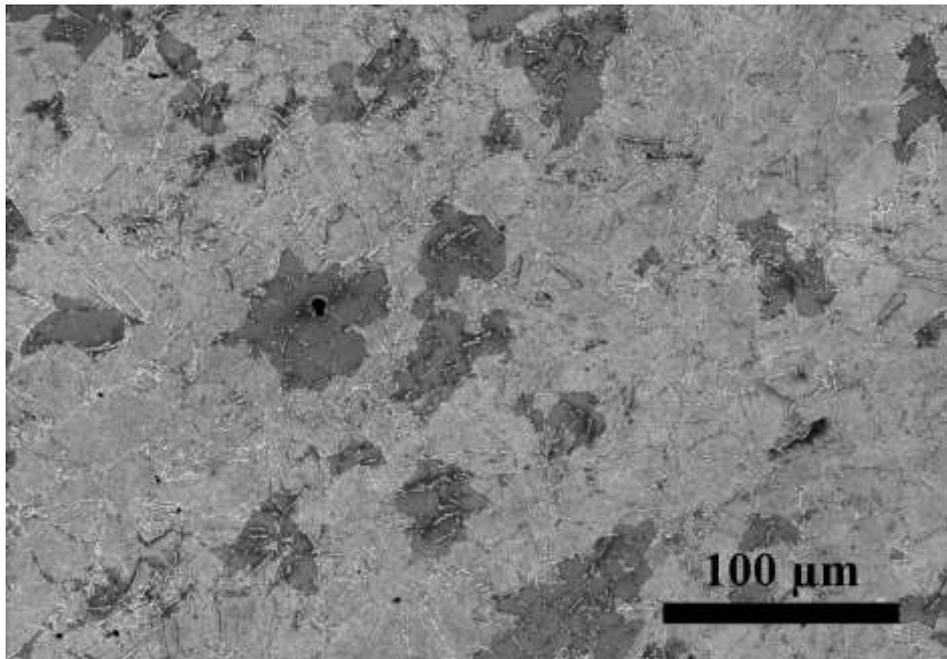
**Figure V - 13** : Micrographie en champ sombre des précipités  $\gamma''$  obtenue en sélectionnant une tache du type  $\frac{1}{2}10$  montrée sur la tache A de la figure IV-3 (a): Echantillon traité 980°C/10 min.

Nous constatons que les précipités  $\gamma''$  sont répartis uniformément et allongés sous forme elliptique de longueurs moyennes environ 100 nm. Cette micrographie est semblable à celle que nous avons obtenue dans les mêmes conditions sur l'échantillon traité 980°C/1s. Les résultats obtenus sur les essais d'ATD (980/1sec., 1020°C/1sec. et 980°C/10min.) nous ont donc suggéré de réaliser un autre essai d'ATD supplémentaire avec comme température cible 1000°C et toujours 1 seconde comme temps de maintien. La figure V-14 nous montre la partie refroidissement de la courbe d'essai d'ATD que nous avons enregistrée.

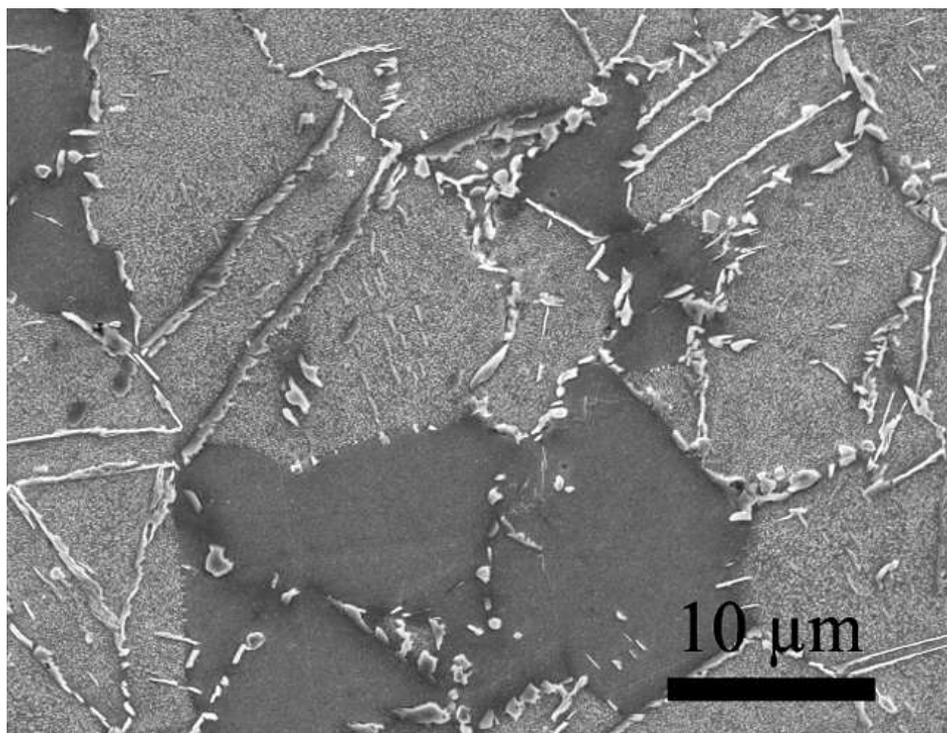


**Figure V - 14** : Présentation de la partie refroidissement de la courbe d'ATD (1000°C/1sec) enregistrée sur l'échantillon prélevé à mi-rayon (A3). Nous avons également reporté à titre comparatif les parties refroidissement des courbes d'ATD 980 et 1020°C.

Sur cette courbe (1000°C) nous observons deux pics exothermiques lors du refroidissement contrairement aux essais précédents. Ces deux pics sont synonymes de la précipitation des phases  $\delta$  et  $\gamma''$ . Nous avons ainsi prélevé sur cet échantillon un bout pour l'analyse microscopie optique et MEB, et un autre bout pour l'analyse MET. La figure V-15 nous montre l'image que nous avons obtenue au microscope optique. Sur cette image, nous apercevons des différences de microstructure entre les différents grains. La microstructure semble être très hétérogène au sein de l'échantillon. Le même échantillon a ensuite été analysé au MEB. La figure V-16 montre l'image ainsi obtenue. Nous apercevons que la précipitation des phases  $\gamma''$  et  $\delta$  semble être différente d'un grain à l'autre.



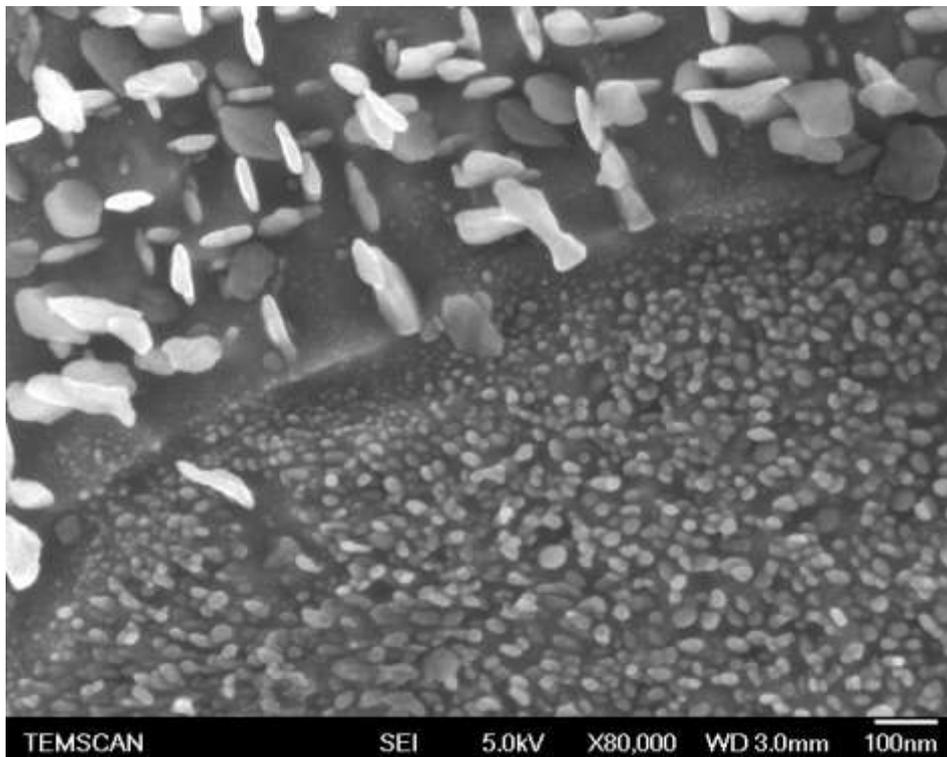
**Figure V- 15** : Micrographie de l'échantillon d'essai d'ATD 1000°C/1sec. obtenue au microscope optique sur l'échantillon d'essai d'ATD 1000°C/1sec. prélevé à mi-rayon (A3).



**Figure V- 16** : Micrographie de l'échantillon d'essai d'ATD 1000°C/1sec. obtenue au MEB sur l'échantillon d'essai d'ATD 1000°C/1sec. prélevé à mi-rayon (A3).

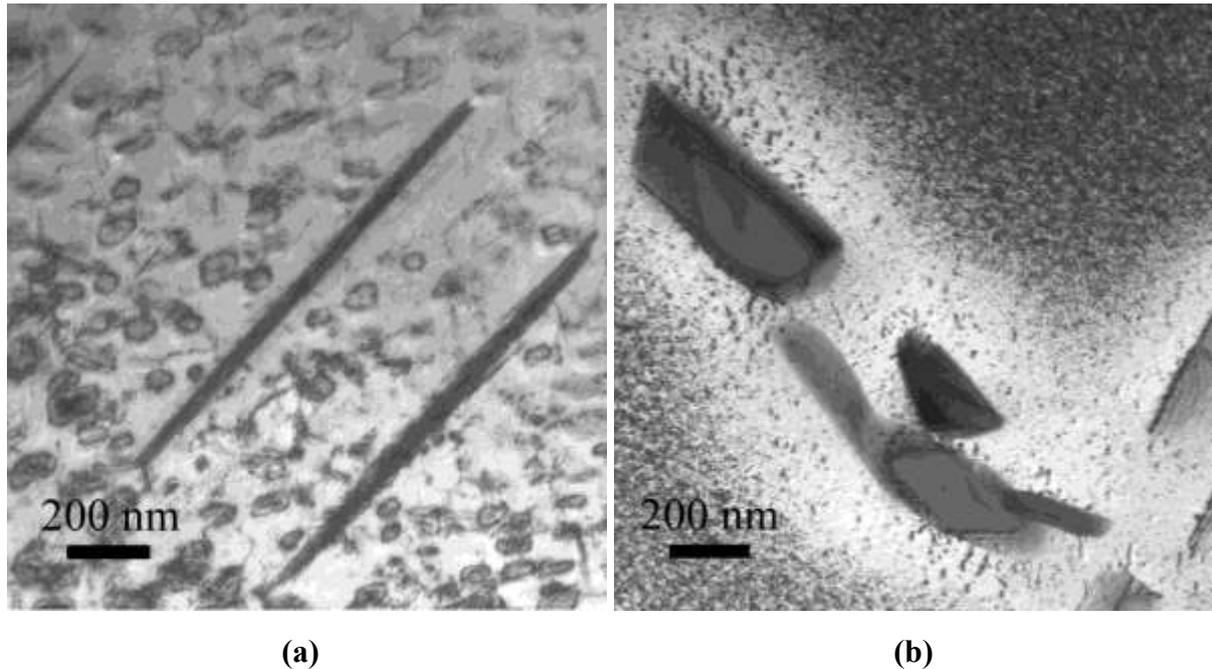
Nous avons également réalisé des analyses sur ce même échantillon au MEB FEG. La figure V-17 nous montre l'image que nous avons obtenue. Nous apercevons deux microstructures

très différentes (fine et grossière) des précipités  $\gamma''$ . Elle montre aussi la transition entre les précipités fins et grossiers de  $\gamma''$ .



**Figure V- 17** : Observation par MEB FEG de l'échantillon d'ATD 1000°C/1sec. prélevé à mi-rayon (A3).

Des observations complémentaires ont ensuite été réalisées au MET en champ clair sur l'autre bout de l'échantillon afin de caractériser la cohabitation entre les précipités  $\gamma''$  et  $\delta$  (figure V-18). Ces observations nous ont révélé que dans les grains où les précipités  $\gamma''$  sont grossiers, la phase  $\delta$  y apparaît sous forme aciculaire (figure V-18 (a)), tandis que dans les grains où les précipités  $\gamma''$  sont plutôt fins, soit ils sont dépourvus de précipités de la phase  $\delta$ , soit la phase  $\delta$  y apparaît sous forme globulaire (figure V-18 (b)). Les précipités  $\gamma''$  fins observés sur l'échantillon 1000°C/1s sont identiques aux précipités  $\gamma''$  que nous avons observés sur l'échantillon 1020°C/1s. Tandis que les précipités  $\gamma''$  grossiers sont identiques aux précipités  $\gamma''$  que nous avons observés sur l'échantillon 980°C/1s ou 980°C/10 min. Ces résultats nous laissent supposer que la température de 1000°C est, en quelques sortes, une transition entre la précipitation fine et grossière des précipités de  $\gamma''$ .



**Figure V- 18 :** (a) et (b) : Micrographie en champ clair des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$  : échantillon traité 1000°C/1sec.

## V.2. Traitements thermiques isothermes et caractérisations

Après avoir réalisé une étude anisotherme de l'évolution de la précipitation des phases de l'alliage à partir de l'état de réception grâce aux essais d'ATD, plusieurs séries de traitements thermiques isothermes ont été effectuées. Les échantillons utilisés ont été repérés et sont montrés en annexe (annexe E). L'état de départ des échantillons de l'alliage est différent d'une série à l'autre. La première série d'expériences a été effectuée sur des échantillons de l'état de réception. La seconde série a été réalisée sur des échantillons qui ont subi une mise en solution de 1020°C/30 min et la dernière sur des échantillons qui ont subi une mise en solution de 1100°C/1h. Les échantillons des différentes séries ont ensuite été traités à différentes températures (entre 800°C et 1000°C) pour différentes durées. Des observations MEB ont ensuite été effectuées sur chacun de ces échantillons. Les images obtenues sont présentées sur le tableau V-4.

### V.2.1. Etat de réception

Pour étudier les évolutions microstructurales de l'alliage à partir de son état de réception, des traitements thermiques isothermes ont été effectués. Les échantillons utilisés ont été repérés et sont montrés en annexe (annexe E). Le traitement consiste en un chauffage à 25 K/min depuis la température ambiante jusqu'à la température cible, un maintien de 10 heures à chacune des

températures cibles et enfin une trempe à l'eau. La microstructure de chacun de ces échantillons est analysée au MEB en électrons secondaires après polissage et attaque électrochimique (tableau V-4). Nous notons que la précipitation de la phase  $\delta$  est très importante sur chaque échantillon. La microstructure est très homogène au sein de l'échantillon. Les précipités de  $\delta$  apparaissent directement dans la matrice austénitique  $\gamma$  sous forme aciculaire. Le traitement effectué à 880°C montre uniquement des précipités intragranulaires de la phase  $\delta$ , tandis qu'à 900°C on observe une précipitation inter et intragranulaire. Le traitement thermique réalisé à la température de 1000°C pendant 10 heures produit une précipitation de la phase  $\delta$  entièrement globulaire.

### V.2.2. Mise en solution 1020°C/30 min.

Nous avons aussi étudié l'évolution microstructurale de l'alliage après une mise en solution à une température de 1020°C pendant 30 minutes avec une vitesse de chauffage de 25°C/min, puis refroidissement à 5°C/min jusqu'à 950°C. Des temps de maintien différents de 0, de 1 et de 10 heures ont été appliqués à cette température. A la fin de chaque vieillissement une trempe à l'eau est appliquée sur chaque échantillon. Nous apercevons sur le tableau V-4 les images MEB que nous avons réalisées après polissage mécanique, sans attaque électrochimique et en mode électrons rétrodiffusés afin d'observer les précipités  $\delta$ . Elles montrent clairement que la fraction volumique des précipités de la phase  $\delta$  dépend du temps de maintien. Nous apercevons une faible précipitation de la phase  $\delta$  sous forme globulaire sans temps de maintien (0 heure), cette dernière devient ensuite importante et adopte la forme aciculaire après 10 heures de maintien à 950°C.

### V.2.3. Mise en solution 1100°C/1h

Nous avons également étudié l'évolution microstructurale de l'alliage après une mise en solution à une température de 1100°C pendant 1 heure avec une vitesse de chauffage de 25°C/min, puis un refroidissement à 5°C/min jusqu'à 900°C ou 960°C. Des temps de maintien de 10 heures ont été appliqués à chacune de ces températures. A la fin de chaque vieillissement une trempe à l'eau est appliquée sur chaque échantillon. Nous apercevons sur le tableau V-4 les images que nous avons obtenues au MEB avec le détecteur des électrons secondaires après polissage et attaque électrochimique. Nous remarquons deux microstructures très différentes : le premier présente des précipités de  $\delta$  aciculaires très hétérogènes au sein de la surface de l'échantillon, tandis que le second est dépourvu de précipités de la phase  $\delta$ . Notons que la température de 1100°C est largement au dessus du

solvus de  $\delta$  que nous avons trouvée, donc toute la phase  $\delta$  devrait être dissoute à cette température. Lors du maintien à 900°C pendant 10 heures après une mise en solution à 1100°C durant 1 heure, la phase  $\delta$  a eu le temps de précipiter ce qui n'est pas le cas à 960°C.

CHAPITRE V – Etude de l'évolution isotherme et anisotherme de la précipitation des phases

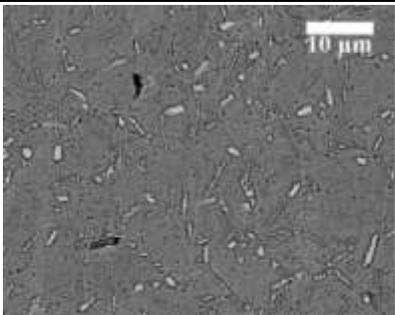
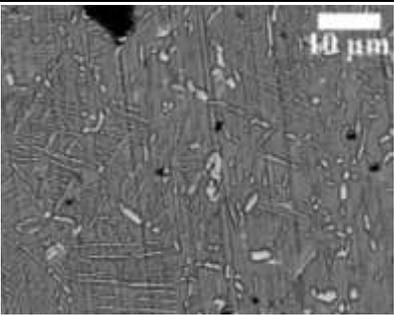
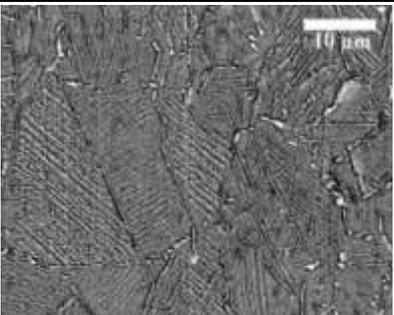
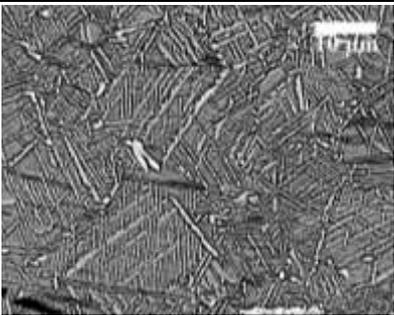
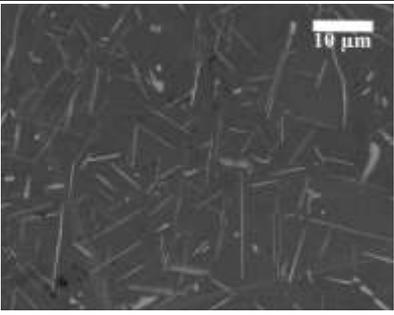
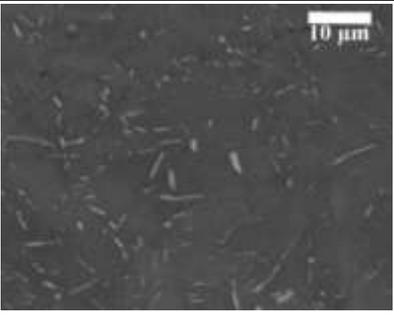
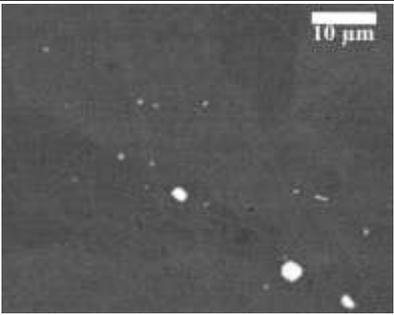
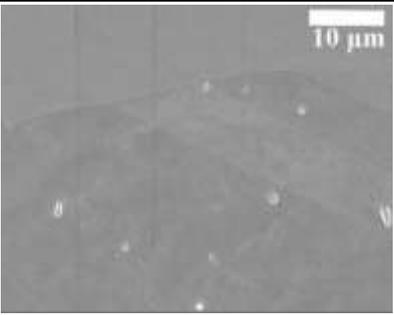
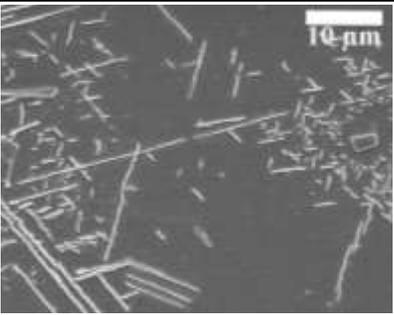
Etat de réception	 <p>1000°C/10h</p>	 <p>960°C/10h</p>	 <p>900°C/10h</p>	 <p>880°C/10h</p>
Mise en solution 1020°C/30 min.		 <p>950°C/10h</p>	 <p>950°C/1h</p>	 <p>950°C/0h</p>
Mise en solution 1100°C/1h.		 <p>960°C/10h</p>	 <p>900°C/10h</p>	

Tableau V- 4 : Tableau récapitulatif de l'ensemble des images MEB après traitement thermique avec des états de départs de l'alliage différents

La comparaison entre les images obtenues avec le traitement thermique de 950 ou 960°C/10 heures (à partir de l'état de réception ou à partir des échantillons homogénéisés 1020°C/30 min ou encore 1100°C/1h) illustre bien l'influence de l'état de départ de l'alliage sur la précipitation de la phase  $\delta$ . En effet, les images obtenues 950°C/10h (après une mise en solution de 1020°C/30min) et 960°C/10h (après une mise en solution de 1100°C/1h) montrent bien l'effet de la température haute de mise en solution sur la précipitation de la phase  $\delta$ . Nous notons une précipitation importante de la phase  $\delta$  dans les échantillons provenant de l'état de réception de l'alliage ou sur les échantillons issus de la mise en solution 1020°C/30min. En revanche, elle est quasi-inexistante sur l'échantillon qui a subi une mise en solution au préalable à 1100°C pendant 1 heure. Ceci pourrait être expliqué par le fait que 1100°C est largement au dessus de la température du solvus expérimental de la phase  $\delta$ . La phase  $\delta$  est donc complètement dissoute après 1 heure à cette température. De plus le niobium qui était en solution solide dans l'alliage après mise en solution de la phase  $\delta$  n'a pas servi à la faire «reprécipiter» lors du traitement à 960°C même avec un temps de maintien de 10 heures de traitement. Nous aborderons dans la partie discussion la question de la provenance de la phase  $\delta$  formée à 900°C, c'est-à-dire de déterminer si elle provient de la transformation de la phase  $\gamma''$  ou pas.

### V.3. Conclusions

Nous avons montré dans ce chapitre des résultats sur la précipitation des phases au sein de l'alliage lors de traitements thermiques isothermes et anisothermes. Les traitements anisothermes (essais d'ATD) ont permis de caractériser les domaines de températures de précipitation et de dissolution des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  ainsi que la valeur expérimentale de la température de solvus de la phase stable  $\delta$ . Nous avons également déterminé que 1000°C est une température de transition entre les précipitations grossière et fine de la phase  $\gamma''$  de l'alliage étudié. Ces essais ont également permis de voir l'influence de la vitesse de chauffage, de la température cible, du temps de maintien et de la vitesse de refroidissement sur la précipitation des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ . Nous avons aussi étudié l'effet de l'état de départ de l'alliage (température et durée de mise en solution) sur la précipitation de la phase  $\delta$ .

## Sommaire

---

<b>Chapitre VI - Caractérisation des défauts dans les précipités <math>\gamma''</math> et <math>\delta</math></b> .....	<b>94</b>
VI.1. Dislocations et défauts d'empilements au sein des précipités $\gamma''$ .....	94
VI.1.1. Observations des défauts au sein des précipités $\gamma''$ le long de la direction $[101]$ .....	96
VI.1.2. Observation des défauts au sein des précipités $\gamma''$ le long de la direction $[1\bar{1}0]$ .....	97
VI.2. Caractérisation des défauts au sein des précipités de la phase $\delta$ .....	<b>101</b>
VI.2.1. Différents variants de la phase $\delta$ ( $\delta_1$ et $\delta_2$ ).....	104
VI.2.1.1. Observations par microscopie électronique en transmission conventionnel ...	104
VI.2.1.2. Observations par microscopie électronique en transmission haute résolution	108
VI.3. Défauts d'interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	<b>112</b>
VI.3.1. Désaccord paramétrique (misfit) et dislocation d'interface entre $\gamma$ et $\delta$ .....	112
VI.3.2. Superposition des phases.....	115
VI.3.2.1. Rappel sur les similitudes des phases $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$ .....	115
VI.3.2.2. Observations des similitudes des phases $\gamma''$ et $\delta$ .....	115
VI.4. Conclusions.....	<b>124</b>

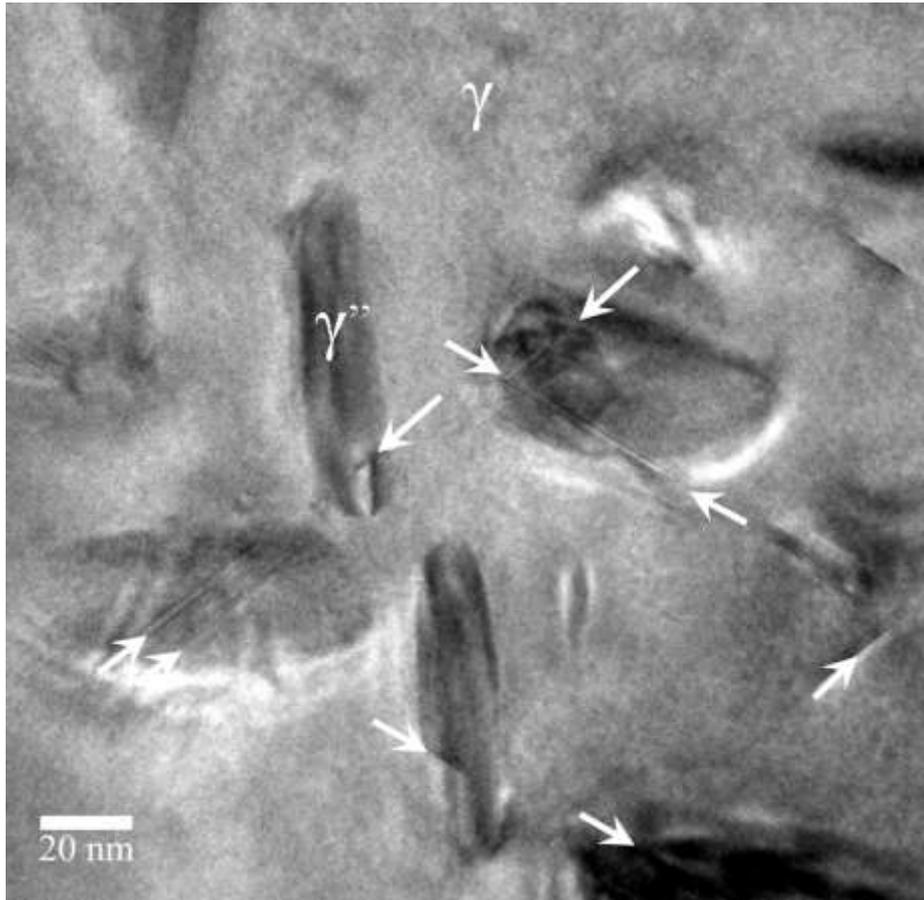
---

## Chapitre VI - Caractérisation des défauts dans les précipités $\gamma''$ et $\delta$

Après avoir caractérisé la précipitation de l'alliage 718 dans son état de réception et au cours des traitements thermiques isothermes et anisothermes, nous allons nous intéresser à la précipitation et aux mécanismes de transformation des phases  $\gamma''$  et  $\delta$ . Ce chapitre sera consacré à l'étude des défauts et des dislocations au sein des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$ . Ces défauts seront d'abord caractérisés par MET conventionnel et par la suite par MET haute résolution. Ce chapitre s'articule autour de trois grands volets. Le premier sera consacré à l'étude des défauts susceptibles de se former au sein des précipités de la phase métastable  $\gamma''$ . Le second s'intéressera à l'étude des défauts au sein des précipités de la phase stable  $\delta$ . Le dernier volet portera sur une étude de caractérisation des défauts présents au niveau des interfaces entre  $\gamma$  et  $\delta$ .

