



**HAL**  
open science

## Relation entre les propriétés structurales et la morphologie des précipités $\gamma'$ du superalliage monocristallin à base de nickel AM1

A. Royer, P. Bastie, D. Bellet, C. Zeyen

► **To cite this version:**

A. Royer, P. Bastie, D. Bellet, C. Zeyen. Relation entre les propriétés structurales et la morphologie des précipités  $\gamma'$  du superalliage monocristallin à base de nickel AM1. *Journal de Physique IV Proceedings*, 1994, 04 (C3), pp.C3-105-C3-110. 10.1051/jp4:1994314 . jpa-00252511

**HAL Id: jpa-00252511**

**<https://hal.science/jpa-00252511>**

Submitted on 4 Feb 2008

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

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

## Relation entre les propriétés structurales et la morphologie des précipités $\gamma'$ du superalliage monocristallin à base de nickel AM1

A. ROYER, P. BASTIE, D. BELLET et C.M.E. ZEYEN\*

*Laboratoire de Spectrométrie Physique, URA 8 du CNRS, Université Joseph Fourier - Grenoble I, BP. 87, 38402 Saint Martin d'Hères cedex, France*

*\* Institut Laue-Langevin, BP. 156, 38042 Grenoble cedex 9, France*

### Abstract :

Measurements of the distortion of the lattice cells and of the lattice parameter mismatch between the  $\gamma$  and  $\gamma'$  phases of two AM1 single crystal superalloy samples with different morphology of the precipitates are reported as a function of temperature. They show that these quantities are strongly influenced by the shape and the size of the precipitates and are not intrinsic properties of the alloy. The dilatation of each phase is deduced from the study of the crept sample and allows to propose a scheme for the evolution of the lattice parameter of the heat-treated sample. In particular a cross over from an elastic accommodation to a plastic relaxation is evidenced.

### Introduction :

Les superalliages à base de nickel à forte fraction volumique de phase ordonnée  $\gamma'$  (70%) sont utilisés pour la fabrication des aubes monocristallines de turbine de moteur d'avion car ils possèdent de bonnes propriétés mécaniques à haute température. Celles-ci sont dues à la présence des précipités de phase  $\gamma'$  qui bloquent le mouvement des dislocations et dépendent de leur forme, de leur taille et de leur arrangement au sein du matériau /1/. Ces grandeurs sont influencées par les traitements thermiques initiaux et évoluent avec l'histoire thermo-mécanique des aubes. On observe en particulier une coalescence des précipités  $\gamma'$  sous forme de cuboïdes de 0,4 à 0,5  $\mu\text{m}$  de côté lors des traitements thermiques standards et sous l'effet de contraintes appliquées à haute température, ceux-ci évoluent pour former des plaquettes /2/. Dans le cas du superalliage AM1 /3/, utilisé par la SNECMA, ces plaquettes s'orientent perpendiculairement à la direction de la contrainte appliquée dans le cas d'une traction et parallèlement à celle-ci dans le cas d'une compression. Les origines microscopiques de ces comportements sont multiples (chimiques, structurales, ...); il a été montré, entre autres, que les hétérogénéités chimiques dues à la croissance dendritique de ces cristaux, induisent des coalescences orientées des précipités /4/. Dans ce travail, nous avons examiné l'influence de paramètres structuraux tels que les écarts à la structure cristallographique cubique des deux phases et la différence de paramètre de maille  $\delta=(a' - a)/<a>$  entre précipités et matrice. En effet, des modèles, basés sur des calculs d'élasticité tels que celui de Pineau /5/ et prédisant ce type de coalescence orientée sous contrainte, considèrent le

signe et la valeur de  $\delta$  comme étant des paramètres importants. De plus, des mesures récentes ont montré que la valeur de  $\delta$  ne dépendait pas que du superalliage considéré mais aussi de la morphologie des précipités: profils de diffraction neutronique différents suivant la vitesse de refroidissement et donc, suivant la taille des précipités /6/ et pour des précipités sous forme de plaquettes, valeur et signe de  $\delta$  différents à température ambiante entre l'orientation perpendiculaire aux plaquettes et celles parallèles /7/.

Dans cet article, nous reportons d'une part, des mesures de  $\delta$  en fonction de la température pour deux morphologies de précipités  $\gamma'$  (cuboïdes et plaquettes) et, d'autre part, des observations de distorsion des mailles cubiques des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  induites élastiquement ou plastiquement par les contraintes internes ou appliquées. Puis nous proposons un modèle qualitatif permettant de relier les évolutions structurales à la morphologie des précipités.