### VI.1. Dislocations et défauts d'empilements au sein des précipités $\gamma''$

Les dislocations et les défauts d'empilement au sein des précipités de la phase métastable  $\gamma''$  ont été observés au MET et ensuite caractérisés les résultats obtenus ont été présentés par ailleurs [Nia10b]. Nous avons vu lors de la littérature [Sun92] que ce type d'observation nécessite d'avoir de gros précipités de  $\gamma''$  ( de l'ordre d'une centaine de nanomètre) au sein de l'échantillon à observer. Pour cela, nous avons choisi un échantillon déjà analysé au MET conventionnel qui contient de gros précipités de  $\gamma''$ . C'est un échantillon de l'état de réception de l'alliage (A3 à mi-rayon) qui a subi un essai d'Analyse Thermique Différentielle (1000°C/1sec). Il a été utilisé pour étudier la cinétique de précipitation des phases  $\gamma''$  et  $\delta$  [Nia10a]. Les observations ont été réalisées le long de la direction de type  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ . La figure VI-1 nous montre l'image que nous avons obtenue.

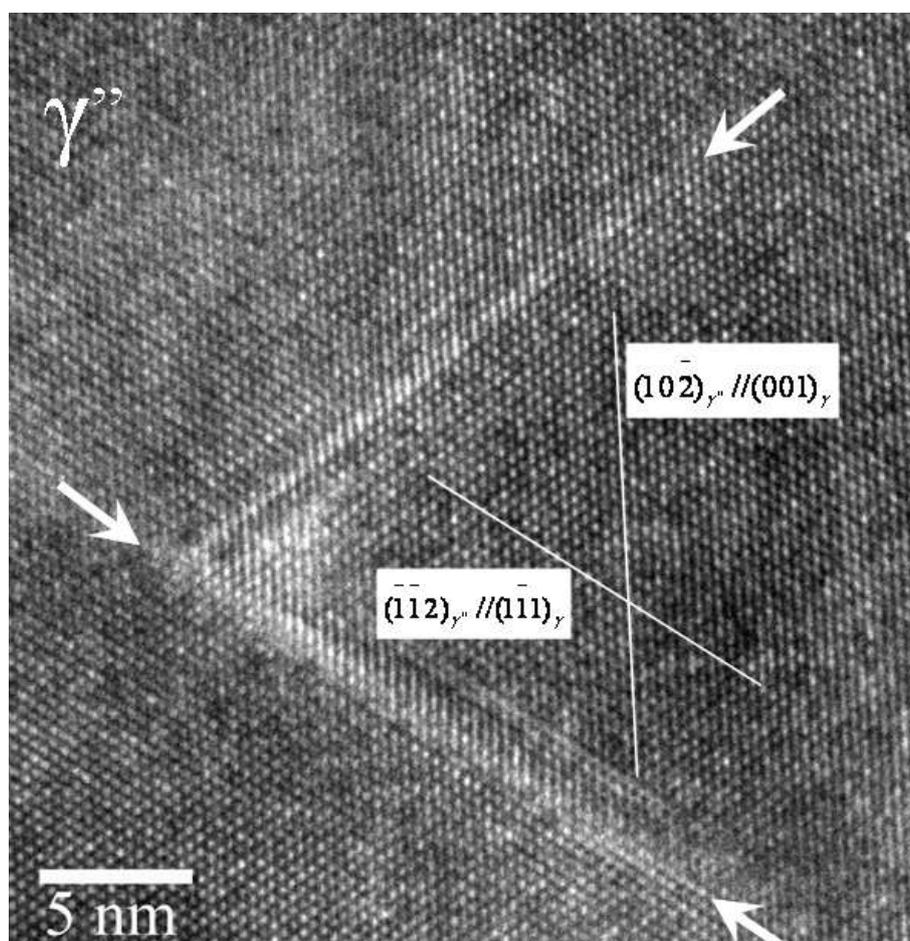


**Figure VI - 1** : Observation MET conventionnel des précipités  $\gamma''$  présentant des défauts. Ces observations ont été effectuées le long d'une direction de type  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$  (Echantillon d'ATD 1000°C/1sec., champ clair multifaisceaux).

Sur cette image, nous apercevons que des défauts (montrés par des flèches) sont apparus au sein des précipités  $\gamma''$  sous forme de trait, ils sont similaires à ceux reportés dans la littérature [Sun92, Kus97, Sun99]. Cependant de telles observations ne nous permettent pas de caractériser précisément la nature et la morphologie des défauts au sein de  $\gamma''$ . Notre interprétation reste donc limitée dans ce cas uniquement à la présence des défauts au sein des précipités  $\gamma''$ . Pour aller plus loin au cœur de ces défauts que nous avons observés, nous avons réalisé des observations par microscopie électronique en transmission haute résolution (METHR, JEOL-2100F). Nous avons vu au chapitre II que toutes les directions de projection des atomes de type  $\langle 110 \rangle$  (indices dans  $\gamma$ ) ne sont pas équivalentes dans  $\gamma''$  (figure II-2 (c)). Les observations en MET haute résolution ont été effectuées au sein de  $\gamma''$  le long de chacune des directions différentes de type  $\langle 110 \rangle$  dans  $\gamma$ .

VI.1.1. Observations des défauts au sein des précipités  $\gamma''$  le long de la direction [101]

Pour visualiser les défauts présents au cœur des précipités de la phase  $\gamma''$  au MET en haute résolution, nous avons d'abord choisi la direction [101] (équivalent à [201] dans  $\gamma''$ ). Les indices des directions dans  $\gamma''$  sont donnés dans la base de la géométrie cubique de  $\gamma$  en fixant :  $[001]_{\gamma} // [001]_{\gamma''}$ . Le long de la direction de projection [101], toutes les rangées atomiques sont équivalentes. Elles sont composées de 3 atomes de Ni alternés avec 1 atome de Nb (figure II-6 (a)). Le schéma de projection des atomes réalisé le long de cette direction [101] montre que tous les plans atomiques compacts présentent le même contraste (figure II-6 (b)). La figure VI-2 montre l'image que nous avons obtenue au MET en haute résolution le long de la direction [101] au sein d'un précipité  $\gamma''$  présentant un défaut.



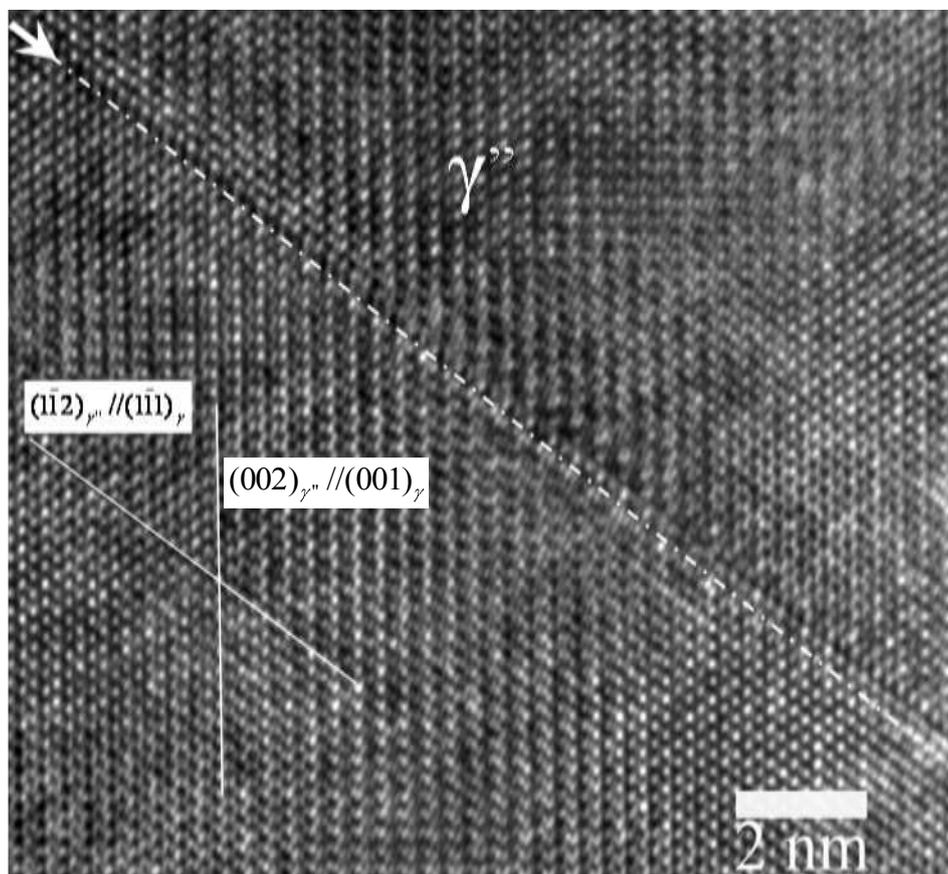
**Figure VI - 2 :** Observation au MET haute résolution d'un précipité  $\gamma''$  présentant un défaut. Ces observations ont été effectuées le long de la direction [101] (Echantillon d'ATD 1000°C/1sec).

Sur cette image de la figure VI-2, nous apercevons que le défaut (montré par des flèches) est apparu au sein du précipité  $\gamma''$  avec un contraste clair. Il est entièrement localisé au sein du précipité. Nous remarquons qu'il s'étend sur deux plans sécants de type  $\{111\}$  et se présente sous forme de V. Pour déterminer le vecteur de Burgers correspondant à ce type de défaut, nous avons réalisé un circuit de Burgers autour du défaut dans le plan  $\overline{1}\overline{1}1$ . Ce circuit de Burgers montre un défaut de fermeture dans le plan  $\overline{1}\overline{1}1$  qui correspond à la projection d'un vecteur de Burgers de type  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$ . L'identification précise du vecteur de Burgers pour chaque dislocation partielle ainsi que la structure des défauts dans les plans compacts nécessiterait des simulations d'images [Sta87] et la comparaison entre les images simulées et expérimentales comme cela a été fait dans différents composés intermétalliques [Hem93]. Ce défaut que nous avons observé montre ainsi qu'une dislocation avec un vecteur de Burgers de type  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$  peut se dissocier en plusieurs dislocations partielles et former une configuration complexe. Le mécanisme par lequel durant la déformation plastique de l'alliage les dislocations matricielles cisailent les précipités et créent des défauts [Sun88, Don94] est très différent du mode de dissociation que nous avons trouvé.

### VI.1.2. Observation des défauts au sein des précipités $\gamma''$ le long de la direction $[1\overline{1}0]$ .

Dans certaines circonstances, l'interprétation directe des images obtenues au MET en haute résolution permet de déterminer le type de défaut. Pour cela, nous avons caractérisé la nature des défauts au sein des précipités de la phase  $\gamma''$  au MET en haute résolution le long de la direction  $[1\overline{1}0]$  (équivalent à  $[1\overline{1}0]$  dans  $\gamma''$ ). Comme dans le paragraphe précédent, les indices des directions dans  $\gamma''$  sont toujours donnés dans la base de la géométrie cubique de  $\gamma$ . Nous avons vu que dans le plan compact (111) de la structure  $D0_{22}$ , toutes les rangées atomiques ne sont pas équivalentes. La moitié des rangées d'atomes est formée de nickel pur et l'autre moitié des rangées est formée de Ni/Nb alternés (figure II-7 (a)). Le schéma de projection des atomes le long de cette direction montre que les contrastes entre les rangées d'atomes ne sont pas identiques (figure II-7 (b)). La figure VI-3 montre l'image que nous avons obtenue au MET en haute résolution le long de la direction de projection  $[1\overline{1}0]$ . Nous avons travaillé sur un échantillon d'ATD (1000°C/sec). Cette figure VI-3 montre clairement l'apparition d'un défaut localisé sur le précipité  $\gamma''$  en haute résolution. Le défaut est montré par une ligne blanche en pointillé et deux flèches. Nous apercevons que ce défaut traverse les

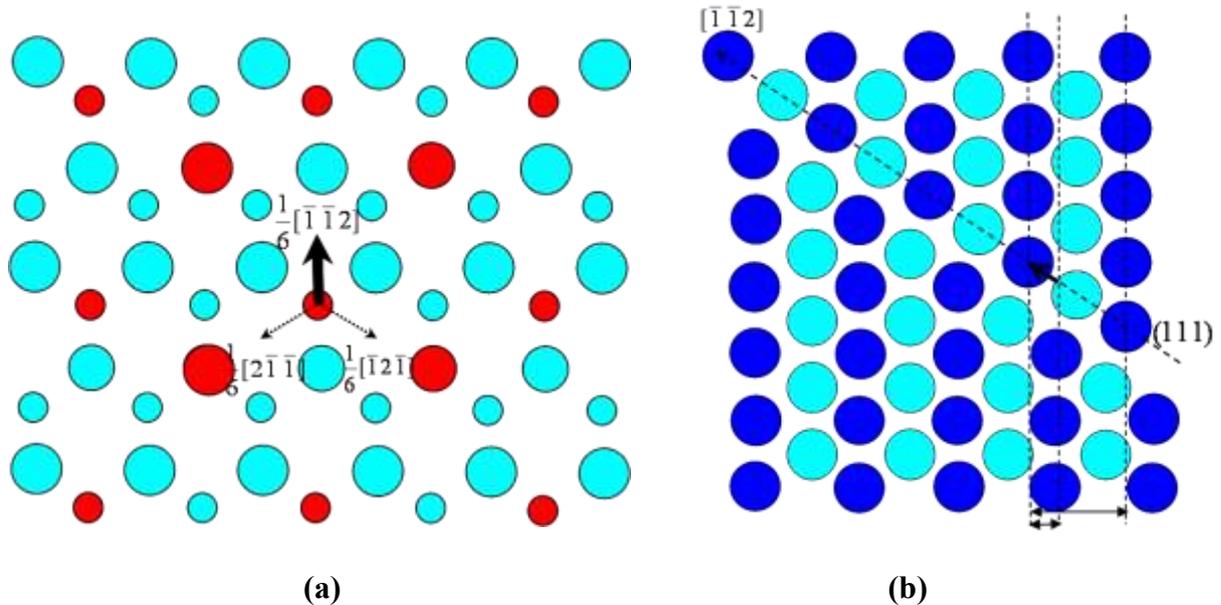
plans compacts (002) du précipité. Les plans de projection de type (002) doivent correspondre à la succession des rangées d'atomes composées de Ni/Nb alternés et des rangées formées de Ni purs comme nous l'avons vu sur la figure II- 7(b). Nous apercevons des changements de contraste spéciaux autour du défaut au niveau des plans de type (002), qui sont similaires à ce que nous avons trouvé dans la littérature (figure II-7 (b)).



**Figure VI - 3** : Observation MET haute résolution d'un précipité  $\gamma''$  présentant un défaut. Ce défaut a été observé le long de la direction de projection  $[1\bar{1}0]$  (Echantillon d'ATD  $1000^{\circ}\text{C}/1\text{sec.}$ ).

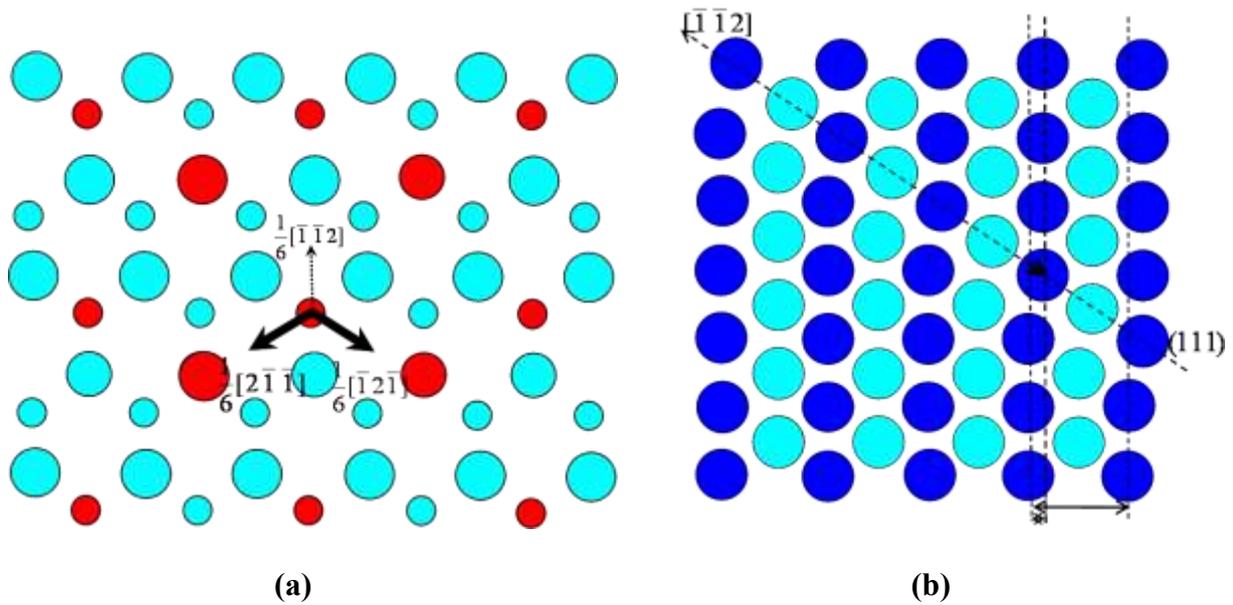
Afin de mieux connaître la nature ou l'origine de ce type de défaut au sein du précipité  $\gamma''$  que nous avons observé le long de la direction  $[1\bar{1}0]$ , nous avons utilisé le modèle d'empilement successif de 2 plans compacts (111) de  $\gamma$ . Ce dernier permet d'apercevoir clairement les trois dislocations partielles ou vecteurs de Burgers possibles (figure VI-4 (a)) qui sont responsables du cisaillement selon les plans de type  $\{111\}$ . Ce cisaillement est observable dans  $\gamma''$  le long de la direction de projection  $[1\bar{1}0]$  des atomes (figure VI-4 (b)). Ainsi, le long de cette direction  $[1\bar{1}0]$ , nous apercevons deux configurations possibles. Nous allons donc les étudier pour trouver celle qui correspond au défaut observé au sein de  $\gamma''$  dans l'image de la figure

VI-3. Le déplacement provoqué par la dislocation partielle  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma''}$ ), montré sur la figure VI-4 (a), implique qu'un atome de niobium qui était logé dans un triangle composé de trois atomes de nickel va déménager dans un autre triangle où il retrouvera trois autres atomes de nickel. Le schéma de projection des atomes correspondant après cisaillement de plans (111) est montré sur la figure VI-4 (b). Ce vecteur de Burgers crée un défaut purement géométrique sans provoquer de défaut chimique.



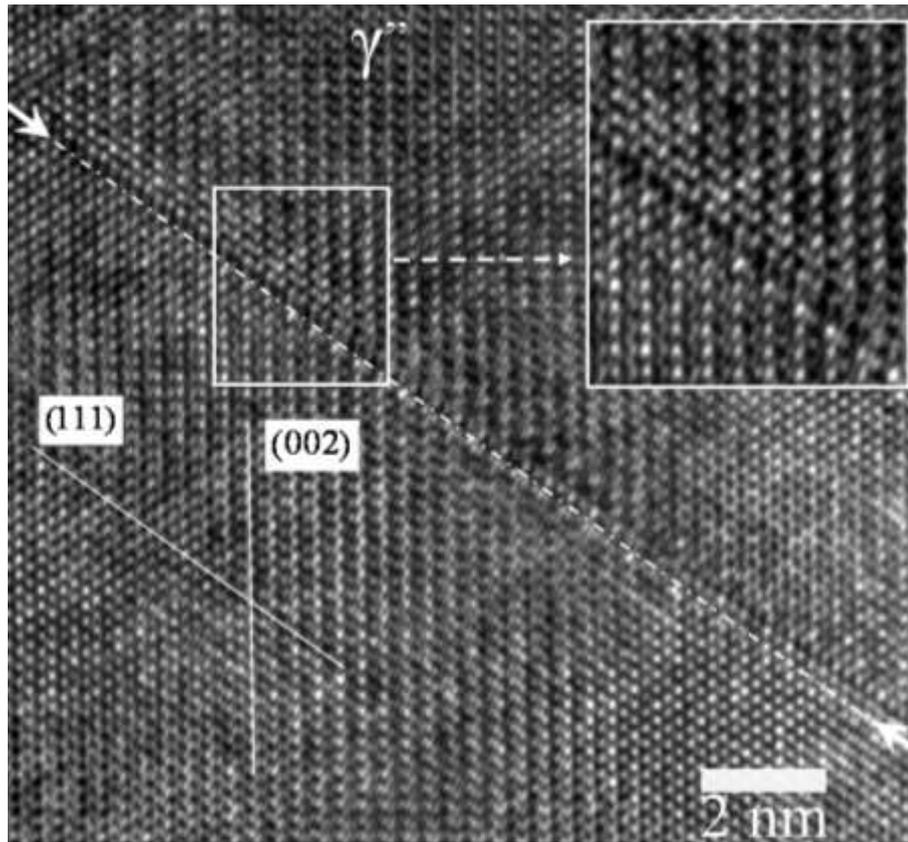
**Figure VI - 4 :** (a) : Empilement successif de 2 plans compacts (111) de  $\gamma$  montrant les trois dislocations partielles ou vecteurs de Burgers possibles. (b) : Modèle de cisaillement vu en projection  $//[1\bar{1}0]$  créé par le vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  montré en (a).

L'autre configuration possible a été étudiée et montrée sur la figure VI-5 (a) et (b). Sur la figure VI-5 (a) nous apercevons que les déplacements créés par les vecteurs de Burgers  $\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$  et  $\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$  (respectivement équivalents à  $\frac{1}{6}[4\bar{2}\bar{1}]_{\gamma''}$  et  $\frac{1}{6}[\bar{2}4\bar{1}]_{\gamma''}$ ) impliquent qu'un atome de niobium qui était logé auparavant dans un triangle composé de 3 atomes de nickel est maintenant transféré dans un autre triangle dans lequel il sera en contact avec deux atomes de nickel et un atome de niobium. Le schéma de projection des atomes vu selon cette direction  $[1\bar{1}0]$  dans cette configuration est montré sur la figure VI-5 (b). Ces vecteurs de Burgers créent donc un défaut géométrique plus un défaut chimique.



**Figure VI - 5 :** (a) : Empilement successif de 2 plans compacts (111) de  $\gamma$  montrant les trois dislocations partielles ou vecteurs de Burgers possibles. (b) : Modèle de cisaillement vu en projection  $// [1\bar{1}0]$  créé par le vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$  ou  $\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$  montré en (a).

Le changement de contraste au voisinage du défaut que nous avons observé au sein du précipité  $\gamma''$  au niveau des plans de type (002) peut ainsi être quantifié et comparé avec les images de la figure VI-4 (b) et VI- 5 (b). Nous avons effectué un agrandissement autour de ce défaut que nous pouvons apercevoir sur la figure VI-6.



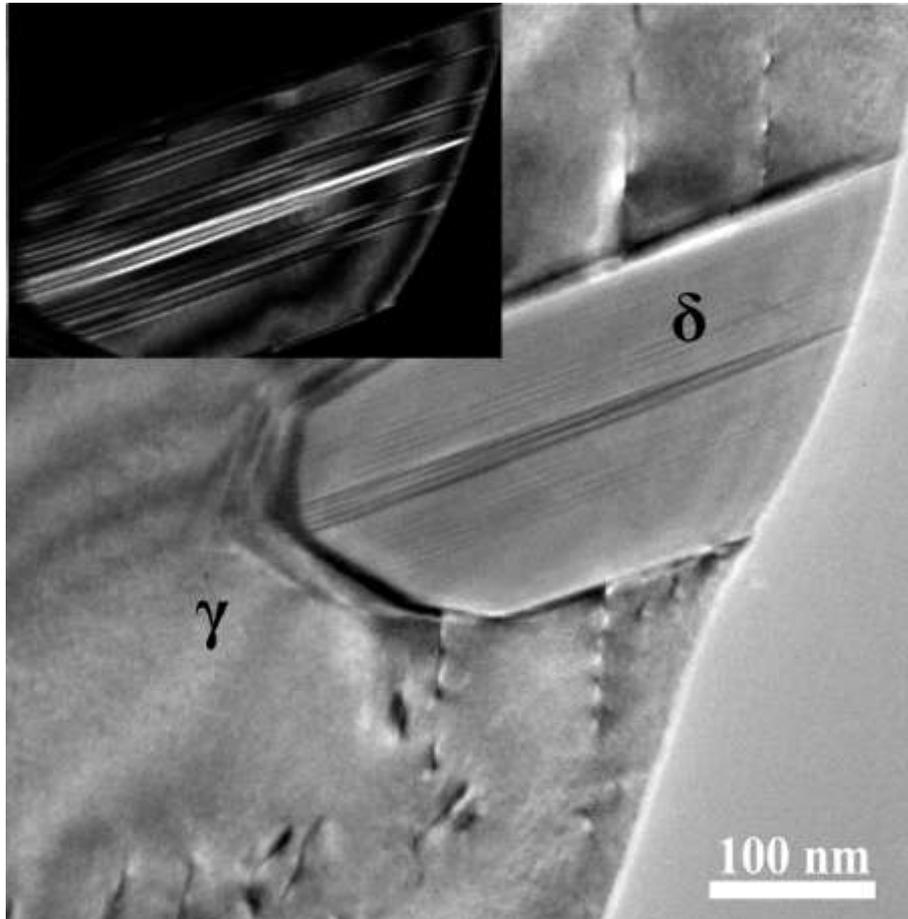
**Figure VI - 6** : Observation d'un défaut dans un précipité  $\gamma''$  au MET en haute résolution. Cette observation a été effectuée le long de la direction  $[1 \bar{1} 0]$  (Echantillon d'ATD  $1000^\circ\text{C}/1\text{sec.}$ ).

Cette image montre clairement que le défaut observé correspond à l'image de la figure VI-4 (b) et non à l'image de la figure VI-5 (b). Le défaut d'empilement observé au sein de ce précipité  $\gamma''$  est survenu après cisaillement de plans compacts (111). Ce cisaillement est provoqué par le déplacement correspondant au vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1} \bar{1} 2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1} \bar{1} 1]_{\gamma''}$ ) c'est à dire un vecteur de Burgers qui crée un défaut d'empilement sans créer de défaut chimique. Ce défaut est synonyme du début de précipitation de la phase  $\delta$ . Comme nous l'avons vu auparavant lors de la littérature [Kir70] et qui a ensuite été confirmé par le résultat expérimental, ce type de défaut reste beaucoup plus probable au sein des précipités  $\gamma''$  que les défauts qui peuvent modifier la nature chimique des premiers voisins.

## VI.2. Caractérisation des défauts au sein des précipités de la phase $\delta$

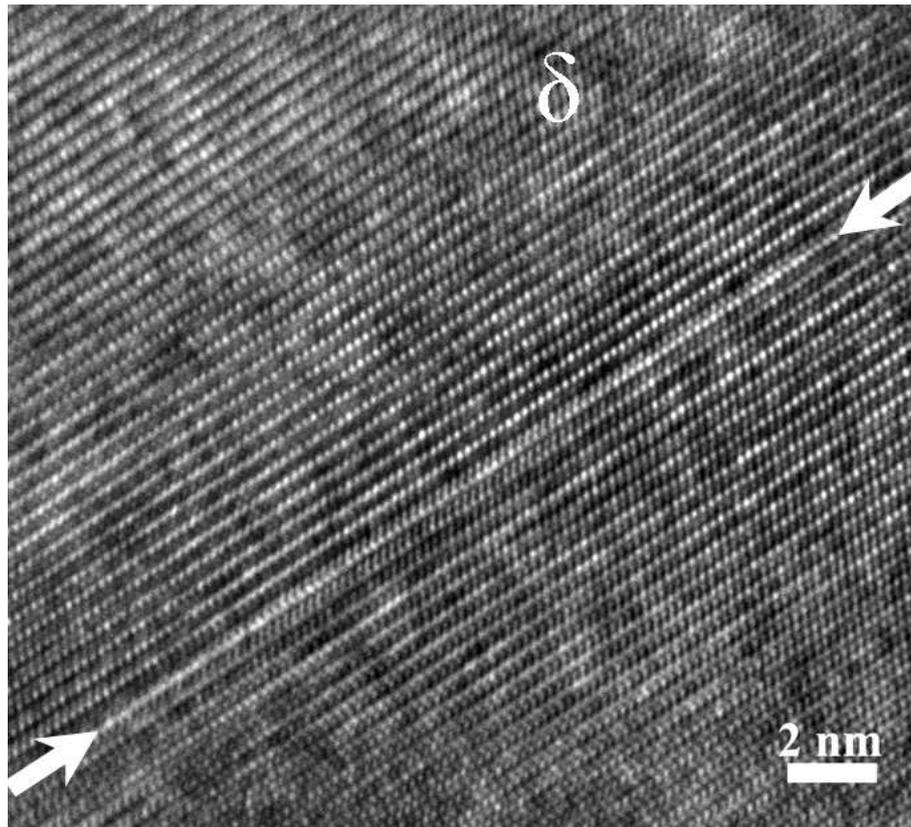
Les observations que nous avons effectuées au MET conventionnel ont révélé la présence des défauts au sein des précipités de la phase  $\delta$ . Nous avons commencé par analyser un échantillon qui a subi un traitement thermique de  $950^\circ\text{C}/0\text{H}$  et une trempe à l'eau après avoir

été mis en solution à 1020°C durant 30 minutes. La figure VI-7 montre l'image que nous avons obtenue au MET conventionnel. Les lignes qui apparaissent au sein du précipité de la phase  $\delta$  semblent correspondre à des franges créées par des défauts d'empilement de la structure orthorhombique. Ces franges sont plus clairement visibles sur l'image en champ sombre présentée en encart sur la figure VI-7.



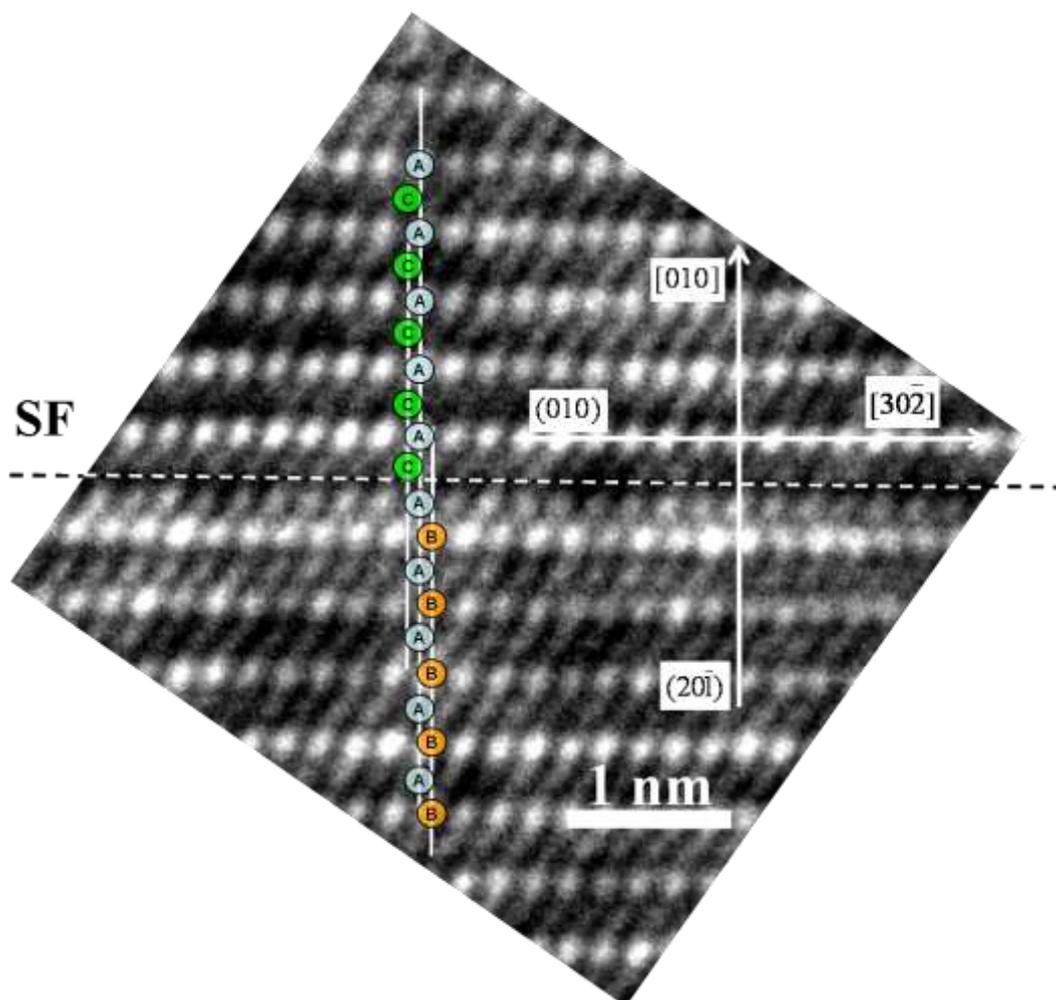
**Figure VI - 7** : Observation MET en champ clair (insert : même zone en champ sombre près d'un axe de zone  $\langle 110 \rangle_{\gamma}$ ) d'un précipité  $\delta$  présentant des défauts avec des contrastes spéciaux. Echantillon qui a subi un traitement thermique de 950°C/0H et une trempe à l'eau après avoir été mis en solution à 1020°C durant 30 minutes.

Cependant, de telles observations ne nous permettent pas de connaître la nature, la morphologie ou l'origine exacte de ces défauts. Pour cela, nous avons choisi d'aller effectuer des observations au MET en haute résolution. Les défauts que nous avons observés dans les mêmes conditions au sein de  $\delta$  sur la figure VI-7 au MET en haute résolution ont permis de regarder de plus près les contrastes spéciaux observés précédemment. La figure VI-8 montre l'image que nous avons obtenue, elle correspond à une projection selon la direction  $[102]_{\delta}$  pour laquelle toutes les rangées atomiques sont équivalentes (figure II-2 (d)).



**Figure VI - 8** : Observation d'un défaut au sein de la phase  $\delta$  au MET en haute résolution. Echantillon qui a subi un traitement thermique de 950°C/0H et une trempe à l'eau après avoir été mis en solution à 1020°C durant 30 minutes

Le défaut que nous avons observé au sein du précipité  $\delta$  est montré par des flèches blanches sur la figure VI-8. Il apparait comme un cisaillement de plans compacts (010) dans  $\delta$ . Pour caractériser ce défaut, nous avons effectué un agrandissement autour de ce celui ci, l'image obtenue est présentée sur la figure VI-9. Nous apercevons d'abord clairement l'empilement de plans atomiques de type ABABAB... caractéristique de la phase  $\delta$ . Le cisaillement s'est produit selon la direction  $[30\bar{2}]$  du plan (010) de  $\delta$ . Ce défaut (noté SF sur la figure VI-9) correspond au déplacement provoqué par le vecteur de Burgers  $\frac{1}{2}[30\bar{2}]_{\delta}$  (vecteur équivalent à une partielle de Schockley pour une structure CFC).



**Figure VI - 9** : Observation d'un défaut au sein de la phase  $\delta$  au MET en haute résolution. Echantillon qui a subi un traitement thermique de 950°C/0H et une trempe à l'eau après avoir été mis en solution à 1020°C durant 30 minutes.

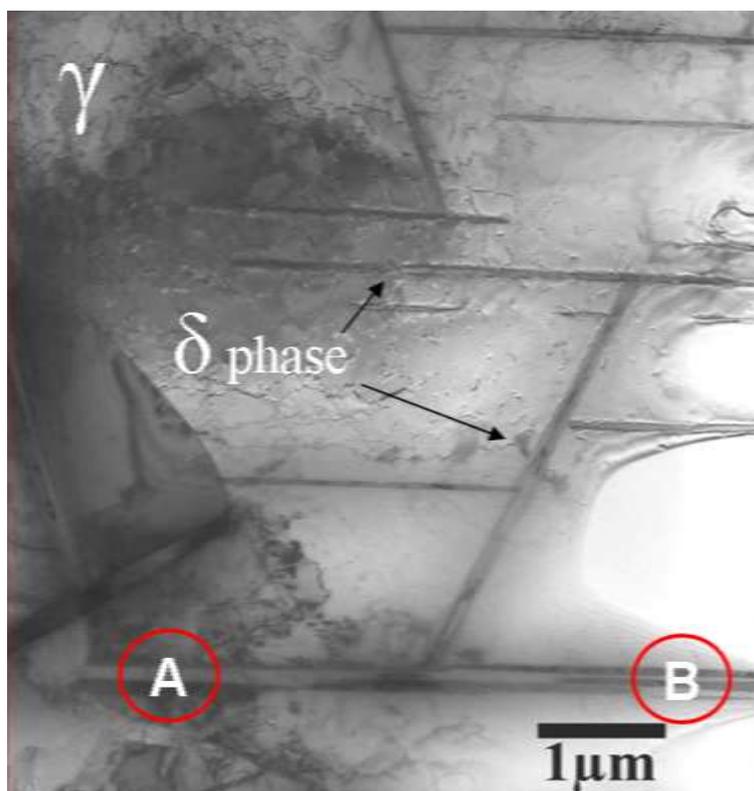
### VI.2.1. Différents variants de la phase $\delta$ ( $\delta_1$ et $\delta_2$ )

Les observations que nous avons réalisées au MET conventionnel en diffraction ou au MET haute résolution, sur des précipités de la phase  $\delta$  aciculaire comme globulaire, ont permis d'identifier des variants différents de la phase  $\delta$  au sein d'une même lamelle ou d'un globule. Nous allons donc commencer par présenter les variants de  $\delta$  en diffraction qui sont observés au MET conventionnel, avant de les présenter de nouveau et de les caractériser par MET en haute résolution.

#### *VI.2.1.1. Observations par microscopie électronique en transmission conventionnelle*

Les observations que nous avons effectuées, au MET conventionnel (JEOL-2010) d'abord sur des lamelles de la phase  $\delta$ , ont permis d'observer en diffraction deux variants différents au

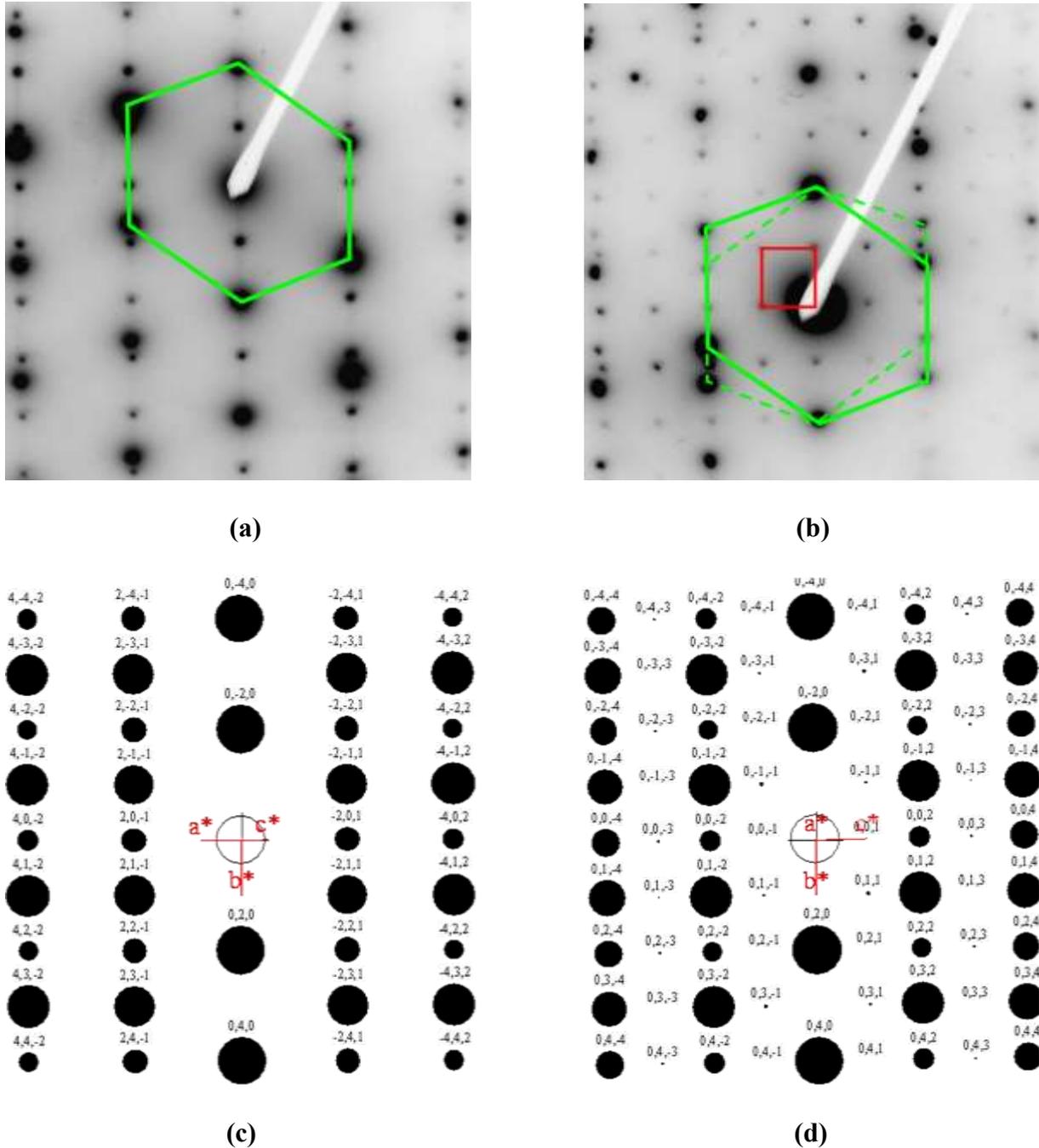
sein d'une même lamelle. Nous avons travaillé sur un échantillon à l'état de réception qui a subi un traitement thermique de 900°C pendant 10 heures et une trempe à l'eau. La figure VI-10 montre la micrographie obtenue en champ clair des précipités de la phase  $\delta$  de l'échantillon. Elle montre que ces précipités apparaissent dans la matrice  $\gamma$  sous forme d'ensembles de lamelles alignées entre elles.



**Figure VI - 10** : Image MET obtenue en champ clair sur un échantillon de l'état de réception qui a subi un traitement thermique de 900°C pendant 10 heures et une trempe à l'eau.

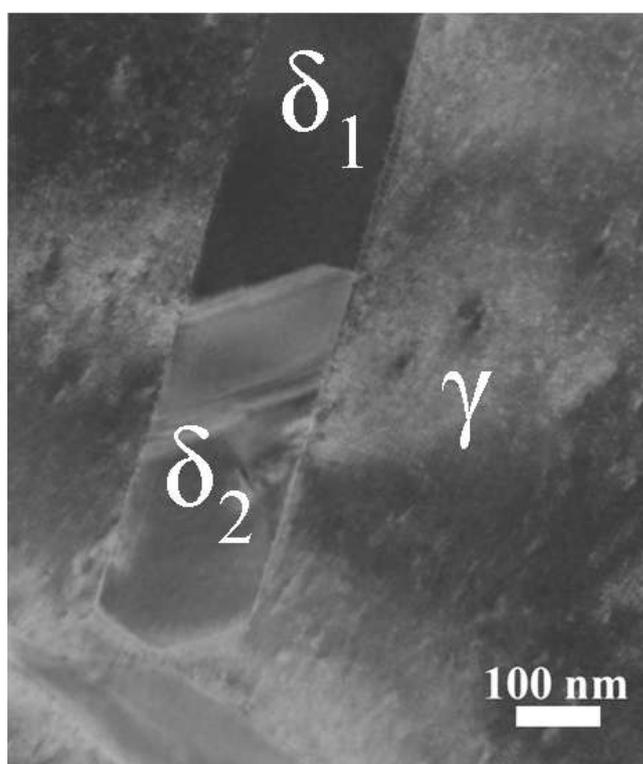
Nous avons d'abord commencé par trouver un axe de zone du type  $\langle 110 \rangle$  dans ce grain  $\gamma$  montré sur cette figure. Nous avons ensuite réalisé de la diffraction avec cet axe de zone en sélectionnant les deux zones nommées A et B montrées sur cette image au sein d'une même lamelle de  $\delta$ . La figure VI-11 (a) et (b) montre les images des deux clichés de diffraction que nous avons obtenus respectivement en A et en B. Ces deux clichés de diffraction expérimentaux montrent deux variants de  $\delta$  différents au sein de la même lamelle. Les simulations que nous avons réalisées avec le programme CaRIne cristallographie [Car89-09] ont montré que les clichés de diffraction expérimentaux des figures VI-11 (a) et (b)) sont comparables aux clichés de diffraction calculés des figures VI-11 (c) et (d) respectivement. Les clichés de diffraction expérimentaux observés (figure VI-11 (a) et (b)) correspondent

donc aux axes de zone respectifs  $[102]_\delta$  et  $[100]_\delta$  de la phase  $\delta$ , superposé à l'axe de zone  $[110]_\gamma$ . Notons que le cliché expérimental de la figure VI-11 (b) correspond à la superposition d'un cliché de la phase  $\delta$  selon  $[100]_\delta$  sur la matrice  $\gamma$  selon un axe de zone  $\langle 110 \rangle_\gamma$  ainsi qu'une macle  $\gamma$ .



**Figure VI - 11** : (a) et (b) sont les clichés de diffraction expérimentaux obtenus au MET en sélectionnant respectivement les zones nommées A et B montrées sur l'image de la figure VI-10. (c) et (d) sont les simulations obtenues avec le logiciel CaRIne [CaR89-09] de la diffraction de la phase  $\delta$  le long des axes de zone  $[102]_\delta$  et  $[100]_\delta$ . Sur les figures a et b, les taches de diffraction de  $\gamma$  sont marquées par les hexagones superposés aux clichés (pointillés pour la macle).

Ces deux variants de la phase  $\delta$  que nous avons trouvés au sein d'une même lamelle au MET en diffraction seront nommés par la suite  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . Nous avons vérifié que ces deux variants de la phase  $\delta$  sont observables si les précipités de la phase  $\delta$  sont de forme globulaire. Pour cela, nous avons choisi d'analyser au MET un échantillon contenant des précipités de la phase  $\delta$  globulaire. C'est un échantillon qui a subi un traitement thermique de 950°C/1h et une trempe à l'eau après avoir été mis en solution à une température de 1020°C pendant 30 minutes auparavant. La figure VI-12 montre la micrographie que nous avons obtenue au MET en champ clair avec l'axe de zone de type  $\langle 110 \rangle$  de  $\gamma$ . Les clichés de diffraction que nous avons réalisés au sein du précipité  $\delta$  globulaire en sélectionnant une partie de la matrice  $\gamma$  et les zones nommées  $\delta_1$  et  $\delta_2$  ont permis de trouver les axes de zone respectifs  $[102]$  et  $[100]$  de  $\delta$ . Ce résultat montre bien que la présence des différents variants dans  $\delta$  est indépendante de la morphologie aciculaire ou globulaire.



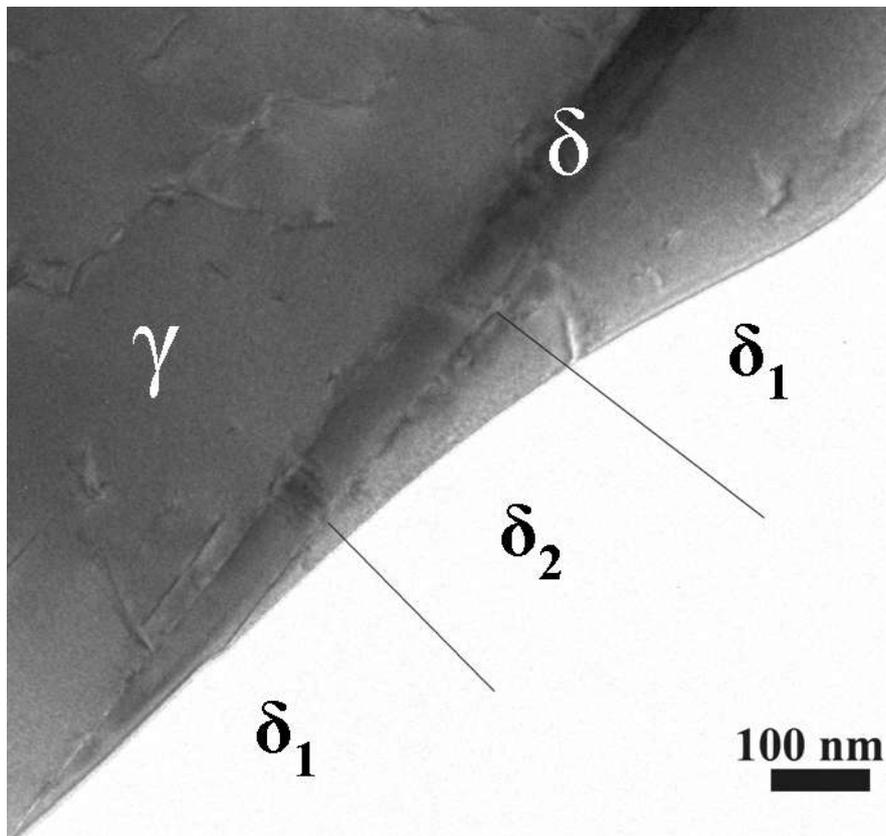
**Figure VI- 12** : Micrographie en champ clair montrant un précipité de la phase  $\delta$  globulaire observé au MET sur un échantillon qui a subi un traitement thermique de 950°C/1h et une trempe à l'eau après avoir été mis en solution à une température de 1020°C pendant 30 minutes auparavant.

Pour avoir une idée plus précise de la nature et de la morphologie de ces deux variants observés au MET conventionnel en diffraction au sein des précipités de la phase  $\delta$  aciculaire

ou globulaire, nous avons décidé d'effectuer des observations au MET en haute résolution afin de voir l'organisation ou la disposition des atomes au sein des deux variants que nous avons nommés  $\delta_1$  et  $\delta_2$ .

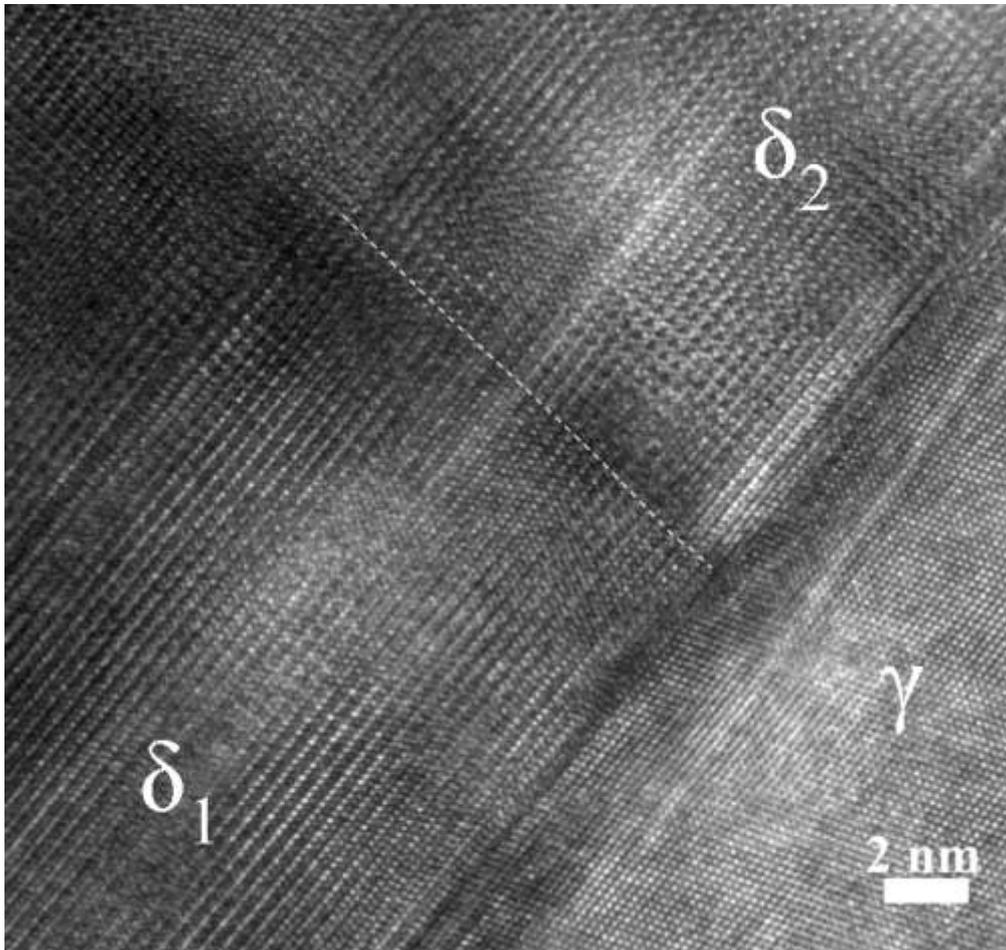
### *VI.2.1.2. Observations par microscopie électronique en transmission haute résolution*

Après avoir observé deux variants de la phase  $\delta$  différents au sein d'une même lamelle ou d'un même globule de la phase  $\delta$  au MET conventionnel en diffraction avec l'axe de zone  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ , nous avons décidé d'effectuer des analyses sur des lamelles de  $\delta$  au MET en haute résolution dans les mêmes conditions. L'échantillon sur lequel nous avons travaillé est un échantillon qui a subi un traitement thermique de 960°C pendant 3 heures et une trempe à l'eau. La figure VI-13 montre l'image en champ clair que nous avons obtenue.



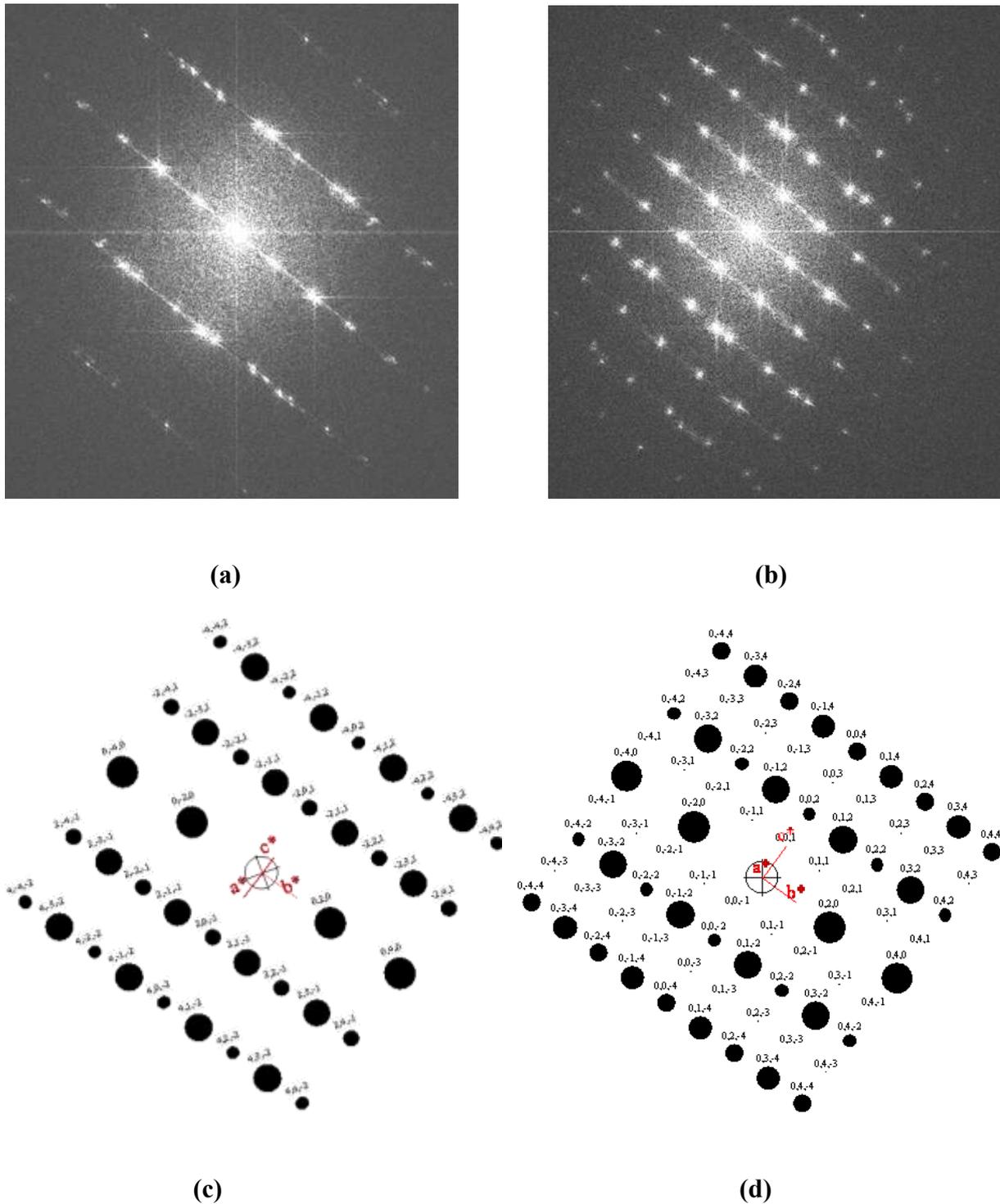
**Figure VI - 13** : Image en champ clair d'une lamelle de  $\delta$  observée au MET sur un échantillon qui a subi un traitement thermique de 960°C pendant 3 heures et une trempe à l'eau.

Cette lamelle de  $\delta$  qui est montrée sur cette image a été visualisée au MET en haute résolution. La figure VI-14 montre l'image que nous avons obtenue. Cette image a été observée le long de la direction de projection de type  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ .



**Figure VI - 14** : Image d'une lamelle de  $\delta$  observée au MET en haute résolution au sein d'un échantillon qui a subi un traitement thermique de 960°C pendant 3 heures et une trempe à l'eau.

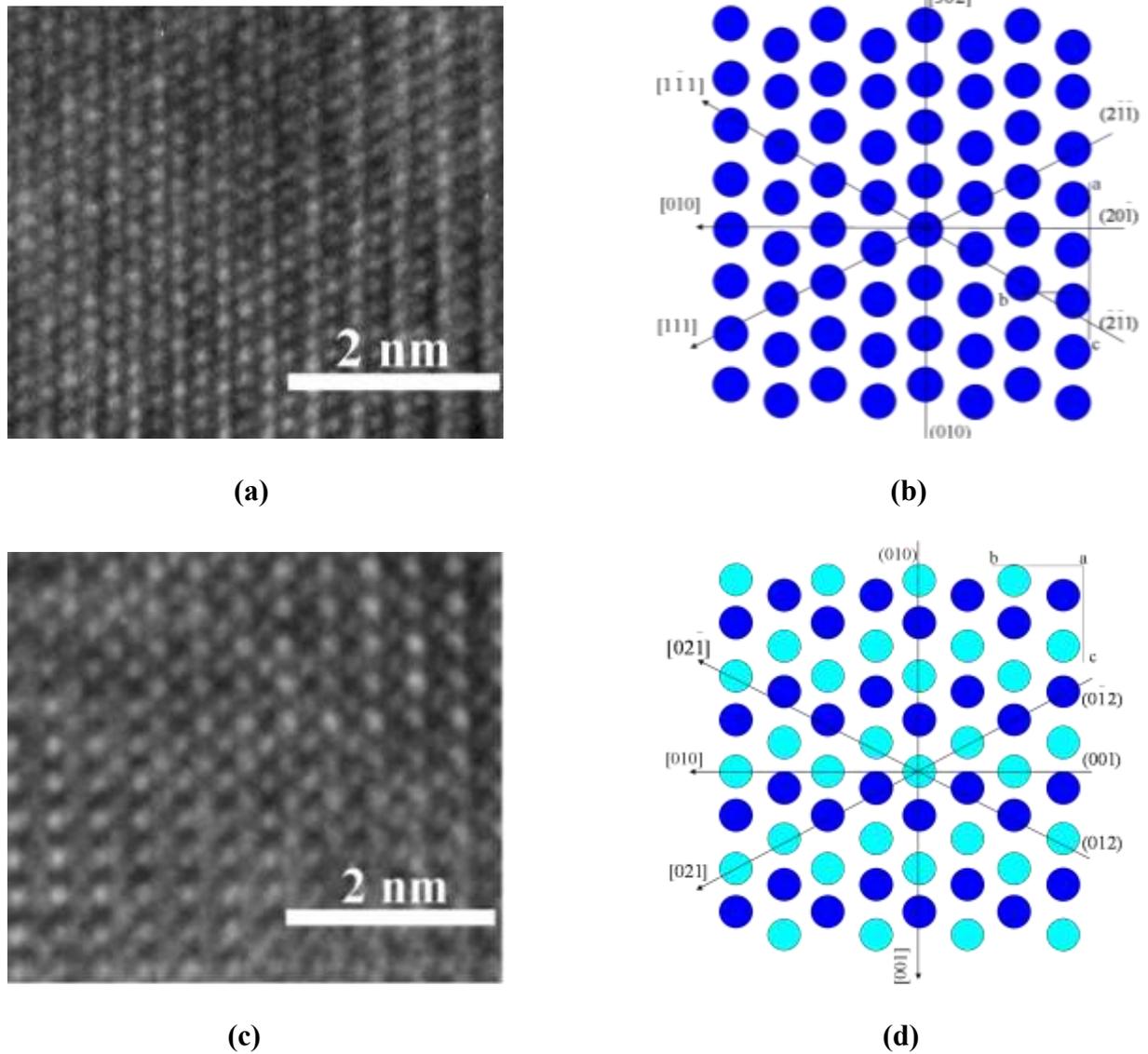
Sur cette image, nous notons les deux variants différents de  $\delta$  en haute résolution que nous avons nommés  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . Par la suite, nous avons réalisé des transformées de Fourier au niveau de  $\delta_1$  et de  $\delta_2$  (la figure VI-15), et nous avons montré qu'ils correspondent à des axes de zone respectifs  $[102]$  et  $[100]$  de la phase  $\delta$ . Ces axes de zone de  $\delta$  correspondent donc à ce que nous avons observé auparavant au MET conventionnel en diffraction.



**Figure VI-15** : (a) et (b) sont les images des transformés de Fourier réalisées respectivement sur  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . (c) et (d) sont les simulations des axes de zone  $[102]$  et  $[100]$  de  $\delta$  obtenues avec le programme Carine Cristallographie [CaR89-09].

Nous présentons sur la figure VI-16 le détail des images en HRTEM des deux variants  $\delta_1$  et  $\delta_2$  avec le schéma correspondant à la projection des colonnes atomiques. Ces observations indiquent qu'au sein d'un même précipité de la phase  $\delta$ , la direction  $[100]_\delta$  peut adopter

différentes orientations. La coexistence entre ces différents variants crée des interfaces, des défauts d'ordre chimiques, de type APB (Anti Phase Boundary). Contrairement aux APB couramment observées où le défaut correspond à un vecteur de translation, comme par exemple dans FeAl (voir Martinez [Mar06]), les interfaces observées dans notre étude correspondent à un défaut de type rotation. Ce type de défaut a été observé en METHR le long de l'axe de zone  $[010]_{\delta}$  par Zhang et al. [Zha86b]. Ces auteurs ont analysé ces défauts comme des macles de rotation avec un angle de rotation de  $2\pi/3$ . Ils ont observé des joints de macles semi-cohérents, le long de la direction d'observation  $[010]_{\delta}$ , alors que nous montrons une très bonne cohérence des plans  $(010)_{\delta}$  entre les variants  $\delta_1$  et  $\delta_2$  (voir figure VI-14). Le lien possible entre ces défauts et la germination de  $\delta$  sur des variants différents de  $\gamma''$  sera discuté au chapitre VII.



**Figure VI - 16** : (a) et (b) sont les images MET haute résolution respectives des variants nommés  $\delta_1$  et  $\delta_2$  (c) et (d) les modèles de projection correspondant des atomes le long de la direction  $[102]$  et  $[100]$  dans la structure  $D0_a$  de la phase  $\delta$ .

### VI.3. Défauts d'interface entre $\gamma$ et $\delta$

#### VI.3.1. Désaccord paramétrique (misfit) et dislocation d'interface entre $\gamma$ et $\delta$

Sur les images que nous avons obtenues au MET en haute résolution montrant la cohabitation entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\delta$ , nous avons réalisé des mesures de désaccord paramétrique (misfit) entre ces deux phases. Elles ont été réalisées sur les deux variants  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . Ces mesures ont été effectuées à l'aide de la transformée de Fourier des images HRTEM (fonction FFT de ImageJ). Nous présentons sur la figure VI-17 un exemple d'une telle mesure. Au sein de l'image en HRTEM de figure VI-17 (a), nous avons sélectionné deux zones de taille

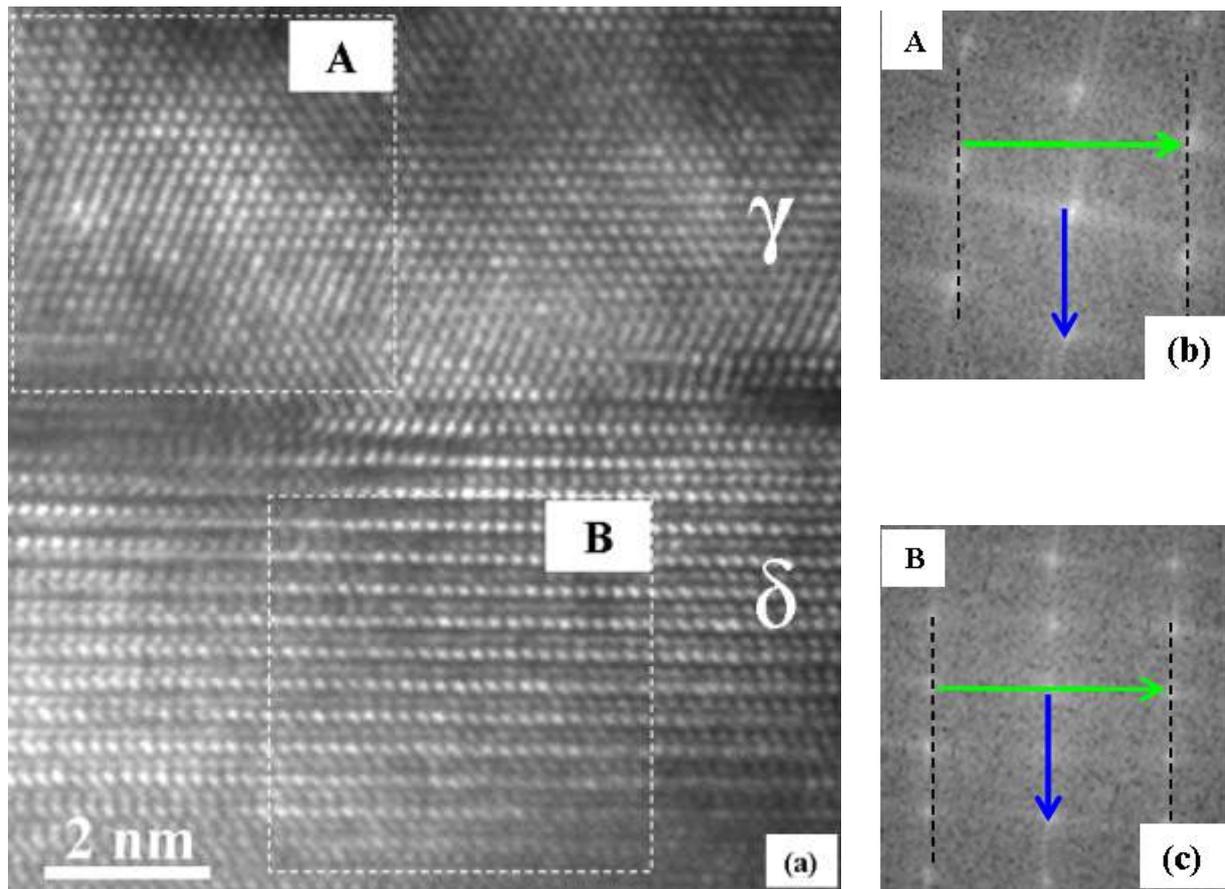
identique correspondant aux phases  $\gamma$  et  $\delta$ . Les transformées de Fourier (FFT) des zones sélectionnées sont présentées sur les figures VI-17 (b) et (c) respectivement. Les maxima de ces FFT sont analogues aux taches de diffraction obtenue ne MET, la distance à l'origine de chacune de ces taches est donc inversement proportionnelle à la distance interréticulaire de la famille de plan concernée. Ainsi les flèches bleues dessinées sur figures VI-17 (b) et (c) correspondent respectivement aux distances mesurées  $G_{111}^{\gamma}$  et  $G_{020}^{\delta}$ . On en déduit donc le désaccord paramétrique le long de la direction  $\mathbf{b}_{\delta}$  :

$$\delta_b = \frac{G_{020}^{\delta} - G_{111}^{\gamma}}{G_{020}^{\delta}} = \frac{d_{111}^{\gamma} - d_{020}^{\delta}}{d_{111}^{\gamma}}$$

En effectuant le même type de mesure selon une direction orthogonale à  $[010]_{\delta} // [111]_{\gamma}$ , on obtient le désaccord paramétrique selon la direction  $[112]_{\gamma}$ , qui correspond à la direction  $[302]_{\delta}$  ou  $[001]_{\delta}$  selon que l'image est réalisée selon une orientation  $\delta_1$  ou  $\delta_2$  :

$$\delta_c = \frac{d_{112}^{\gamma} - d_{002}^{\delta}}{d_{112}^{\gamma}} \quad \text{et} \quad \delta_{ac} = \frac{d_{112}^{\gamma} - d_{302}^{\delta}}{d_{112}^{\gamma}}$$

Les résultats que nous avons obtenus sont présentés au tableau VI-1 (trois mesures indiquant un désaccord fortement positif pour  $\delta_b$  ont été jugées aberrantes et ont été écartées). Nous voyons donc que ces mesures indiquent une contraction de la maille de la phase  $\delta$  selon la direction  $\mathbf{b}_{\delta}$ . Une contraction un peu plus faible selon la direction  $\mathbf{c}_{\delta}$  et enfin une légère dilatation selon  $\mathbf{a}_{\delta}$ . A noter que ces résultats sont quelque peu différents de ceux obtenus par diffraction des rayons X et présentés au paragraphe II.2.2. Les valeurs de misfit que nous avons obtenues seront ainsi discutées au chapitre VII.



**Figure VI-17** : (a) : Image haute résolution (échantillon 950°C/10heures). (b) et (c) sont les transformés de Fourier correspondant à  $\gamma$  et  $\delta$  respectivement.

Traitement Thermique	Variant $\delta_1^{102}$	Variant $\delta_2^{100}$	Valeurs de désaccord paramétrique		
			$\delta_b$	$\delta_c$	$\delta_{ac}$
900°C/10h.		x	-1,6	-3,31	
950°C/10h.	x		-3,45		0,67
950°C/10h.	x		-3,13		0,87
960°C/3h.	x		-3,48		-0,31
960°C/3h.		x	0,25	-2,55	
960°C/3h.		x	-3,53	0,08	
960°C/3h.		x	-3,56	-0,19	
1000°C/1sec.	x		-1,85		-0,06
1000°C/1sec.	x		-1,97		0,95
1000°C/1sec.	x		-1,01		0,58
1000°C/1sec.		x	-2,31	-0,96	
1000°C/1sec.		x	-1,34	-1,34	
<b>Valeurs moyennes (%)</b>			<b>-2,25</b>	<b>-1,38</b>	<b>0,45</b>
<b>Ecart type</b>			<b>1,22</b>	<b>1,33</b>	<b>0,52</b>

**Tableau VI - 1** : Valeurs de désaccord paramétrique expérimentales mesurées sur les images MET haute résolution des échantillons avec des traitements thermiques différents.

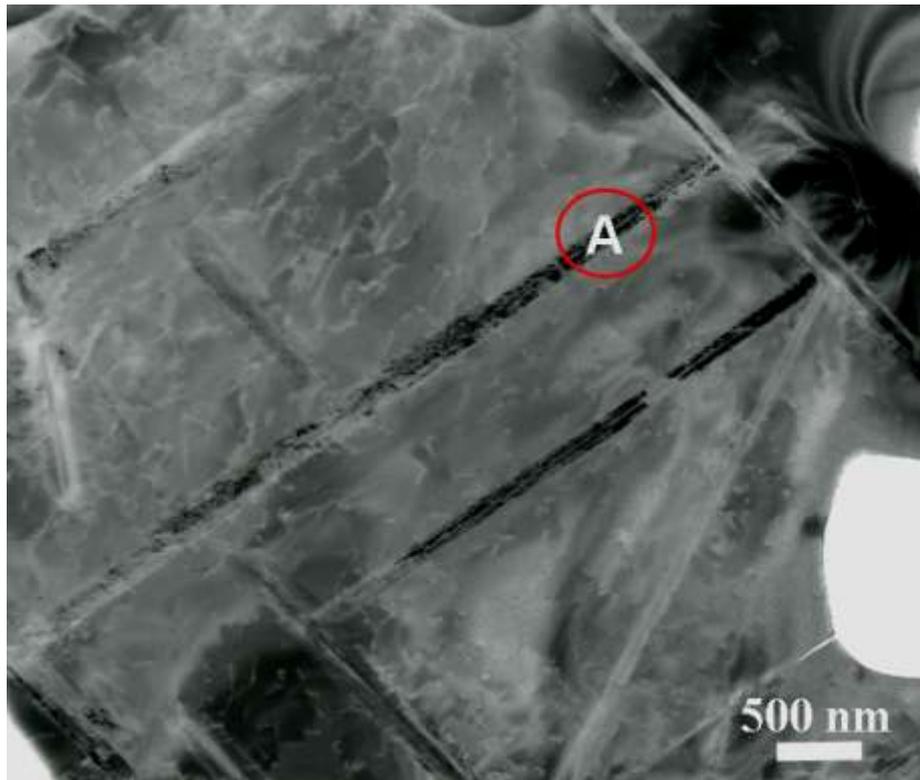
### VI.3.2. Superposition des phases

#### VI.3.2.1. Rappel sur les phases $\gamma$ , $\gamma''$ et $\delta$ .

Avant d'exposer les problèmes d'identification que nous avons montrés lors des observations MET, entre les structures  $\gamma''$  et  $\delta$ , rappelons tout d'abord que la transformation  $\gamma \rightarrow \gamma''$  s'accompagne d'une mise en ordre chimique, tandis que  $\gamma'' \rightarrow \delta$  est une transformation purement géométrique.

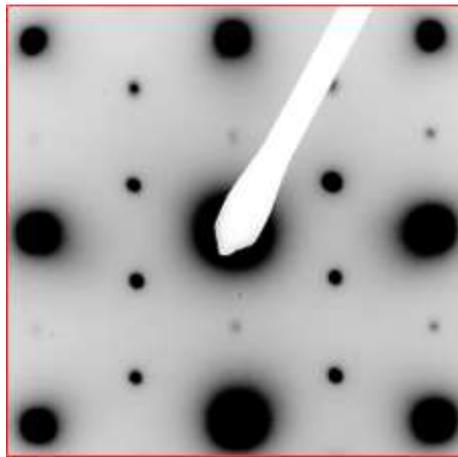
#### VI.3.2.2. Observations des similitudes des phases $\gamma''$ et $\delta$

Les phases  $\gamma''$  et  $\delta$  ont été observées au MET conventionnel à l'aide des clichés de diffraction. Nous avons d'abord travaillé sur un échantillon à l'état de réception qui a subi un traitement thermique de 900°C/10h. La figure VI-18 montre la micrographie que nous avons obtenue au MET conventionnel en champ clair.

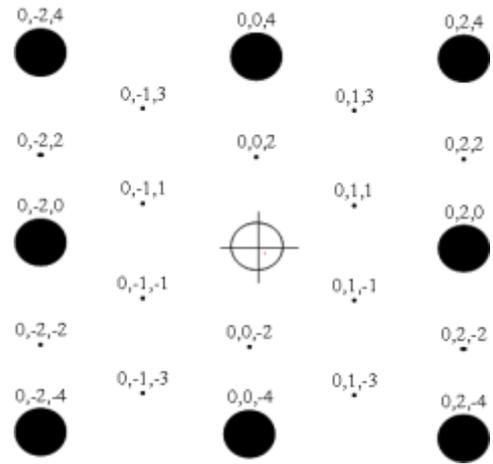


**Figure VI - 18** : Micrographie en champ clair d'un échantillon (TT.900°C/10h) observé au MET conventionnel.

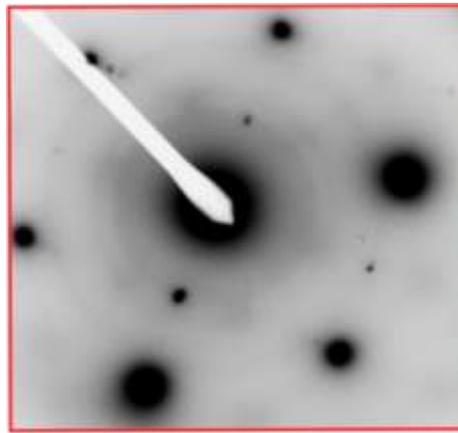
Cette micrographie montre une précipitation de la phase  $\delta$  aciculaire. Nous avons réalisé des clichés de diffraction en orientant la matrice  $\gamma$  selon les axes de zone  $[100]$  et  $[111]$ . Le diaphragme de sélection d'aire a été positionné comme indiqué sur la micrographie de la figure VI-18. Les clichés de diffraction expérimentaux obtenus sont montrés sur la figure VI-19 (a) et (c). Ces clichés expérimentaux ne correspondent pas à ce qui est attendu si l'on superpose les diffractions de  $\gamma$  et  $\delta$ . En effet d'après les relations d'épitaxie existant entre  $\gamma$  et  $\delta$ , la direction  $[100]_{\gamma}$  n'est pas parallèle à un axe de zone de  $\delta$ , mais à une direction voisine de  $[\bar{3}32]_{\delta}$ . Le cliché de diffraction expérimental obtenu en orientant la matrice  $\gamma$  en axe de zone  $[100]$  (figure VI-19 (a)) est comparable à celui que l'on obtient en simulant une coupe de diffraction en axe de zone  $[100]$  de  $\gamma''$  à l'aide du logiciel CaRIne Cristallographie. De la même manière, pour une orientation de la matrice  $\gamma$  en axe de zone  $[111]$ , le cliché de diffraction expérimental est comparable à la coupe de diffraction simulée de  $\gamma''$  en axe de zone  $[221]$  (figure VI-19 (d)).



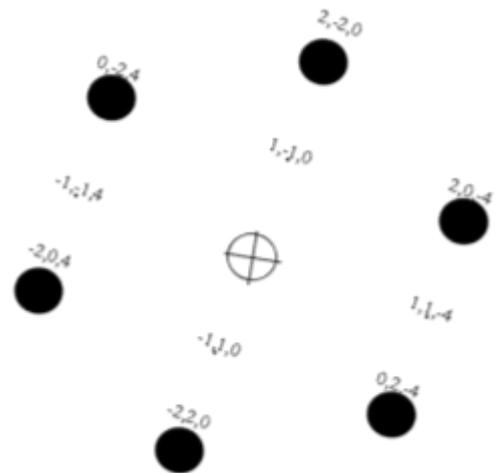
(a)



(b)



(c)

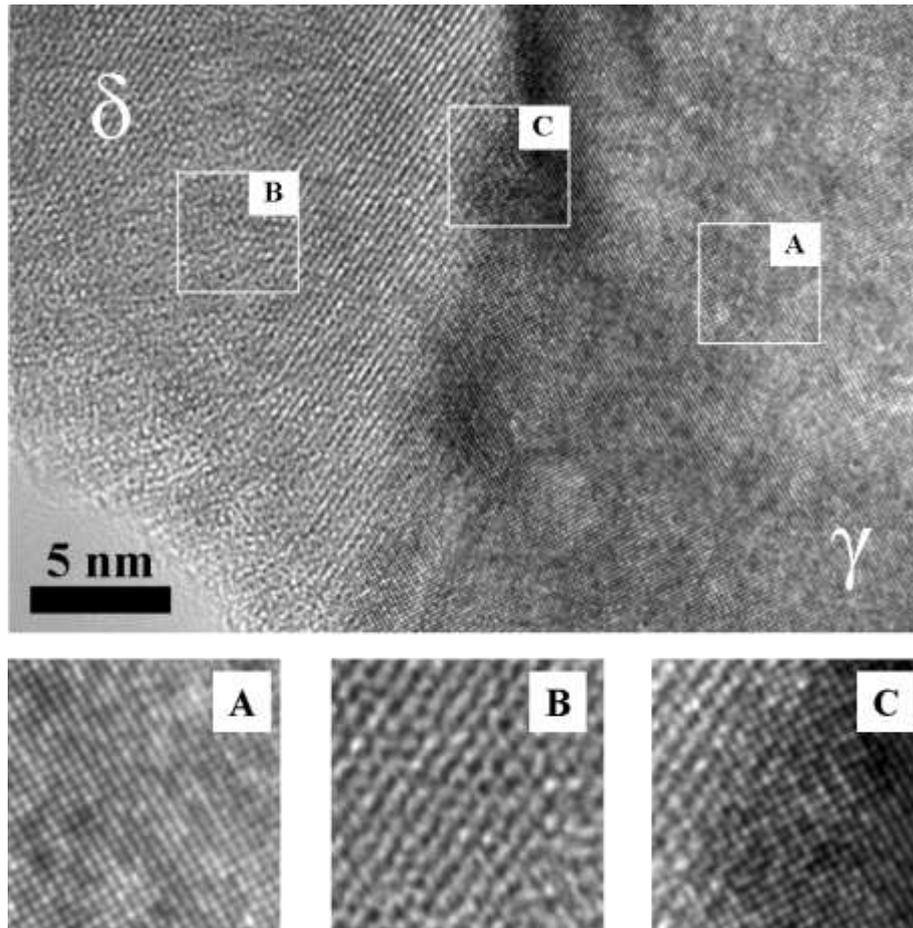


(d)

**Figure VI - 19** : (a) et (c) sont les clichés de diffraction expérimentaux réalisés respectivement avec les axes de zones [100] et [111] de la phase  $\gamma$  en sélectionnant la zone nommée A qui est montrée sur la figure VI-18. (b) et (d) sont les simulations à l'aide du logiciel CaRIne Cristallographie [CaR89-09] des clichés de  $\gamma$  et  $\gamma''$  superposés.

Le fait d'indexer les clichés de diffraction avec  $\gamma''$  nous paraît surprenant pour deux raisons. La première est que la diffraction est bien réalisée en sélectionnant  $\gamma$  et une lamelle de  $\delta$  et non pas  $\gamma$  et  $\gamma''$ . La seconde est que les précipités  $\gamma''$  ne devraient pas être présents étant donné le traitement de vieillissement subi par notre éprouvette soit 900°C pendant 10 h.

Pour lever cette ambiguïté, nous avons réalisé des observations MET haute résolution sur un échantillon ayant subi un traitement thermique de 3 heures à 960°C, la micrographie obtenue est présentée sur la figure VI-20. Cette image a été visualisée avec une orientation de la matrice  $\gamma$  en axe de zone [100].

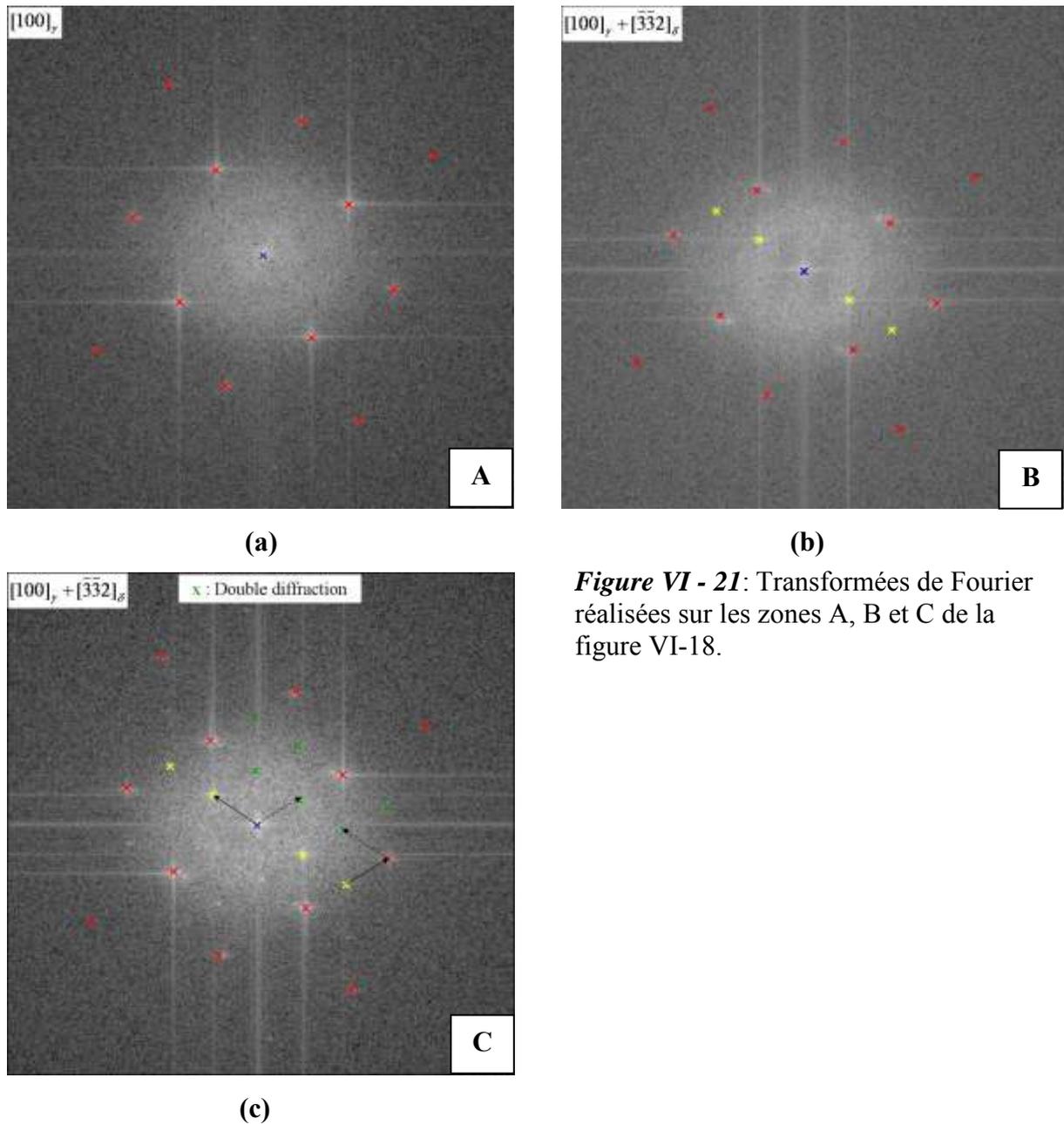


**Figure VI - 20** : Image de l'interface précipité/ $\gamma$  observée au MET en haute résolution selon l'axe de zone de type  $\langle 100 \rangle$  de la matrice  $\gamma$  (Echantillon  $960^\circ\text{C}/3\text{h}$ ).

Cette micrographie, réalisée à l'interface d'une lamelle de la phase  $\delta$  et de la matrice  $\gamma$ , montre trois zones présentant des contrastes différents. A droite de l'image, dans la zone A, on voit un arrangement carré de taches blanches. Ce contraste correspond à la projection le long de la direction  $[100]_\gamma$  des colonnes atomiques de la phase  $\gamma$ . A gauche de l'image, zone B, on distingue une famille de lignes brillantes parallèles mais le contraste global ne montre pas de périodicité bidimensionnelle. Ceci est en accord avec la phase  $\delta$  projetée selon une direction ne correspondant pas à un axe de zone. Au centre de l'image entre  $\gamma$  et  $\delta$ , dans la zone C, on observe un contraste de tache périodique, qui pourrait correspondre à la projection de la structure  $\gamma''$  le long de la direction  $[100]$ . Le fait de rencontrer une telle structure est encore étonnant, car le traitement thermique ( $960^\circ\text{C}/3\text{h}$ ) ne devrait pas laisser de trace de la phase  $\gamma''$  dans l'alliage. D'une part, cette température de vieillissement ( $960^\circ\text{C}$ ) se situe au dessus du solvus de la phase  $\gamma''$  (environ  $930^\circ\text{C}$ ) et d'autre part le temps de maintien pendant 3 heures devrait être suffisant pour que la transformation de  $\gamma''$  en  $\delta$  soit complète.

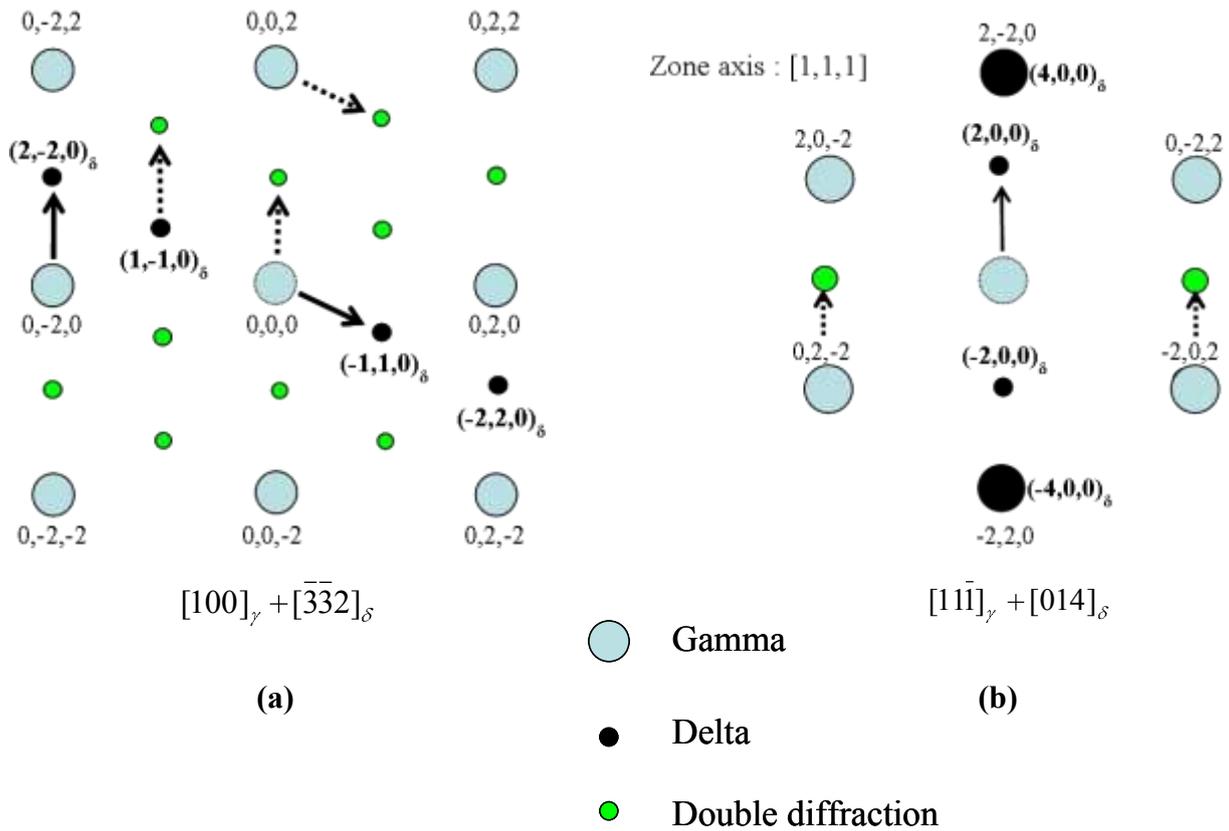
Nous avons alors réalisé des transformées de Fourier sur les zones A, B et C de l'image de la figure VI-20 à l'aide du logiciel « ImageJ ». Les résultats obtenus sont montrés sur la figure VI-21. Les transformées de Fourier seront à chaque fois comparées avec les clichés de diffraction obtenus après simulation avec le programme CaRIne Cristallographie [CaR89-09] afin de déterminer la nature de l'axe de zone dans  $\gamma$  ou  $\delta$ .

En sélectionnant la zone A sur l'image de la figure VI-20 nous apercevons, après transformées de Fourier, des taches de diffraction correspondant à l'axe de zone  $[100]$  de  $\gamma$  (figure VI-21 (a)). La figure VI-21 (b) obtenue après sélection de la zone B de l'image de la figure VI-20, montre les taches de diffraction correspondant à la superposition des phases  $\gamma$  et  $\delta$  en axes de zone  $[100]_{\gamma} + [\bar{3}\bar{3}2]_{\delta}$  (la figure VI-21 (b)). En sélectionnant la zone C de l'image de la figure VI-20, nous notons la superposition des deux phases  $\gamma$  et  $\delta$  mais également des taches supplémentaires. Ces taches supplémentaires proviennent de la double diffraction de  $\gamma$  et de  $\delta$  en effet toutes ces taches peuvent se déduire des taches de diffraction de  $\gamma$  par des translations correspondantes à la phase  $\delta$  (ou/et des translations  $\gamma$ - $\delta$ ) comme indiqué sur la figure VI-21 (c) par les flèches en trait continu et en pointillés. Des observations analogues ont été reportées récemment par Chen et ses collaborateurs [Che09] dans les composés à base de TiAl.



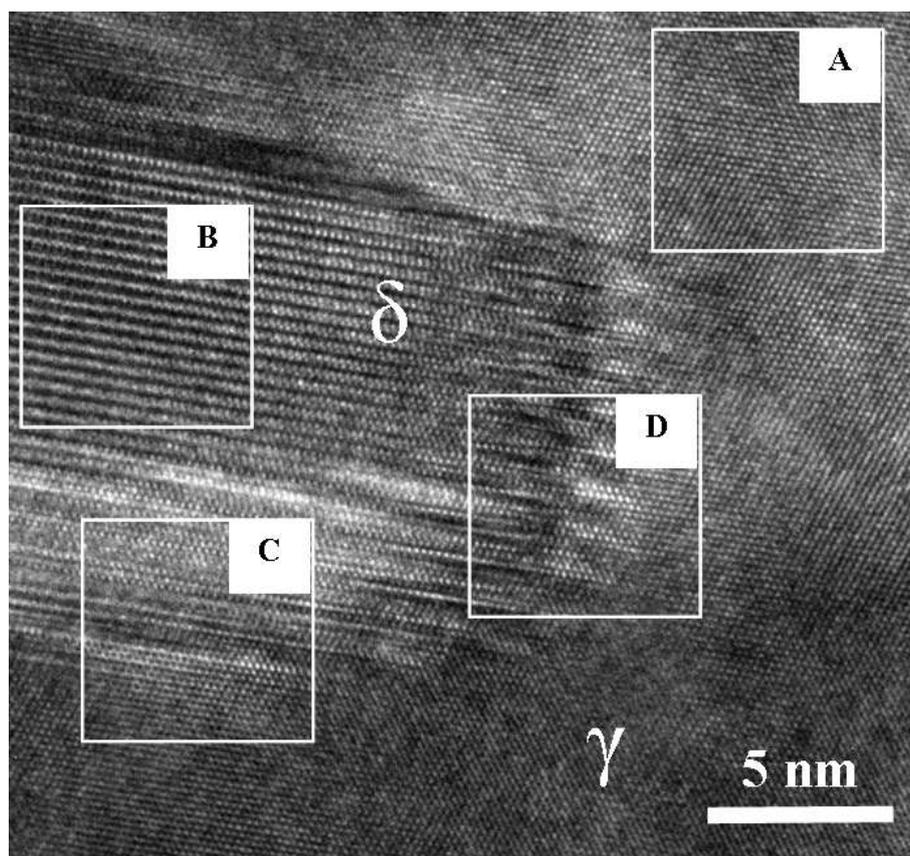
**Figure VI - 21:** Transformées de Fourier réalisées sur les zones A, B et C de la figure VI-18.

Ces résultats, obtenus à l'aide des transformées de Fourier, nous amènent donc à réétudier les clichés de diffraction que nous avons observés et présentés sur la figure VI-19. Les spots de surstructure observés sur ces clichés de diffraction sont donc en réalité des spots de  $\delta$  et des spots provenant de la double diffraction de  $\gamma$  et  $\delta$ . Nous présentons sur la figure VI-22 (a) et (b) les simulations montrant la double diffraction pouvant se produire en présence de  $\gamma$  et  $\delta$ . Elles sont obtenues selon les axes de zone de type  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  de  $\gamma$ . On peut observer la similitude de ces diagrammes simulés soit  $[100]_{\gamma} + [\bar{3}\bar{3}\bar{2}]_{\delta}$  + double diffraction et  $[100]_{\gamma} + [100]_{\gamma''}$ .



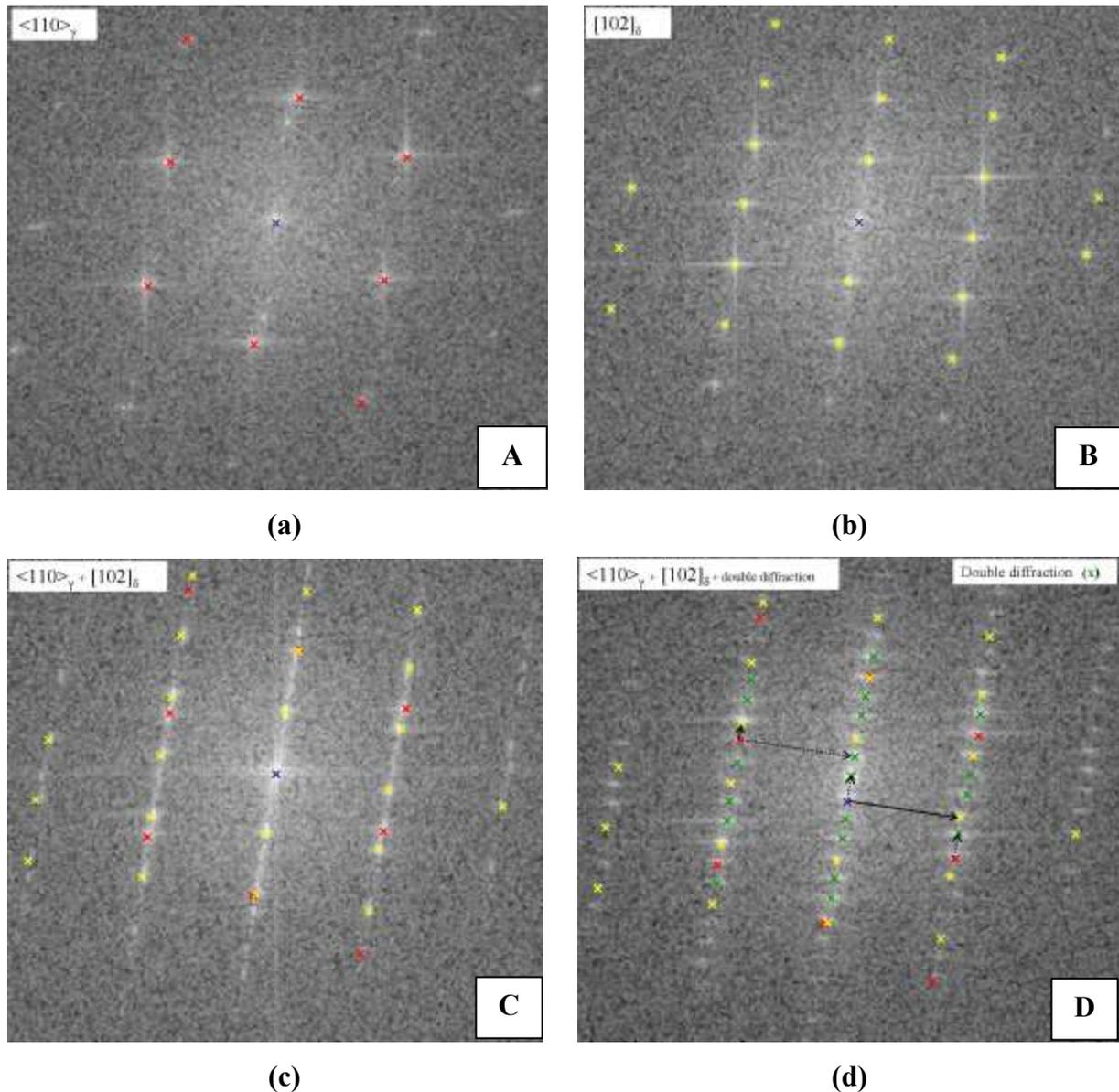
**Figure VI - 22 :** (a) et (b) sont les schémas des clichés de diffraction obtenus respectivement avec les axes de zones  $[100]_{\gamma} + [\bar{3}\bar{3}2]_{\delta}$  + double diffraction et  $[1\bar{1}\bar{1}]_{\gamma} + [014]_{\delta}$  + double diffraction.

Nous avons également réalisé d'autres observations le long de la direction  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ . Nous avons utilisé un échantillon traité 1 seconde à  $1000^{\circ}\text{C}$ . La figure VI-23 montre la micrographie que nous avons obtenue. Ces observations ont permis de noter des contrastes particuliers à l'interface  $\gamma/\delta$ .



**Figure VI - 23** : Image MET haute résolution d'une lamelle de  $\delta$  dans la matrice  $\gamma$  orienté en axe de zone  $\langle 110 \rangle$  (Echantillon ATD 1000°C/1sec).

Ces contrastes sont similaires aux franges observées tout récemment par Chen et ses collaborateurs [Che09]. Nous avons réalisé les transformées de Fourier sur l'image de la figure VI-23 à l'aide du logiciel « ImageJ », en sélectionnant les zones nommées A, B, C et D. Les résultats obtenus sont montrés sur la figure VI-24. Les transformées de Fourier seront à chaque fois comparées aux clichés de diffraction simulés avec le logiciel CaRIne Cristallographie, afin de déterminer la nature de l'axe de zone dans  $\gamma$  ou  $\delta$ . Les transformées de Fourier réalisées sur les zones A et B (figure VI-24 (a) et (b)) montrent les axes de zone  $[110]$  et  $[102]$  de  $\gamma$  et  $\delta$  respectivement. La transformée de Fourier effectuée sur la zone C, en bas de l'image, montre la superposition de  $\gamma$  et  $\delta$  (figure VI-24 (c)), tandis que celle réalisée sur la zone D au niveau de l'interface entre  $\gamma$  et  $\delta$  met en évidence des taches de surstructures supplémentaires (figure VI-24 (d)) en plus des taches montrant la superposition de  $\gamma$  et  $\delta$  de la figure VI-24 (c). Ces taches proviennent comme précédemment de la double diffraction de  $\gamma$  et  $\delta$  (figure VI-24 (d)).



**Figure VI - 24** : Transformées de Fourier réalisées sur les zones A, B, C et D de l'image de la figure VI-23.

Ainsi, les observations MET que nous avons réalisées en mode CTEM et HRTEM pouvaient laisser penser que les précipités de la phase  $\delta$  étaient entourés ou accompagnés d'une précipitation de la phase  $\gamma''$ . Notons que cette observation aurait été en accord avec le mécanisme de précipitation de la phase  $\delta$  en deux étapes : mise en ordre chimique ( $\gamma \rightarrow \gamma''$ ) suivie d'un arrangement géométrique ( $\gamma'' \rightarrow \delta$ ). Cependant, une analyse détaillée des observations révèle que la phase  $\gamma''$  n'est pas présente et les contrastes observés proviennent uniquement de phénomènes de double diffraction liés à la superposition des phases  $\gamma$  et  $\delta$ . Il apparaît donc que la formation de la phase  $\delta$  s'accompagne d'une disparition totale localement de la structure quadratique de  $\gamma''$ .

### V.4. Conclusions

Nous avons obtenu dans ce chapitre un certain nombre de résultats qui concernent les défauts présents au sein des précipités des phases  $\gamma''$  et  $\delta$  que nous allons résumer ci-dessous. Les défauts qui sont présents au sein des précipités de la phase  $\gamma''$  sont observables en MET conventionnel et haute résolution avec l'axe de zone de type  $\langle 110 \rangle$  de la matrice  $\gamma$ . Le long de la direction de projection  $[101]$  (équivalent à  $[201]$  de  $\gamma''$ ) nous avons observé au MET en haute résolution un défaut qui est localisé entièrement à l'intérieur du précipité  $\gamma''$ . Ce défaut sous forme de V correspond à la dissociation d'une dislocation avec un vecteur de Burgers de type  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$  selon deux plans  $\{111\}$ . Le long de la direction de projection  $[1\bar{1}0]$  nous avons observé des défauts qui sont provoqués par le déplacement correspondant au vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma''}$ ). Ces derniers peuvent être associés à des défauts purement géométriques donc synonymes de la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$ . Nous avons également observé des défauts et des variants au sein des précipités de la phase  $\delta$  au CTEM ou HRTEM. Nous avons aussi observé des similitudes entre les structures  $\gamma''$  et  $\delta$  sur les clichés de diffraction et les transformées de Fourier réalisés au sein de  $\gamma$  et  $\delta$ . Les études ont montré que les taches de surstructure observées après diffraction sur  $\gamma$  et  $\delta$  ne sont pas caractéristiques de la structure de  $\gamma''$ , mais des taches de  $\gamma$  et  $\delta$ , plus des taches supplémentaires provenant de la double diffraction.

## Sommaire

---

<b>Chapitre VII - Discussion de synthèse</b> .....	<b>126</b>
VII.1. Observation de la précipitation de la phase $\gamma'$ .....	<b>126</b>
VII.1.1. Evolution du facteur de structure de la réflexion (100) de la phase $\gamma'$ avec la composition chimique de l'alliage : .....	127
VII.1.2. Température de solvus de la phase $\gamma'$ .....	129
VII.2. Traitements thermiques isothermes.....	<b>129</b>
VII.3. Précipitation de la phase $\delta$ à partir des précipités intragranulaire de $\gamma''$ .....	<b>133</b>
VII.4. Désaccord paramétrique entre $\gamma$ et $\delta$ .....	<b>134</b>

---

## Chapitre VII - Discussion de synthèse

Dans ce chapitre nous nous intéresserons dans un premier temps à la précipitation de la phase  $\gamma'$  et aux difficultés que nous avons rencontrées lors des observations de cette phase au MET en champ sombre. Dans un deuxième temps nous nous intéresserons ensuite à l'origine de la formation de la phase  $\delta$  que nous avons visualisée sur les échantillons ayant subi des traitements thermiques isothermes.

### VII.1. Observation de la précipitation de la phase $\gamma'$

Les analyses que nous avons effectuées sur l'échantillon d'ATD (980°C/10min) ont montré que nous pouvons observer les précipités de la phase  $\gamma'$  au MEBFEG et non au MET conventionnel en champ sombre, ce qui suscite quelques interrogations. Rappelons tout d'abord que l'essai d'ATD a été réalisé sur l'état de réception de l'alliage à mi rayon (A3) avec une vitesse de chauffage de 30 K/min jusqu'à 980°C, suivi d'un maintien de 10 minutes à cette température et fini par un refroidissement de 10K/min jusqu'à la température ambiante. L'échantillon a ensuite été découpé en deux parties. La première a été utilisée pour des analyses MEB FEG et l'autre pour des analyses MET. Les analyses MET en champ sombre ont été effectuées en appliquant la méthode de Paulonis et ses collaborateurs [Pau69], tandis que les analyses MEB FEG ont été réalisées sur un échantillon poli et ayant subi une attaque électrochimique permettant de révéler la phase  $\delta$ . Le pic de dissolution que nous avons observé auparavant sur la partie chauffage de la courbe d'essai d'ATD est bien symbolique de la présence de la phase  $\gamma'$ , confirmant ainsi que l'alliage est bien pourvu de  $\gamma'$  à l'état de réception. Les observations MET en champ sombre sur cet échantillon A3 dans son état de réception en appliquant toujours la technique de Paulonis [Pau69] ne nous ont pas permis non plus d'identifier  $\gamma'$ . De plus, compte tenu des diagrammes TRC rencontrés dans la littérature [Sla97b], cette valeur de la vitesse de refroidissement très faible (10°C/min) pourrait bien permettre de faire précipiter  $\gamma'$  en quantité plus importante que dans les échantillons à l'état de réception. Etant donné que les précipités  $\gamma'$  sont bien présents à l'état de réception de l'alliage ainsi que sur les échantillons d'ATD (980°C/10 min), nous allons donc essayer de regarder plus en détail la technique employée par Paulonis et ses collaborateurs [Pau69] afin de préciser l'origine de la difficulté d'observation des précipités  $\gamma'$  en champ sombre. Vermet et ses collaborateurs [Ver90] avaient aussi soutenu qu'il ne leur a pas été possible de visualiser la précipitation de la phase  $\gamma'$  par la technique habituelle en

champ sombre. Les travaux de Pénisson et ses collaborateurs [Pen96] sur l'alliage CMSX2 ont montré que l'intensité des taches de surstructure de  $\gamma'$  dépend fortement de la différence de facteur de diffusion atomique des différents éléments chimiques. Les simulations d'images que ces auteurs ont réalisées ont montré que  $\gamma'$  n'est observable au MET que si l'épaisseur de la zone à analyser dépasse 10 nm. Or, les mesures d'épaisseurs que nous avons effectuées sur les échantillons déjà analysés ont permis de trouver des valeurs moyennes comprises entre 70 et 90 nm, donc largement au dessus de 10 nm.

VII.1.1. Evolution du facteur de structure de la réflexion (100) de la phase  $\gamma'$  avec la composition chimique de l'alliage [Gha86]:

Le facteur de structure de la réflexion (hkl) est donné par l'expression :

$$F(hkl) = \sum_j f_j(hkl) \exp[2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j)]$$

Où  $f_j$  et  $x_j, y_j, z_j$  sont respectivement l'amplitude de diffusion atomique et les coordonnées dans la maille de l'atome j.

Si l'on suppose que la phase  $\gamma'$  n'est constituée que d'atomes de nickel, de titane et d'aluminium, la maille contient :

- ✓ 3 atomes de nickel de coordonnées

$$\begin{pmatrix} 1/2 & 1/2 & 0 \\ 0 & 1/2 & 1/2 \\ 1/2 & 0 & 1/2 \end{pmatrix}$$

- ✓ 1 atome de titane ou d'aluminium de coordonné 0 0 0.

Pour une formule structurale du type  $Ni_3(Ti_x, Al_{(1-x)})$ , le facteur de structure de la réflexion (100) s'exprime :

$$F(100)_{\gamma'} = x f_{Ti} + (1-x) f_{Al} - f_{Ni}$$

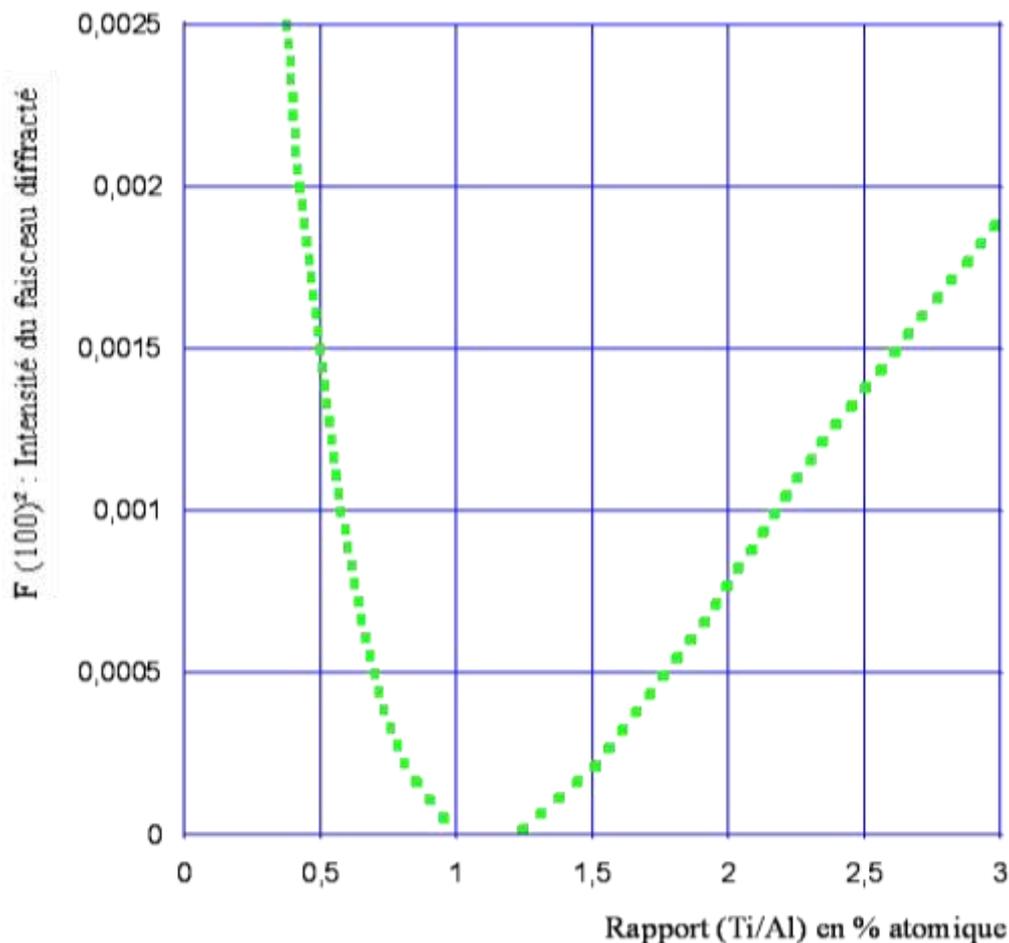
Les valeurs des amplitudes de diffusion du nickel, du titane et de l'aluminium sont données ci-dessous [Hir65] :

$$f_{Ni} = 0,527 \text{ nm}$$

$$f_{Ti} = 0,620 \text{ nm}$$

$$f_{Al} = 0,424 \text{ nm}$$

Nous avons reporté sur la figure VII-1 l'évolution de l'intensité du faisceau diffracté  $|F(100)_{\gamma'}|^2$  en fonction du rapport en pourcentage atomique de Ti/Al.



**Figure VII - 1** : Evolution de l'intensité du faisceau diffracté en fonction du rapport en % atomique de titane sur aluminium.

Sur cette figure, nous remarquons que l'intensité du faisceau diffracté est très élevée pour des valeurs de rapport de pourcentage atomique de Ti/Al comprises dans l'intervalle [0– 0,7] ou supérieures à 1,5 %. L'alliage que nous avons utilisé possède un rapport en pourcentage atomique de Ti/Al de 1,21 %. On constate sur cette figure que la valeur de l'intensité du faisceau diffracté en (100) correspondante à la valeur de 1,21 % est très faible, voire presque nulle, montrant ainsi nos difficultés à pouvoir visualiser clairement les précipités  $\gamma'$  au MET en champ sombre en sélectionnant la tache du type 100.

La difficulté d'observer au MET en champ sombre les précipités  $\gamma'$  a été rencontrée dans plusieurs travaux de la littérature. Nous avons recensé les compositions en aluminium et en titane de divers travaux où les précipités  $\gamma'$  sont observés ou non [Coz73, Get86, Gha86, Ver90, Guo91, Xie94, Tou08]. Le tableau VII-1 est un récapitulatif des valeurs de rapports en

pourcentage atomiques de titane sur aluminium pour des alliages de compositions chimiques différentes.

Auteurs	Al	Ti	Ti/Al (wt%)	Ti/Al (%at.)	Observation de $\gamma'$
Touratier [Tou08]	5,45	1,30	0,24	0,13	x
Getrey [Get86]	1,60	1,10	0,69	0,38	x
Cozar et Pineau [Coz73] C.2	0,63	0,59	0,94	0,53	x
Cozar et Pineau [Coz73] C.3	0,63	0,72	1,14	0,64	x
Xie [Xie94] compo.13	0,72	1,13	1,57	0,88	x
Xie [Xie94] compo.15	0,68	0,60	0,87	0,49	x
Guo [Guo91]	0,78	0,81	1,04	0,59	x
Vermet [Ver90]	0,13	0,41	3,15	1,78	
El. GHARAD [Gha86]	0,13	0,41	3,15	1,78	
Matériau d'étude	0,50	1,08	2,16	1,21	

**Tableau VII - 1** : Tableau de composition en aluminium et titane de divers alliages [Coz73, Get86, Gha86, Ver90, Guo91, Xie94, Tou08]

Dans ce tableau, nous remarquons que tous les auteurs qui ont eu à observer les précipités de la phase  $\gamma'$  par la technique habituelle en champ sombre sur la tache diffractée 100, ont travaillé sur des alliages avec des rapports en pourcentage atomique de Ti/Al très faibles donc permettant d'observer  $\gamma'$  sans difficulté.

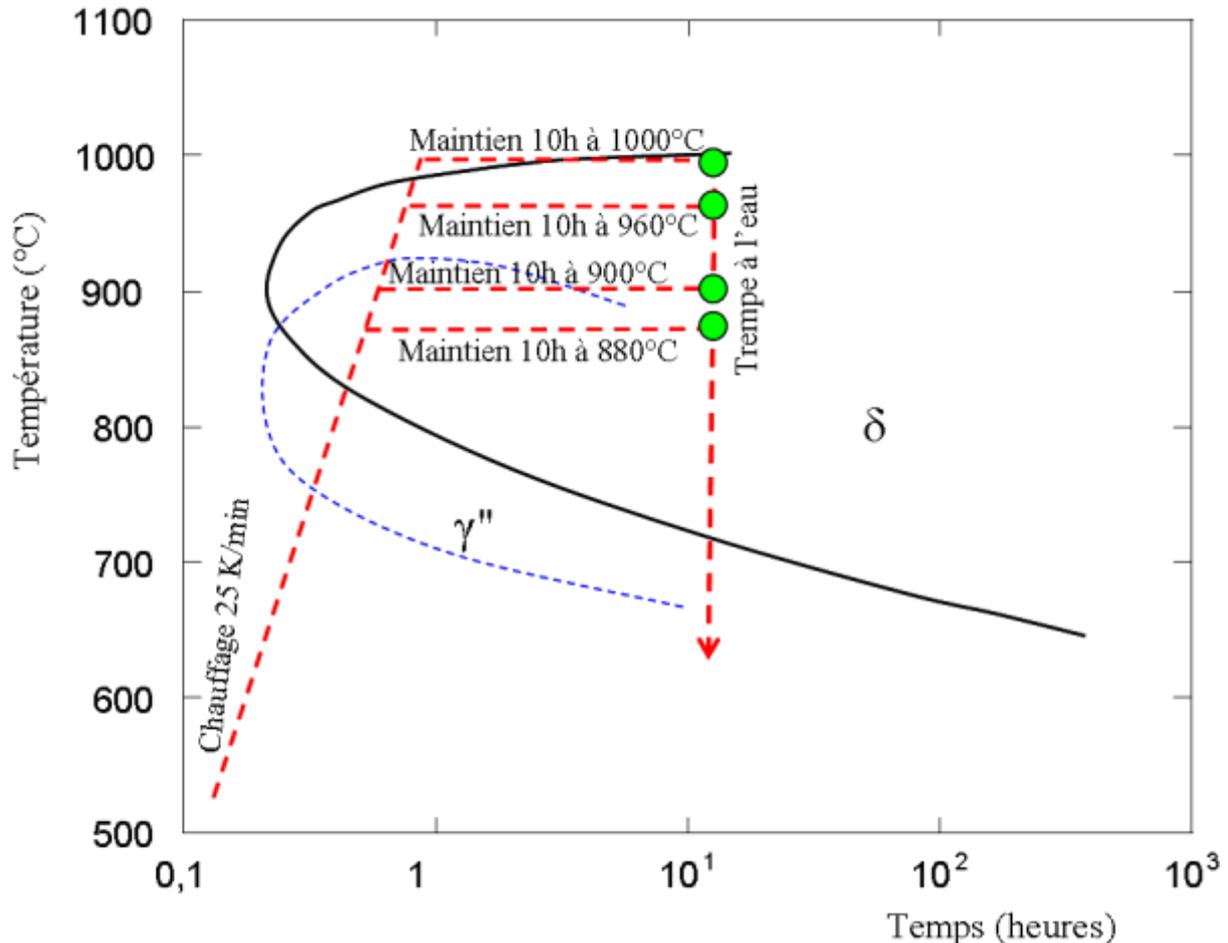
### VII.1.2. Température de solvus de la phase $\gamma'$

Lors des essais d'ATD effectués sur l'état de réception à mi-rayon (A3), nous avons trouvé que la valeur de température de solvus expérimentale de la phase  $\gamma'$  est environ 650°C. Cette valeur est très éloignée des valeurs trouvées dans la littérature [Bro88, Gar91, Tho06] par exemple, Brooks et ses collaborateurs qui avaient trouvé 830°C. Ces auteurs avaient déterminé expérimentalement la valeur de la température de solvus de la phase  $\gamma'$  sur des alliages ayant été homogénéisés auparavant. Nous pouvons déduire que l'état de départ de l'alliage influe sur la valeur de la température de solvus expérimentale de la phase  $\gamma'$ .

## VII.2. Traitements thermiques isothermes

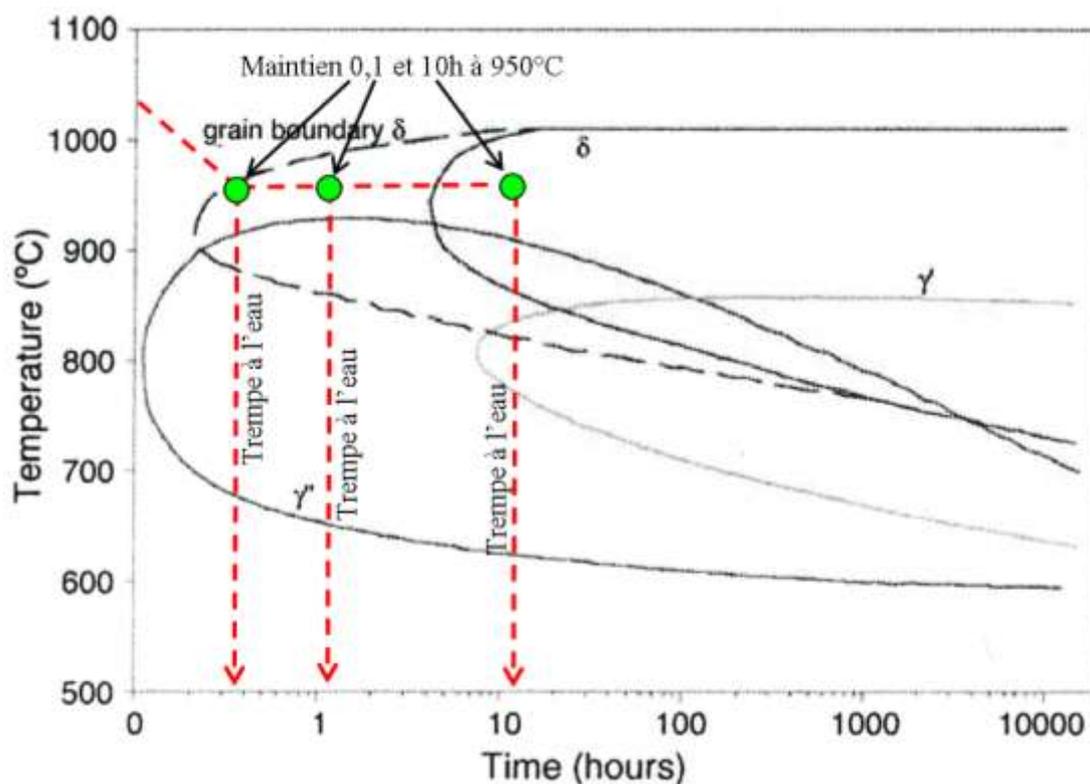
Avant d'aborder la discussion concernant l'origine des précipités de la phase  $\delta$  sur chacun des échantillons listés au tableau V-4, nous présenterons tout d'abord les cycles de traitements thermiques isothermes réalisés sur ces échantillons et reportés sur des diagrammes T.T.T des phases  $\gamma''$  et  $\delta$  que nous avons tirés de la littérature. Ainsi, la figure VII-2 montre les cycles de

traitements réalisés sur l'alliage dans son état de réception, état dit «standard» que nous avons reporté sur les diagrammes T.T.T. de la littérature [Kir70, Boe69, Cam86, Bur89, Ora91, Sla97a]. Ces diagrammes ont été obtenus sur des échantillons d'alliage 718 dans leur état standard.



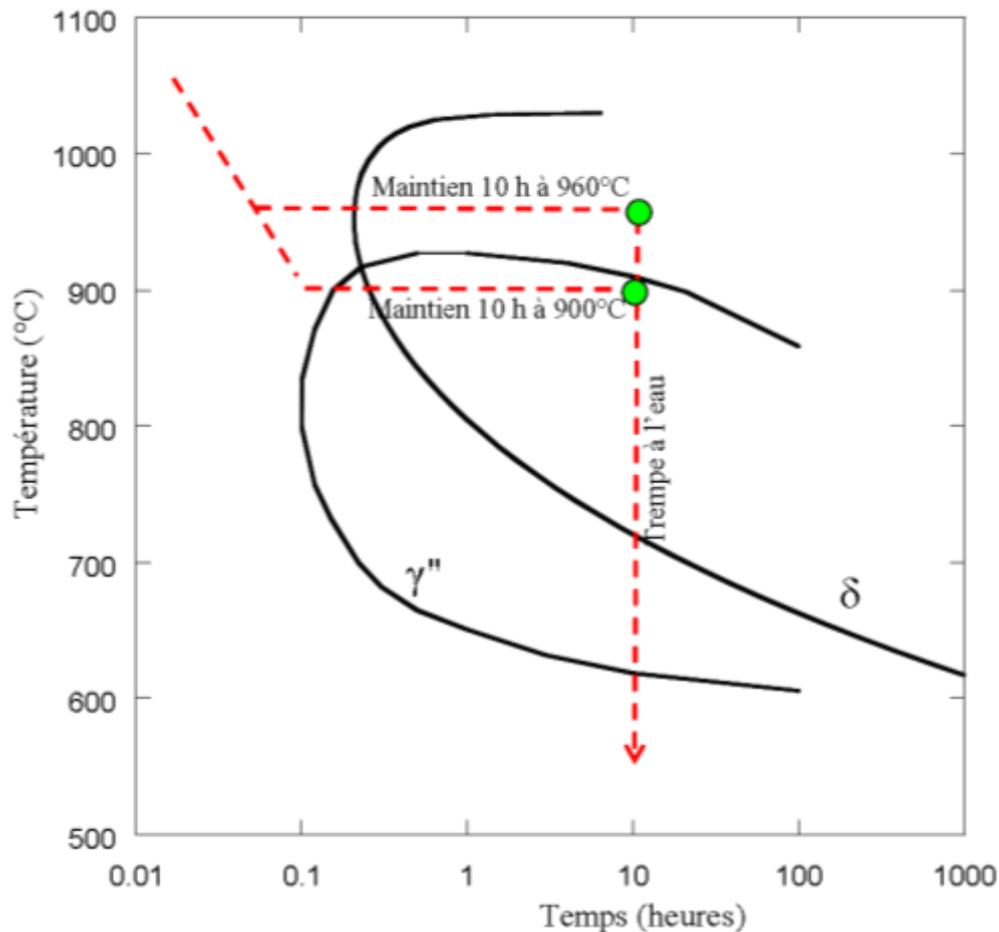
**Figure VII - 2** : Présentation des cycles de traitement thermique réalisés sur l'alliage à l'état de réception reportés sur des courbes T.T.T. de la phase  $\delta$  état standard [Kir70, Boe69, Cam86, Bur89, Ora91, Sla97a] et de la phase  $\gamma''$ .

La figure VII-2 permet de voir que tous les précipités de la phase  $\delta$  que nous avons observés sur les échantillons ayant subi des cycles de traitements thermiques isothermes (880, 900, 960 et 1000°C/10h) sont intégralement issus de la transformation de  $\gamma'' \rightarrow \delta$ . Ces précipités proviennent donc de la transformation de la phase métastable  $\gamma''$  qui était présente dans l'alliage à l'état de réception et de la transformation de la phase  $\gamma''$  formée lors du chauffage. Sur la figure VII-3 nous avons tracé les cycles de traitement thermique (950°C/0, 1 et 10 heures) réalisés sur l'alliage homogénéisé à 1020°C pendant 30 minutes. Ces cycles ont été reportés sur des courbes T.T.T. de la littérature [Tho06] réalisés sur un alliage homogénéisé à 1010°C pendant 1 heure.



**Figure VII- 3** : Présentation des cycles de traitement thermique ( $950^{\circ}\text{C}/0, 1$  ou  $10$  heures) réalisés sur l'alliage homogénéisé à  $1020^{\circ}\text{C}/30$  min reporté sur des courbes TTT des phases  $\delta$ ,  $\gamma'$  et  $\gamma''$  [Tho06] (alliage homogénéisé à  $1010^{\circ}\text{C}/1$  heure).

Cette figure nous permet de voir que la majorité des précipités de la phase  $\delta$  que nous avons observés sur les échantillons ( $950^{\circ}\text{C}/0, 1$  ou  $10$  heures) sont obtenus sans la moindre transformation de la phase métastable  $\gamma''$ . Sur la figure VII-4 nous présentons les cycles de traitement thermique ( $900^{\circ}\text{C}$  et  $960^{\circ}\text{C}/10\text{h}$ ) réalisés sur l'alliage homogénéisé à  $1100^{\circ}\text{C}$  pendant 1 heure. Ces cycles sont reportés sur des diagrammes T.T.T des phases  $\gamma''$  et  $\delta$  tirés de la littérature [Bea04, Ora91]. Ces diagrammes T.T.T. ont été réalisés sur des échantillons d'alliage 718 homogénéisés à  $1100^{\circ}\text{C}$  pendant 1heure.



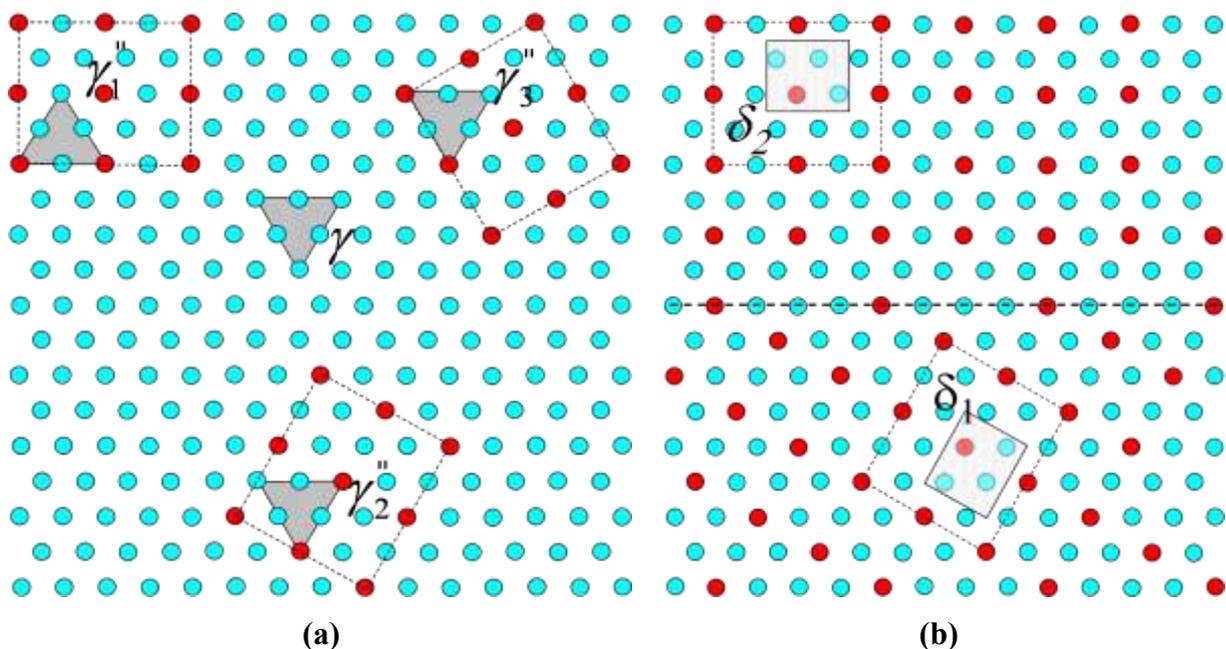
**Figure VII - 4** : Présentation des cycles de traitement thermique (900 et 960°C/10h) réalisés sur l'alliage homogénéisé à 1100°C/1h et reportés sur des courbes TTT de la phase  $\delta$  [Bea04] et de la phase  $\gamma' + \gamma''$  [Ora91].

Cette figure permet de constater que les précipités de la phase  $\delta$  que nous avons obtenus et analysés au MEB sur l'échantillon 900°C/10h proviennent de la transformation de  $\gamma'' \rightarrow \delta$ . Tandis qu'avec l'échantillon ayant subi le traitement thermique isotherme 960°C/10h, on devrait non seulement observer de la précipitation de la phase  $\delta$ , ce qui n'est pas le cas. De plus cette précipitation devrait se réaliser sans la moindre transformation de la phase métastable  $\gamma''$ . Nous maintenons donc toujours l'hypothèse que nous avons avancée ci-dessus à savoir que le niobium qui en solution solide dans la matrice et provenant de la dissolution de la phase  $\delta$  lors de la mise en solution à 1100°C pendant 1 heure n'a pas servi à faire «reprécipiter» la phase  $\delta$  à 960°C. Nous savons donc que pour faire «reprécipiter» la phase  $\delta$  lors des traitements thermiques isothermes après une mise en solution complète de la phase  $\delta$  de l'alliage, il faut impérativement descendre à une température qui est au moins un peu en dessous du solvus de la phase  $\gamma''$  (environ 930°C). Ces observations montrent donc que la

précipitation de la phase  $\delta$  nécessite la présence de germes qui peuvent être des joints de grain de  $\gamma$ , des restes de précipités de  $\delta$  non dissous ou des précipités  $\gamma''$ .

### VII.3. Précipitation de la phase $\delta$ à partir des précipités intragranulaire de $\gamma''$ .

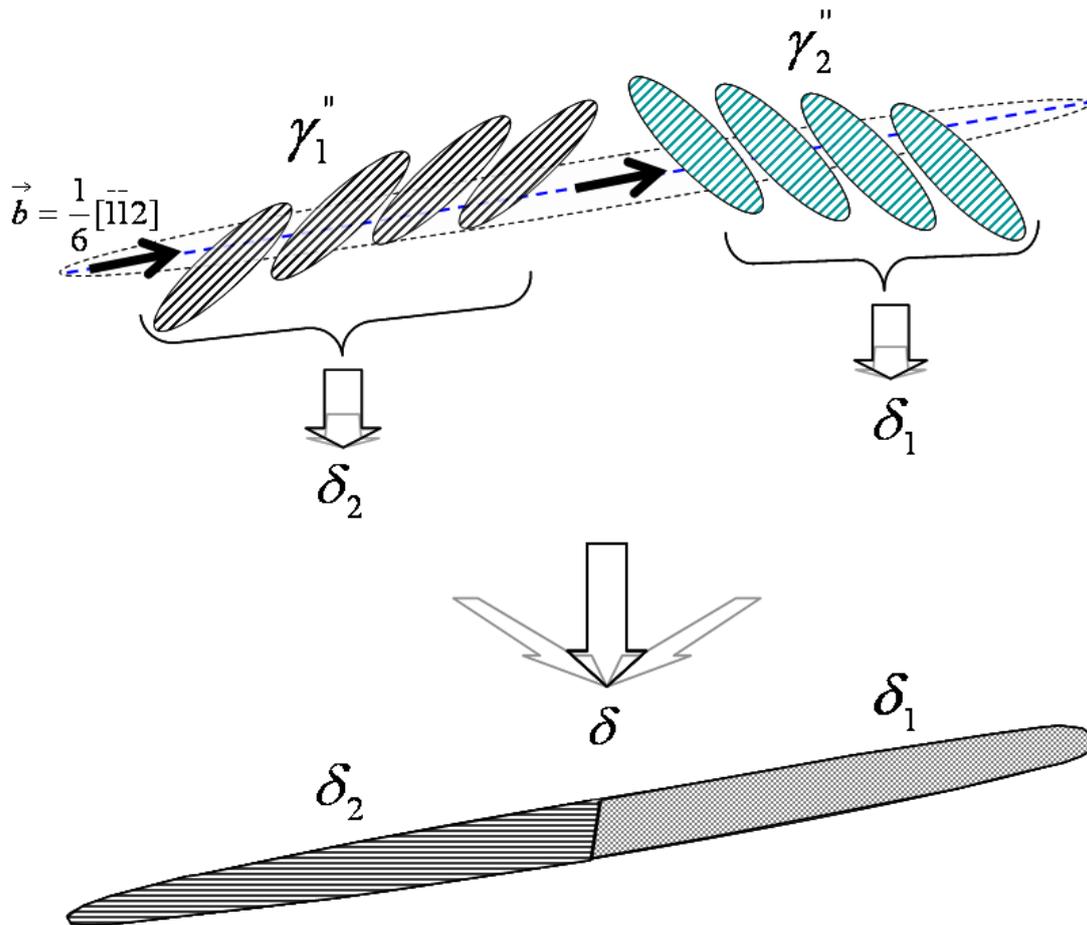
Pour comprendre l'origine de la formation des deux variants  $\delta_1$  [102] et  $\delta_2$  [100] sur une même lamelle de la phase  $\delta$  que nous avons observée au MET conventionnel ou au MET haute résolution, nous avons d'abord réalisé et présenté sur la figure VII-5 (a) le schéma montrant les trois variants  $\gamma_1''$ ,  $\gamma_2''$  et  $\gamma_3''$  dans  $\gamma$ . Ce modèle est réalisé à partir des plans compacts (111) de  $\gamma$  et (112) de  $\gamma''$ . Nous avons également présenté sur la figure VII-5 (b) le schéma des deux variants  $\delta_1$  et  $\delta_2$  au plan compact (010) de  $\delta$ .



**Figure VII - 5 :** (a) : Schéma des trois variants des précipités  $\gamma''$  au sein de la matrice  $\gamma$  en haute résolution. (b) : Schéma des variants  $\delta_1$  et  $\delta_2$ .

Sur ces images nous apercevons que les arrangements atomiques dans  $\gamma_1''$  et  $\gamma_2''$  sont respectivement identiques à  $\delta_2$  et  $\delta_1$ . Ceci laisse donc supposer que les deux variants  $\delta_2$  et  $\delta_1$  que nous avons observés au sein d'une même lamelle de la phase  $\delta$  sont issus de la transformation  $\gamma_1''$  et de  $\gamma_2''$  respectivement. Nous avons par la même occasion réalisé le

schéma montrant la formation d'une lamelle de la phase  $\delta$  intragranulaire à partir des variants  $\gamma_1''$  et  $\gamma_2''$  (figure VII-6).



**Figure VII - 6** : Schéma de formation d'une lamelle de la phase  $\delta$  intragranulaire à partir des variants  $\gamma_1''$  et  $\gamma_2''$ .

Ce modèle que nous avons présenté sur la figure VII-6 nous montre comment une lamelle de la phase  $\delta$  intragranulaire se forme à partir des précipités métastables  $\gamma''$  (deux variants) dans la matrice  $\gamma$ . Nous avons associé ce modèle avec les lamelles de la phase  $\delta$  que nous avons observées au MET présentant deux variants différents  $\delta_1$  et  $\delta_2$ . Par ailleurs, Sundararaman et ses collaborateurs [Sun88] avaient déjà montré auparavant que la formation des lamelles de la phase  $\delta$  intragranulaire s'effectue à partir des précipités  $\gamma''$ . Ces auteurs ont démontré que cette transformation met en jeu uniquement une série de précipités  $\gamma''$  orientée de la même façon, c'est à dire d'un même variant, ce qui est différent de ce que nous avons observé.

#### VII.4. Désaccord paramétrique entre $\gamma$ et $\delta$

Les valeurs de désaccord paramétrique que nous avons mesurées expérimentalement entre  $\gamma$  et  $\delta$  sur les images MET haute résolution ont été comparées avec les résultats que nous avons

obtenus avec la diffraction des rayons X. Elles ont ensuite été comparées avec les valeurs que nous avons déduites à partir des résultats des analyses par diffraction des rayons X de la littérature [Sun88, Deh05, Lia98, Ron99, Cos03]. Cette déduction a été faite à partir des formules présentées dans le paragraphe IV.2.2. Les résultats que nous avons obtenus sont présentés au tableau VII-1. Nous notons que les mesures obtenues avec les analyses par RX sont beaucoup plus proches des valeurs déduites de la littérature que celles obtenues avec les FFT sur les images MET-HR. Les mesures des valeurs de désaccord paramétriques doivent normalement permettre de prévoir la forme des précipités de  $\delta$  au sein de la matrice  $\gamma$ .

Auteurs	Paramètres de maille de $\delta$			Désaccord paramétrique			
	$a_\gamma$ (nm)	a (nm)	b (nm)	c (nm)	$\delta_a$	$\delta_b$	$\delta_c$
[Sun88]	0,3616	0,5141	0,4231	0,4534	- 0,53 %	- 1,42 %	- 2,32 %
[Deh05]	0,3601	0,5108	0,4214	0,4521	-0,30 %	-1,33 %	-2,45 %
[Ron99]	0,3610	0,5141	0,4231	0,4534	-0,69 %	-1,48 %	-2,48 %
[Lia98]	0,3616	0,5141	0,4231	0,4534	-0,53 %	-1,31 %	-2,32 %
[Cos03]	0,3600	0,5100	0,4200	0,4500	-0,17 %	-1,48 %	-2,48 %
RX	0,3597	0,5113	0,4217	0,4524	-0,53 %	-1,45 %	-2,69 %
MET-HR		-	-	-	0,68 %	-2,25 %	-1,38 %

**Tableau VII - 2** : Comparaison des valeurs de désaccord paramétrique entre  $\gamma$  et  $\delta$  obtenues en RX et à partir des images MET-HR avec les valeurs déduites de la littérature.

Nous avons également noté des différences entre les valeurs obtenues avec ces deux techniques de mesure (RX et FFT à partir des images METHR). Cette différence est simplement liée au fait que les mesures par analyses RX ont été effectuées sur le «volume» de l'échantillon, donc sur des variétés de précipités de la phase  $\delta$  de forme lamellaire et globulaire, tandis que les mesures avec les FFT ont été réalisées exclusivement sur des précipités de la phase  $\delta$  lamellaire.

Compte tenu des valeurs de désaccord paramétriques entre  $\gamma$  et  $\delta$  que nous avons mesurées, on devrait s'attendre à avoir des précipités de la phase  $\delta$  sous forme d'aiguilles dans la matrice  $\gamma$  afin de minimiser l'énergie élastique. Or, lors des observations au MET, nous avons trouvé que les précipités de la phase  $\delta$  sont plutôt de forme lamellaire ou globulaire.

# Conclusion générale et perspectives

Cette étude s'est inscrite dans le cadre de la compréhension des mécanismes de précipitation au sein de l'alliage inconel 718. Elle a porté sur la caractérisation thermique et microscopique de la précipitation des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ , et a été présentée en trois volets : 1) l'étude de l'alliage dans son état de réception; 2) l'étude de l'alliage après traitements thermiques isothermes et anisothermes ; 3) la caractérisation des défauts au sein des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$ . Nous allons d'abord commencer par présenter dans ce paragraphe les résultats qui nous semblent les plus importants de notre étude et finir par des perspectives afin de l'améliorer.

Nous avons d'abord caractérisé la microstructure de l'alliage dans son état de réception dit «état standard» et la morphologie des précipités  $\gamma''$  et  $\delta$  par MO, MEB et MET. Cette étude nous a permis de noter que les microstructures et les fractions volumiques de la phase  $\delta$  obtenues sont différentes entre la peau, le mi-rayon et le cœur du demi-rondin qui nous a été fourni. Nous avons noté au niveau de la peau une microstructure très hétérogène pour ce qui concerne la taille de grains. Cette microstructure est moins hétérogène à mi-rayon et devient homogène au cœur du rondin. De même, nous avons noté que la fraction volumique de phase  $\delta$  est plus importante en peau, moins importante à mi-rayon et presque nulle à cœur.

Après avoir caractérisé l'alliage dans son état de réception, nous avons effectué des caractérisations isothermes et anisothermes. Les traitements thermiques anisothermes (essais d'ATD) ont permis de déterminer les domaines des températures de précipitation et de dissolution des phases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$  ainsi que les valeurs expérimentales de la température de solvus de la phase métastable  $\gamma''$  (environ 930°C) et de la phase stable  $\delta$  (environ 1040°C). Les traitements thermiques isothermes que nous avons réalisés sur différents états de départ ont permis de voir clairement que la précipitation intragranulaire de la phase  $\delta$  passe nécessairement par la présence de germes, parmi lesquels les précipités  $\gamma''$  semblent jouer un rôle primordial.

Nous avons également déterminé que la température de transition (précipitation grossière → précipitation fine) de la phase durcissante  $\gamma''$  dans l'alliage que nous avons utilisé est d'environ 1000°C. Cette température de traitement thermique permet d'observer à partir de l'état «standard» à la fois une précipitation fine et grossière de la phase  $\gamma''$  associées à différentes morphologies de  $\delta$ . La localisation de ces différentes microstructures de précipitation pourrait être lié à la structure dendritique de l'alliage.

## Conclusion générale et perspectives

---

Nous avons également caractérisé les défauts au sein des précipités des phases  $\gamma''$  et  $\delta$ . Les défauts qui sont présents au sein des précipités de la phase  $\gamma''$  sont observables en MET conventionnel et haute résolution. Le long de la direction de projection  $[101]$  (équivalent à  $[201]$  de  $\gamma''$ ) nous avons observé au MET en haute résolution une dislocation de vecteur de Burgers du type  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$  dissociée sur deux plans  $\{111\}$  sécants pour former une configuration complexe. Le long de la direction de projection  $[1\bar{1}0]$  nous avons observé des défauts d'empilement qui sont provoqués par le déplacement correspondant au vecteur de Burgers  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$  (équivalent  $\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}1]_{\gamma''}$ ). Ces défauts sont purement géométriques et peuvent servir de précurseur pour la transformation  $\gamma'' \rightarrow \delta$ .

Nous avons pu observer différents défauts au sein de la phase  $\delta$ . Nous avons caractérisé un défaut d'empilement selon le plan  $(010)$ , ainsi que l'existence de différents domaines d'orientation (différents variants) au sein d'un même précipité de phase  $\delta$ . Le lien possible entre ces domaines et la germination de  $\delta$  sur des variants différents de la phase  $\gamma''$  a été établi. Les observations des précipités de  $\delta$ , en diffraction et en METHR, sembleraient montrer que la structure quadratique de  $\gamma''$  pouvait coexister (ou entourer) la structure orthorhombique de  $\delta$ . Nous avons montré qu'il n'en est rien et que ces observations résultent d'un phénomène de double diffraction. Les observations que nous avons réalisées au MET ont permis de caractériser les deux morphologies lamellaires et globulaires des précipités de la phase  $\delta$ . Or, les valeurs de désaccords paramétriques que nous avons mesurées entre  $\gamma$  et  $\delta$ , aussi bien avec les analyses RX qu'avec les FFT (à partir des images MET-HR) ont montré que l'on devrait avoir plutôt des précipités  $\delta$  sous forme d'aiguille afin de minimiser l'énergie élastique.

Dans la perspective de cette étude, il semble important de s'intéresser profondément à la précipitation de l'une des phases durcissante  $\gamma'$  et à la difficulté que nous avons rencontrée pour l'observer au MET et non pas au MEB après attaque électrochimique.

Il semble également intéressant de faire des essais de microduretés sur l'échantillon d'ATD ( $1000^\circ\text{C}/1\text{s}$ ) afin de vérifier comment la dureté de l'alliage varie selon que la précipitation de la phase  $\gamma''$  est fine ou grossière sur le même échantillon. Il semble également intéressant d'étudier largement la température de transition pour des nuances d'alliage 718 de compositions chimiques en niobium différentes.

Il est aussi intéressant d'étudier plus en détail le fait qu'après mise en solution de l'alliage, pourquoi la précipitation de  $\delta$  ne se réalise qu'à une température en dessous du solvus de  $\gamma''$ .

Réaliser aussi des études pour vérifier si la précipitation lamellaire de la phase  $\delta$  (après traitement thermique aux alentours de  $900^\circ\text{C}$ ) dont la littérature a indiqué qu'il démarre au

## Conclusion générale et perspectives

---

niveau des joints de grain et se fait sans la moindre transformation de la phase métastable  $\gamma''$ . Il est également intéressant de faire des mesures d'énergie élastique après précipitation de la phase  $\delta$  dans l'alliage afin de vérifier pourquoi on n'arrive pas à observer la phase  $\delta$  sous forme d'aiguille à la place des lamelles.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ASM97] in "Heat – Resistant Materials", ASM specialty Handbook, Davis J. R, 1997, p. 222.
- [Bea03] V. Beaubois, "Etude du diagramme Temps – Température - Transformation de la phase delta dans l'inconel 718", Stage Aubert & Duval Fortech - CIRIMAT Sept. 2002/ Fév. 2003.
- [Bea04] V. Beaubois, J. Huez, S. Coste, O. Brucelle et J. Lacaze, "Short term precipitation kinetics of delta phase in strain free Inconel 718 alloy", Mater. Sci. Tech. 20, 2004, 1019-1026.
- [Boe69] W. J. Boesch et H. B. Canada, "Precipitation reactions and stability of Ni<sub>3</sub>Cb in Inconel Alloy 718", Journal of metals, 21, 1969, 34-38.
- [Bon96] R. Bonnet, M. Loubradou, U. Dahmen, et S. Hinderberger, "Misfit Dislocation Associated with Ultrathin Twins along a Ni<sub>3</sub>Al/Ni<sub>3</sub>Nb Interface", published in the proceedings, Lisbon, June 26-30, 1996, 1-4.
- [Bon00] R. Bonnet, M. Loubradou et U. Dahmen, "Atomic Scale observation of the displacement fields generated by the intrinsic defects of {111}Ni<sub>3</sub>Al/(010)Ni<sub>3</sub>Nb close-packed interfaces", Philosophical Magazine A, 80, 2000, 2233-2256.
- [Bra96a] D. W. Bray et J. M. Howe, "High-resolution electron microscopy investigation of the face-centered cubic/hexagonal close-packed martensite transformation in Co-31.8 Wt Ni Alloy: Part 1. Plate interfaces and growth ledges", Metallurgical and Materials Transactions A, 27, 1996, 3362-3370.
- [Bra96b] D. W. Bray et J. M. Howe, "High-resolution electron microscopy investigation of the face-centered cubic/hexagonal close-packed martensite transformation in Co-31.8 Wt Ni Alloy: Part 2. Plate interfaces, extended defects, and nucleation mechanisms", Metallurgical and Materials Transactions A, 27, 1996, 3371-3380.
- [Bro88] J. W. Brooks et P. J. Bridges, "Metallurgical stability of Inconel alloy 718", in Superalloys 1988, Eds. S. Reicman et al., TMS, 1988, 33-42.
- [Cam86] G. Camus, "Traitements thermomécaniques de l'alliage NC19FeNb (Inconel 718) pour différentes applications sur turbomachines industrielles et aéronautiques", Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1986.
- [Car89-09] C. Boudias et D. Monceau, "Ca.R.Ine Cristallographie, <http://www.materials-science-software.com/>", 1989-2009.

## Références bibliographiques

---

- [Che09] C. L. Chen, W. Lu, Y. Y. Cui, L. L. He et H.Q. Ye, "High-resolution image simulation of overlap structures in TiAl alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, 468, 2009, 179-186.
- [Cos03] S. Coste, "Détermination des lois d'évolutions microstructurale de l'alliage 718 lors du matriçage", Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2003.
- [Cos05] S. Coste, E. Andrieu et J. Huez, "Effect of heterogeneous distribution of particles on the formation of banded grain structure in wrought Alloy 718", *Materials Science and Engineering A* 396, 2005, 92-98.
- [Coz73] R. Cozar et A. Pineau, "Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma$  precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 type Alloys", *Metall. Trans*, 4, 1973, 47 -59.
- [Dec72] R. F. Decker et C. SIMS, "Metallurgy of Nickel-Base Alloys", C. Sims and W. Hagel, TMS, *Superalloys*, 11, 1972, 33-77.
- [Deh05] M. Dehmas, J. Lacaze, M. C. Lafont et B. Viguiier, "TEM study of high temperature of delta phase in 718 alloy", Private communication, 2005.
- [Des94] Y. Desvallées, M. Bouzidi, F. Bois et N. Beaudé, "Delta phase in Inconel 718: mechanical properties and forging requirements", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1991, 337-350.
- [Don94] J. Dong, X. Xie, Z. Xu et S. Zhang, " TEM Study on microstructure behaviour of alloy 718 after long time exposure at high temperature", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1994, 649-658.
- [Eis65] H. Eiselstein, "Metallurgy of columbium-hardened nickel-iron alloy", *Advances in technology of stainless steels and related alloys*, 369, 1965, 62-79.
- [Fan92] T. Fang, S. J. Kennedy, L. Quan et T. J. Hicks, "The structure and paramagnetism of  $Ni_3Nb$ ", *Journal of physics: Condensed matter*, 4, 1992, 2405-2414.
- [Fel89] H. Feldstein et Omar Mendoza, "Analysis and elimination of time dependant notch sensitivity in alloy 718", *Superalloy 718 - Metallurgy and applications*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1989, 655-671
- [Fip79] J. S. Fipphen et R. B. Sparks, "Using Differential Thermal Analysis to Determine Phase Change Temperatures", *Metal Progress*, April 1979, 56-59.
- [Fu09] S. H. Fu, J. X. Dong, M. C. Zhang et X. S. Xie, "Alloy design and development of Inconel 718 type alloy", *Materials Science and Engineering A*, 499, 2009, 215-220.

## Références bibliographiques

---

- [Gao96] M. Gao, S. Chen, D. G. Harlow et R. P. Wei, "Preferential coarsening of  $\gamma'$  precipitates in Inconel 718 during creep", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27, 1996, 3391-3398.
- [Gar91] C. I. Garcia, D. E. Camus, E. A. Loria et A. J. DeArdo, "Microstructural refinement of as-cast alloy 718 via thermomechanical processing", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1991, 925-939.
- [Gar92] C. I. Garcia, A. K. Lis, E. A. Loria et A. J. DeArdo, "Thermomechanical process and continuous cooling transformation behavior of IN-718", in *Superalloys 1992*, ed. S. D. Antolovich, R. W. Stusrud, R. A. MacKay, D. L. Anton, T. Khan, R. D. Kissinger, D. L. Klarstrom, TMS, 1992, 527-536.
- [Gen97] L. Geng, Y. S. Na et Nho-Kwang Park, "Continuous cooling transformation behavior of alloy 718", *Materials Letters*, 30, 1997, 401-405.
- [Get96] C. Getrey, "Relaxation des contraintes sous irradiation dans les superalliages base nickel", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 1996.
- [Gha86] A. EL Gharad, "Comportement en fatigue-relaxation de l'alliage 800 (Z 5 NCT A 33-21) à 550°C : influence du vieillissement et prévision a long terme", Thèse de doctorat, Faculté des sciences de l'université de Metz, 1986.
- [Gui94] F Guillet, P. Cénédèse, Y. Calvayrac, M. Bessière et S. Lefebvre, "Détermination des paramètres d'ordre à courte distance dans une phase  $Ni_2CoCr$  : résultats préliminaires", *Journal de Physique III*, 4, 1994, 59-63.
- [Guo91] E. Guo, F. Xu et E. A. Loria, "Effect of heat treatment and compositional modification on strength and thermal stability of alloy 718", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1991, 389-396.
- [Han82] Y. F. Han, P. Deb et M. C. Chatuverdi, "Coarsening behaviour of  $\gamma'$  and  $\gamma$ " particles in Inconel alloy 718 ", *Metal Science*, 16, 1982, 555-561.
- [Haz01] A. Hazotte, M. Dehmas, P. Weisbecker, E. Gautier et C. Dumont, "Quantitative analysis of the volume fraction of acicular  $\delta$  phase in an Inconel 718 alloy", *Progress in metallography*, ed. F. Miicklich, 2001, 225-228.
- [Hem93] K. J. Hemker, B. Viguier et M. J. Mills, "Dislocation core structures in the ordered intermetallic alloy TiAl", *Materials Science & Engineering A*, 164, 1993, 391-394.
- [Hir82] J. P. Hirth et J. Lothe, "Theory of dislocations", Wiley, New York, 2nd Ed., 1982, 602-603.

## Références bibliographiques

---

- [Hou75] J. P. Houvin, C. Frantz et M. Gantois, "Mécanismes cellulaires de transformation des précipités métastables  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  et  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  dans quelques alliages de Nickel", *Mémoire Scientifique Revue Métallurgique*, 159, 1975, 159-170.
- [Kau69] A. Kaufman, N. J. Hoffman et H. Lipson, "Intensity anomalies in the X-Ray diffraction pattern of  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  and their relationship to those martensite", *Scripta Metallurgica*, 3, 1969, 715-720.
- [Kir69] I. Kirman, "Precipitation in the Fe-Ni-Cr-Nb System", *Journal of the iron and Steel instute*, 207, 1969, 1612-1618.
- [Kir70] I. Kirman et D. H. Warrington, "The precipitation kinetics of  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  phases in a Ni-Fe-Cr-Nb alloy", *Metall. Trans. 1*, 1970, 2667-2675.
- [Kot68] P. S. Kotval, "Identification of the strengthening phase in Inconel 718", *Transactions of the metallurgical society of AIME*, 242, 1968, 1764-1765.
- [Kus95] K. Kusabiraki, S. Araie, I. Hayakawa et T. Ooka, "Precipitation and growth of delta-phase ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) in a Ni-15Cr-8Fe-6Nb alloy", *ISIJ*, 35, 1995, 524-530.
- [Kus97] K. Kusabiraki, "Stacking faults of metastable  $\gamma$ " phase precipitated in an Ni-15Cr-8Fe-6Nb alloy", *Metallurgical Science et Technology*, 13, 1997, 369-374.
- [Kus99] K. Kusabiraki, T. Tsutsumi et S. Saji, "Effects of cold rolling and annealing on the structure of  $\gamma$ " precipitates in a Ni-18Cr-16Fe-5Nb-3Mo alloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30, 1999, 1923-1931.
- [Lia98] Q. Liang et W.T. Reynolds, Jr. "Determining Interphase Boundary Orientations from Near-Coincidence Sites", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 29, 1998, 2059-2072
- [Li02] R. B. Li., M. Yao, W. C. Liu et X. C. He, "Isolation and Determination for  $\delta$ ,  $\gamma'$  and  $\gamma$ " phases in Inconel 718 alloy", *Scripta Materiala*, 46, 2002, 635-638.
- [Liu99] W. Liu, Zhonglin Chen, Furen Xiao, Shaogang Wang et Mei Yao, "Strain-Induced precipitation of  $\gamma$ "  $\rightarrow$   $\delta$  Transformation in Inconel 718", *Z. Metallkd.* 90, 2, 1999, 147-152.
- [Mar82] A. E. Marsh, "Aerospace forgings - materials, processes, products", *Metallurgia*, January, 1982, 10-20.
- [Mar07] M. Martinez, "Transformation de phases et comportement à l'oxydation d'alliages Fe-Al", Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [Mau79] G. E. Maurer, J. Domingue, et W.J. Boesch, "Superalloy Design with Differential Thermal Analysis", *Proceedings of the 27th Annual Meeting of the Investment Casting Institute*, Rosemont, IL., 1979, 16:01-1623.

## Références bibliographiques

---

- [Moh92]** P. V. Mohan Rao, K. Satyanarayana Murthy, S. V. Suryanarayana et S. V. Nagender Naidu, "Effect of ternary additions on the room temperature lattice parameters of Ni<sub>3</sub>Al", *Physica status solidi, A*, 133, 1992, 231-235.
- [Mor98]** J. P. Morniroli, "Diffraction électronique en faisceaux convergents à grande angle: applications aux défauts cristallins", Edition SFMICRO, 1998.
- [Na03]** Y. S. Na, J. T. Yeom, N. K. Park et J. Y. Lee, "Simulation of microstructures for alloy 718 blade forging using 3D FEM simulator", *Journal of Materials Processing Technology*, 141, 2003, 337-342
- [Nia10a]** A. Niang, B. Viguiet et J. Lacaze, "Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718", *Materials Characterisation*, 61, 2010, 525-534.
- [Nia10b]** A. Niang, J. Huez, J. Lacaze et B. Viguiet, "Characterising precipitation defects in nickel based 718 alloy", *Materials Science Forum*, 636-637, 2010, 517-522.
- [Obl74]** J.M. Oblak, D. F. Paulonis et D.S. Duvall, "Order Strengthening in Nickel base Alloys Hardened by D0<sub>22</sub>  $\gamma$ " precipitates", *Metall. Trans.*, 5, 1974, 143- 153.
- [Ora91]** B. A. Oradei et J. Radavich, "A current T.T.T. Diagram for wrought alloy 718", in *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, E.A. Loria ed. The Minerals, Metals and Materials Society, 11, 1991, 325-335.
- [Pat01]** S. J. Patel et G. D. Smith, "The role of niobium in wrought superalloys", in "International symposium niobium 2001", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, 1081-1109.
- [Pau69]** D. F. Paulonis, J. M. Oblak et D. S. Duvall, "Precipitation in nickel-base alloy 718", *Trans. ASM*, 62, 1969, 611-622.
- [Pen96]** J. M. Penisson, "Analyse chimique d'un superalliage base nickel par microscopie électronique à haute résolution" *Journal de Physique III*, 6, 1996, 117-123.
- [Ram72]** V. Ramaswamy, P. R. Swann et D. R. F West, "Observations on intermetallic compound and carbide precipitation in two commercial nickel-base superalloys", *J. Less-Common Metals*, 27, 1972, 17-26.
- [Riz69]** J. F. Rizzo et J. D. Buzzanell, "Effect of chemistry variations on the structural stability of alloy 718", *Journal of metals*, 21, 1969, 501-543.
- [Ron99]** Y. Rong, S. Chen, G. Hu, M. Gao et R. P. Wei, "Prediction and characterization of variant electron diffraction patterns for  $\gamma$ " and  $\delta$  precipitates in an Inconel 718 alloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30, 1999, 2297-2303.

## Références bibliographiques

---

- [Sch01]** R. E. Schafrik, D. D. Ward et J. R. Groh, "Application of alloy 718 in GE aircraft engines: past, present and next five years", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, pp. 1-11.
- [Sen69]** D. Senicourt et M. P. Annarumma, "Structure et cristallographie de l'eutectique orienté Ni-Ni<sub>3</sub>Nb", *C. R. Acad. Sc. Paris*, t. 269, 1969, 591-594.
- [Sla93]** C. Slama, "Analyse des évolutions structurales et des processus de précipitation intervenant dans l'alliage à base de nickel INCONEL 718 (NC19FeNb). Incidence de la microstructure sur les propriétés mécaniques", Thèse de doctorat, Université de Paris-Sud Centre d'Orsay, 1993.
- [Sla97a]** C. Slama, C. Servant et G. Cizeron, "Ageing of the Inconel 718 alloy between 500 and 750°C", *J. Mater. Res.* 12, 1997, 2298-2316.
- [Sla97b]** C. Slama et G. Cizeron, "Etude du comportement structural de l'alliage NC19FeNb (Inconel 718)", *J. Phys. III*, 7, 1997, 665-688.
- [Sla00]** C. Slama et M. Abdellaoui, "Structural characterization of the aged Inconel 718", *J. Alloy Compounds*, 306, 2000, 277-284.
- [Spo96]** D. L. Sponseller, "Differential Thermal Analysis of Nickel-base Superalloys", *Superalloys 1996*, edited by R. D. Kissinger, D. J. Deye, D. I. Anton, A. D. Cetel, M. V. Nathal, T. M. Pollock and V. A. Woodford, The Minerals, Metals & Materials Society, 1996, 259-270.
- [Sta87]** P. A. Stadelmann, "A software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science", *Ultramicroscopy*, 21, 1987, 131-146.
- [Sto01]** M. Stockinger, E. Kozeschnik, B. Buchmayr et W. Horvath, "Modelling of delta-phase dissolution during preheating of Inconel 718 turbine disks", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, 141-148.
- [Sun88]** M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et S. Banerjee, "Precipitation of the delta-Ni<sub>3</sub>Nb phase in two nickel base superalloys", *Metall. Trans. A*, 19, 1988, 453-465.
- [Sun93]** M. Sundararaman et P. Mukhopadhyay, "Overlapping of  $\gamma$ " precipitate variants in Inconel 718", *Materials Characterization*, 31, 1993, 191-196.
- [Sun94]** M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay et S. Banerjee, "Precipitation and room temperature deformation behaviour of Inconel718", *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1994, 419-440.

## Références bibliographiques

---

- [**Tai96**] K. Taibi, M. Loubradou, S. Lay et R. Bonnet "Structure d'une dislocation-marche séparant deux facettes interfaciales de différentes natures (Ni/Ni<sub>3</sub>Nb)", C. R. Acad. Sci. Paris, t.322, 1996, 409-414.
- [**Tho06**] A. Thomas, M. El-Wahabi, J. M. Cabrera et J. M. Padro, "High temperature deformation of inconel 718", Journal of Materials Processing Technology, 177, 2006, 469-472.
- [**Tou08**] F. Touratier, "Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base nickel MC2 en fluage aux très hautes températures", Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.
- [**Tu67**] K. N. Tu et D. Turnbull, "Morphology of cellular precipitation of tin from lead – tin Bicrystals-II", Acta Metallurgica, 15, 1967, 1317-1323.
- [**Ver90**] P. Vermet-Lozach, "Mécanismes et mécanique de l'endommagement de fluage. Cas de l'alliage 800 a 550°C", Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des mines de Paris, 1990.
- [**Vil97**] P. Villars, "Crystallographic data for intermetallic phases", ASM international Pearson Handbook, The Materials Information Society, 2, 1997.
- [**Wlo94**] S. T. Wlodek et R. D. Field, "Effects of long time exposure on alloy 718", in Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives, ed. E.A. Loria, TMS, 1994, 659-671.
- [**Xie94**] X. Xie, Q. Liang, J. Dong, W. Meng et Z. Xu, "Investigation on high thermal stability and creep resistant modified Inconel 718 with combined precipitation of  $\gamma$ " and  $\gamma'$  ", Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives , edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1994, 711-720.
- [**Xie05**] X. Xie, C. Xu, G. Wang, J. Dong, W-D. Cao et R. Kennedy, "T.T.T. diagram of a newly developed nickel-base superalloy-allvac 718 plus", Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives , edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 2005, 193-201.
- [**Yan97**] L. Yang, K-M. Chang, S. Mannan et J. deBarbadillo, "A new DTA approach for verifying precipitate solvus in inconel alloy 718", Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives , edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals and Materials Society, 1997, 353-365.
- [**Zha86a**] J. P. Zhang, H. Q. Ye et J. K. H. Kuo, "A high-resolution Electron Microscopy study of domain structure in Ni<sub>3</sub>Nb", Phys. stat. sol. (a), 93, 1986, 35-44.
- [**Zha86b**] J. P. Zhang, H. Q. Ye, J. K. H. Kuo et S. Amelinckx "A high-resolution Electron Microscopy study of domain structure in Ni<sub>3</sub>Nb", Phys. stat. sol. (a), 93, 1986, 457-462.

**Annexe A***Cristallographie des phases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$* 

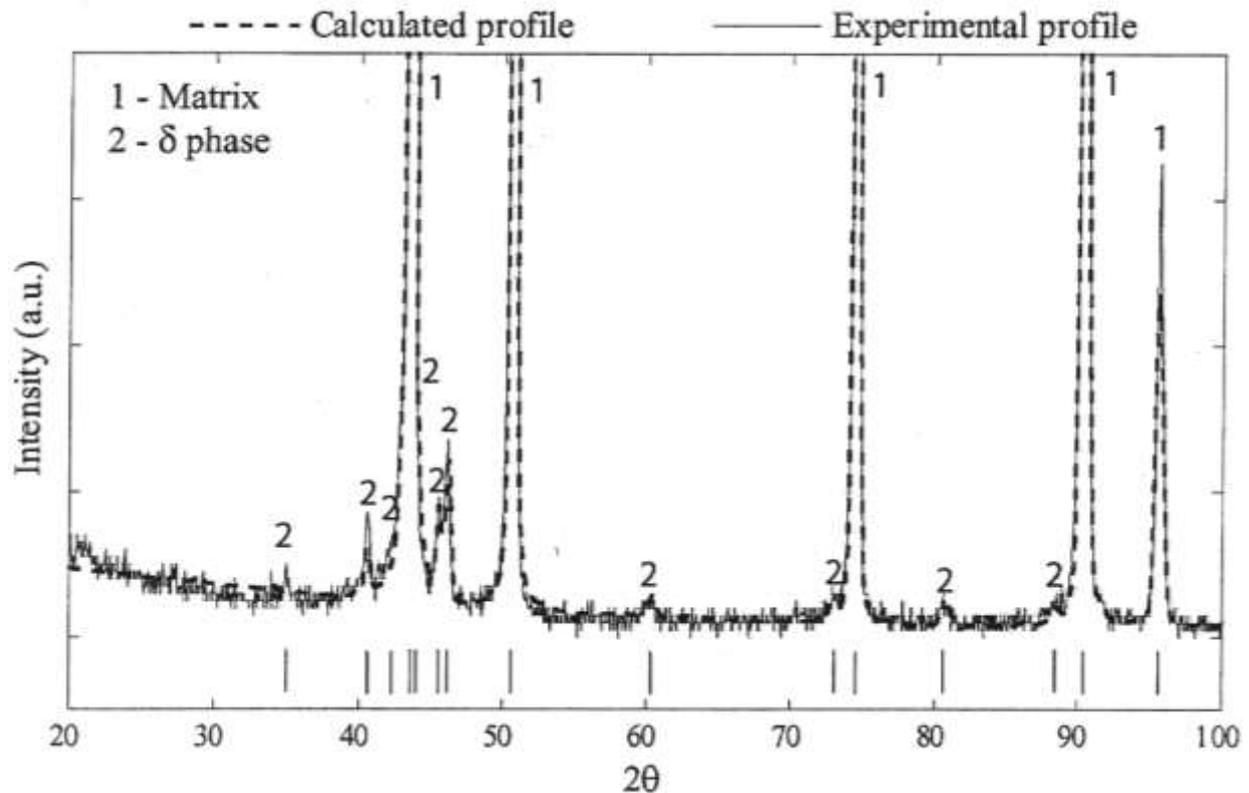
Phases	N° et groupe d'espace (SG)	Pearson Symbol	Positions de Wyckoff
$\gamma$	225. $Fm\bar{3}m$	cF4	Ni. 4a $x=0$ ; $y=0$ ; $z=0$
$\gamma'$	221. $Pm\bar{3}m$	cP4	Al. 1a $x=0$ ; $y=0$ ; $z=0$ Ni. 3c $x=0$ ; $y=0,5$ ; $z=0,5$
$\gamma''$	139. $I4/mmm$	tI8	Nb. 2a $x=0$ ; $y=0$ ; $z=0$ Ni. 2b $x=0$ ; $y=0$ ; $z=0,5$ Ni. 4d $x=0$ ; $y=0,5$ ; $z=0,25$
$\delta$	56. $Pmmn$	oP8	Ni. 2a $x=0$ ; $y=0$ ; $z=0,3182$ Nb. 2b $x=0$ ; $y=0,5$ ; $z=0,6513$ Ni. 4f $x=0,7494$ ; $y=0$ ; $z=0,8414$

**Tableau A** : Données sur la cristallographie des phases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$

## Annexe B

### Détermination des paramètres de maille des phases $\gamma$ et $\delta$ [Deh05]

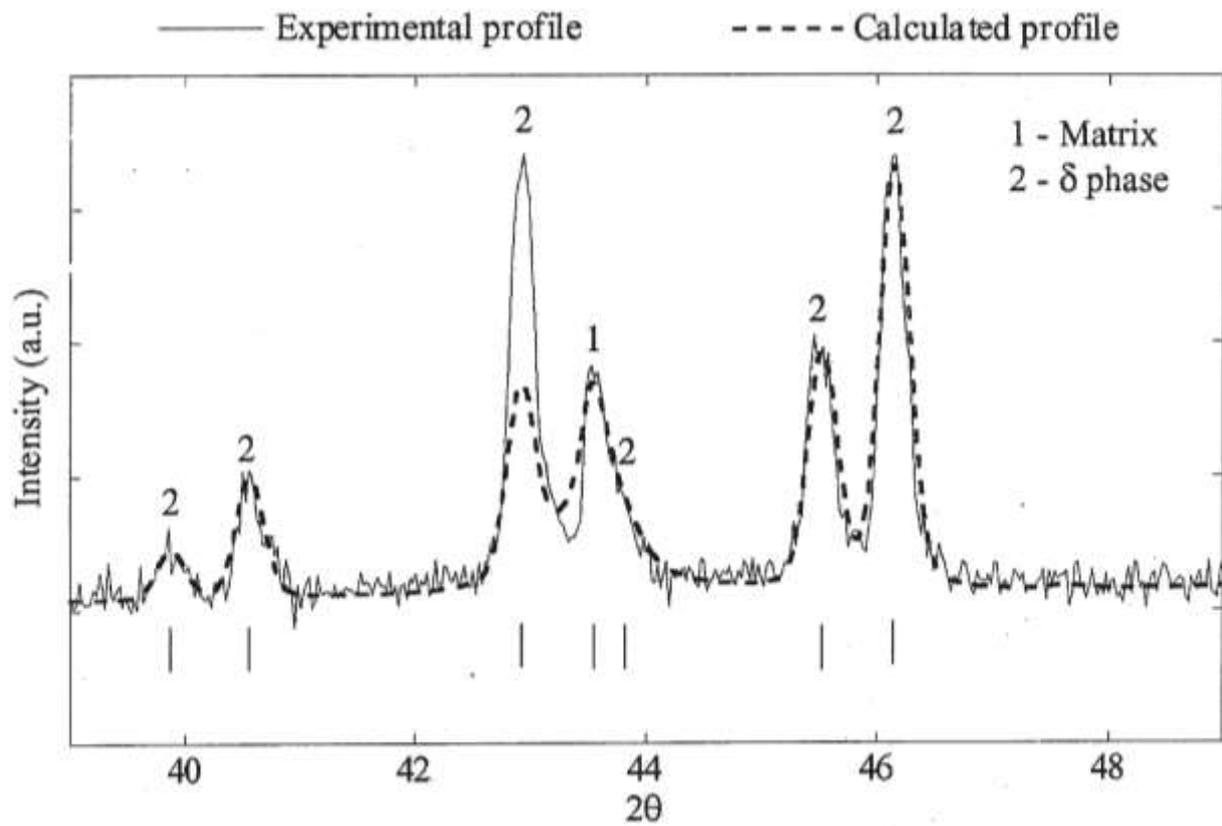
M. Dehmas et ses collaborateurs [Deh05] ont effectué des analyses sur un matériau massif et sur de la poudre de phase  $\delta$  extraite de l'échantillon massif. La figure B-1 représente les diffractogrammes expérimentaux réalisés sur un échantillon massif (T.T.960°C/3h) et les diffractogrammes calculés.



**Figure B-1** : Diffractogrammes expérimentaux et calculés. Les analyses ont été réalisées sur un échantillon massif [Deh05].

Sur ces diffractogrammes, les pics nommés (1) représentent la matrice  $\gamma$  et les pics nommés (2) sont représentatifs de la phase  $\delta$ . Les valeurs des paramètres de maille déduites pour la phase  $\delta$  sont  $a = 0,5108$  nm,  $b = 0,4214$  nm,  $c = 0,4521$  nm et pour la phase  $\gamma$  la valeur du paramètre de maille  $a$  est de  $0,3601$  [Deh05].

La figure B-2 représente les diffractogrammes expérimentaux réalisés sur de la poudre extraite de l'échantillon massif (T.T.960°C/3h) et les diffractogrammes calculés.



**Figure B-2** : Diffractogrammes expérimentaux et calculés. Les analyses ont été réalisées sur poudre extraite de l'échantillon massif (TT960°C/3h) [Deh05].

Nous remarquons que les pics sont beaucoup plus intenses sur le diffractogramme obtenu après extraction de précipités que sur celui obtenu sur le matériau massif.

## Annexe C

### Calcul de la fraction massique de niobium consommée lors de la précipitation de la phase $\delta$

Pour une fraction volumique de la phase  $\delta$  donnée, on peut calculer la fraction massique de niobium consommée lors de la précipitation de cette phase.

Par définition, la fraction massique de la phase  $\delta$  contenue dans l'alliage s'exprime par :

$$f_{m_\delta} = \frac{\text{masse } \delta}{\text{masse } Tot} = \frac{\rho_\delta \times v_\delta}{\rho_{Tot.} \times v_{Tot}} \text{ où } \rho_\delta \text{ et } \rho_{Tot.} \text{ sont les massiques volumiques respectives}$$

de la phase  $\delta$  et de l'alliage.  $V_\delta$  et  $V_{Tot.}$  sont les volumes respectivement occupés par la phase  $\delta$  et l'alliage. Or, la fraction volumique de la phase  $\delta$ ,

$$f_{v_\delta} = \frac{Vol.\delta}{Vol.total} \text{ est identique à la fraction surfacique mesurée.}$$

La fraction massique de niobium dans  $\delta$  est :

$$f_{m/Nb/\delta} = \frac{m_{Nb/\delta}}{\text{masse } Tot.} = f_{m_\delta} \times \frac{M_{Nb}}{M_{Nb} + 3M_{Ni}}.$$

De plus,  $f_{m_\delta}$  est déjà connue. Ce qui nous donne enfin

$$f_{m/Nb/\delta} = f_{v_\delta} \times \frac{\rho_\delta}{\rho_{Tot.}} \times \frac{M_{Nb}}{M_{Nb} + 3M_{Ni}}.$$

Si nous prenons la valeur de la fraction volumique de la phase  $\delta$  que nous avons trouvée à la température haute de chauffage de 1020°C, on peut calculer la fraction de niobium consommée à cette température.

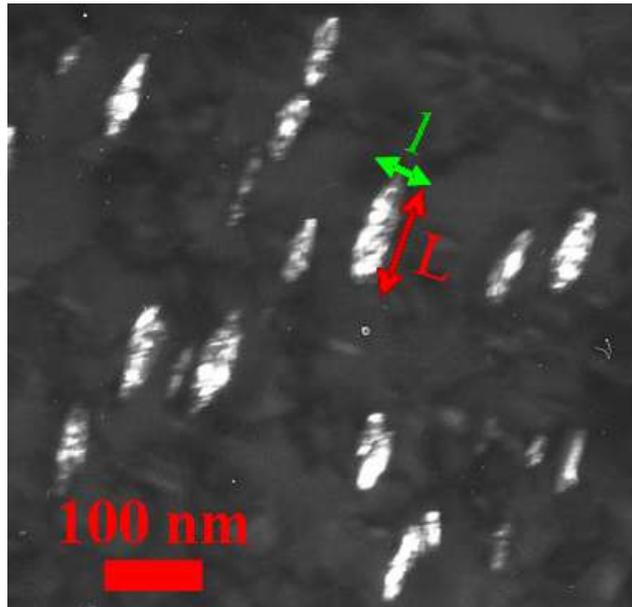
$$f_{m/Nb/\delta} = 1,42 \times \frac{8,45}{8,19} \times \frac{92}{92 + 3 \times 58,70} = 0,502\%.$$

La teneur massique en niobium de l'alliage à l'état de réception étant de 5,28 %, on peut donc déduire qu'environ 10 % de la teneur massique en niobium de l'alliage ont servi à la précipitation de 1,42 % de  $\delta$  pour l'essai d'ATD réalisé avec une température haute de chauffage de 1020°C.

## Annexe D

Tableau récapitulatif de 30 mesures de tailles de précipités réalisées sur les deux variants A et B de  $\gamma''$  observés avec l'axe de zone de type  $\langle 100 \rangle_{\gamma''}$ .

Les mesures des tailles des précipités  $\gamma''$  ont été effectuées dans le sens transversal «l» et longitudinal «L» pour chaque échantillon avec sa température haute de chauffage donnée comme nous le montrons sur la figure D-1.



**Figure D** : Micrographie en champ sombre du variant nommé A des précipités  $\gamma''$ . Echantillon d'ATD 980°C/1sec.

Nous présentons sur les tableaux D-1 et D-2 les mesures détaillées des tailles des précipités  $\gamma''$  réalisées respectivement sur les variants A et B.

Traitement Thermique (°C)	940		980		1020		1100	
Variant	A	B	A	B	A	B	A	B
Longueur des précipités L (nm)	94	154	45	140	19	25	23	20
	98	28	49	204	30	39	27	22
	49	95	66	1	21	25	34	26
	61	67	139	59	19	37	32	18
	110	106	68	73	21	28	5	32
	51	78	82	57	23	28	50	16
	75	69	24	254	26	23	34	22
	61	152	78	121	23	30	45	22
	135	56	139	99	26	23	45	22
	84	106	73	145	19	18	54	30
	135	122	40	100	49	18	27	30
	73	137	40	121	23	28	34	22
	33	74	150	145	28	23	38	24
	118	78	78	82	32	30	47	22
	63	95	129	126	21	28	29	26
	82	63	204	31	23	28	38	24
	96	72	28	29	28	23	41	50
	106	124	179	120	17	28	36	22
	69	85	54	62	28	23	25	16
	61	117	38	68	26	18	38	30
	59	72	49	106	26	32	20	26
	92	95	303	26	38	28	38	24
	53	104	5	38	28	23	32	26
	75	67	172	115	23	23	2	28
	88	104	66	90	28	28	34	20
	71	141	141	124	23	25	27	24
	104	98	176	114	21	18	2	34
	53	111	85	140	30	37	25	28
	114	106	125	65	17	32	32	26
	102	78	155	77	26	30	43	24
<b>Longueur moyenne &lt;L&gt; (nm)</b>	<b>82</b>	<b>95</b>	<b>99</b>	<b>98</b>	<b>25</b>	<b>27</b>	<b>32</b>	<b>25</b>

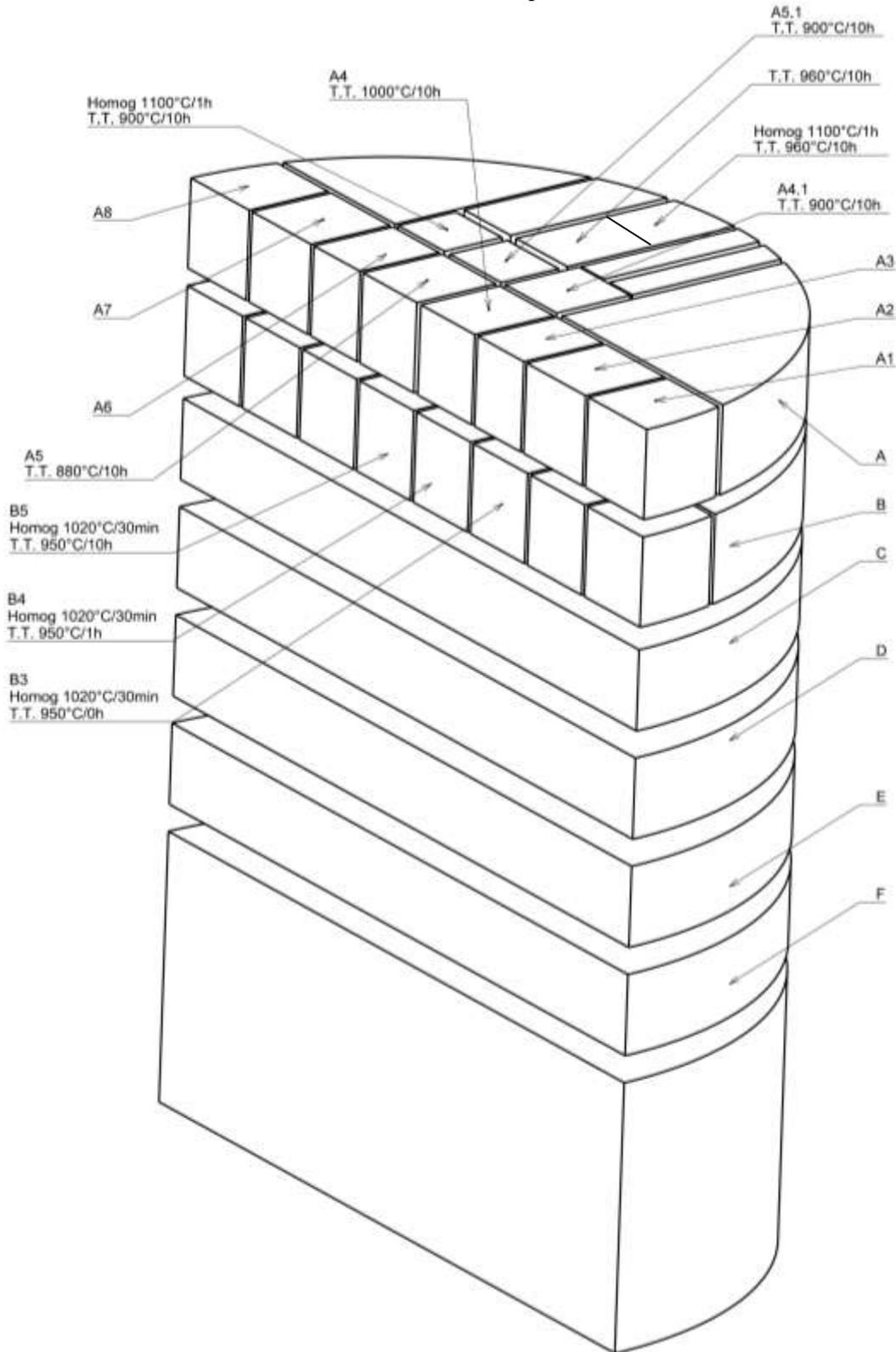
*Tableaux D-1* : Mesures des tailles des précipités  $\gamma''$  réalisées sur le variant A.

Traitement Thermique (°C)	940		980		1020		1100	
Variant	A	B	A	B	A	B	A	B
<b>Largeur des précipités l (nm)</b>	35	72	38	23	12	19	16	14
	45	28	26	31	16	19	16	16
	29	37	19	25	12	14	16	24
	39	35	47	35	12	16	18	14
	51	50	45	17	12	13	5	20
	31	20	28	25	12	16	23	14
	31	28	47	27	17	12	27	16
	43	78	40	28	13	16	20	16
	69	33	47	29	17	10	29	16
	45	130	45	31	11	12	23	16
	59	43	38	55	31	8	20	20
	39	50	31	29	14	12	18	16
	24	33	54	66	15	12	25	18
	57	37	33	15	17	15	32	14
	39	50	66	29	12	12	18	14
	43	41	66	56	14	17	20	14
	43	28	33	48	14	12	29	32
	53	59	59	46	10	16	29	14
	33	39	31	46	16	12	16	14
	43	59	35	43	16	14	16	34
	33	37	52	30	14	16	20	18
	43	37	106	23	23	17	25	16
	39	59	5	23	15	10	18	18
	37	35	54	34	13	13	2	20
	47	48	47	28	16	16	20	14
	43	48	66	28	13	14	14	16
	49	59	61	29	11	8	2	26
	35	41	49	31	16	24	11	14
	55	41	49	55	8	20	23	18
	45	33	78	29	14	19	23	18
<b>Largeur moyenne &lt;l&gt; (nm)</b>	<b>42</b>	<b>46</b>	<b>46</b>	<b>34</b>	<b>14</b>	<b>14</b>	<b>19</b>	<b>18</b>

*Tableaux D-2* : Mesures des tailles des précipités  $\gamma''$  réalisées sur le variant B.

## Annexe E

Schéma de découpe du demi-rondin de l'alliage et repérage des zones ayant subi les différents traitements thermiques :



**Figure E** : Schéma de découpe du demi-rondin de l'alliage et repérage des zones ayant subi les différents traitements thermiques.