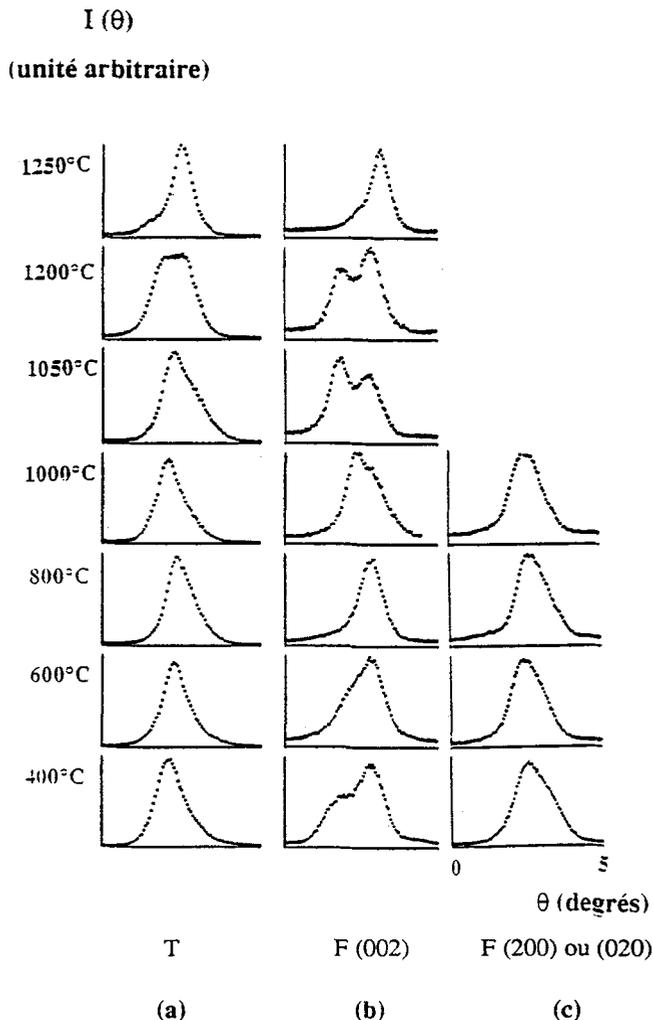
### Méthodes expérimentales :

Deux techniques permettant des mesures en fonction de la température ont été utilisées sur des échantillons de plusieurs dizaines de mm<sup>3</sup>, les hétérogénéités chimiques locales étant ainsi moyennées. Ce sont la diffractométrie  $\gamma$  /8/ et la diffraction haute résolution des neutrons. Les expériences ont été réalisées à l'Institut Laue Langevin (Grenoble). Les distorsions essentiellement tétraogonales des mailles cubiques ont été mises en évidence par diffraction  $\gamma$  en comparant les largeurs des raies (200) et (220) suivant la méthode proposée précédemment /6/. Pour cette étude, la source d'or ( $\lambda=0,03\text{\AA}$ ) a été préférée à celle de césium car elle permet d'obtenir un meilleur rapport signal sur bruit. La détermination des paramètres de maille et la mesure du désaccord paramétrique des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  ont été effectuées par diffraction neutronique sur l'instrument S21 de l'ILL /9/ qui permet de travailler à grand angle de Bragg ( $\theta = 80^\circ$ ) augmentant ainsi la sensibilité en  $\Delta d/d$ . La méthode d'analyse des pics de diffraction est semblable à celle qui a été utilisée pour l'étude du CMSX-2 /6/.

Deux échantillons d'AM1 ayant des morphologies de précipités différentes ont été étudiés :

- le premier (échantillon T) n'avait subi au début des expériences qu'un traitement thermique d'homogénéisation de 30 minutes à 1300°C suivi d'un refroidissement sous vide à environ 80°C/mn conduisant à des précipités  $\gamma'$  de forme cuboïdale ayant approximativement 0,3 $\mu\text{m}$  de côté. Cependant le temps d'acquisition des données étant de l'ordre de 20mn par température, la morphologie des précipités évolue durant l'expérience, surtout pendant les mesures à haute température.

- le deuxième (échantillon F) après un traitement thermique type ONERA (1300°C/6h, refroidissement sous air (r.a.), 1150°C/1h, r.a., 870°C/16h) avait subi un essai de fluage en traction selon la direction  $\langle 001 \rangle$  à 1050°C sous 140 MPa interrompu après 118 h; la déformation résultante était de 0,58% et les précipités  $\gamma'$  se présentaient sous forme de plaquettes perpendiculaires à l'axe de déformation. Après fluage, une partie de l'éprouvette a été recuite à 1050°C pendant 24 heures. Aucune différence sur les profils de diffraction neutronique n'ayant été observée à température ambiante entre la partie déformée puis recuite et la partie simplement déformée, on peut estimer que, dans ce cas, la morphologie des précipités n'évolue pratiquement pas entre l'ambiante et 1050°C.

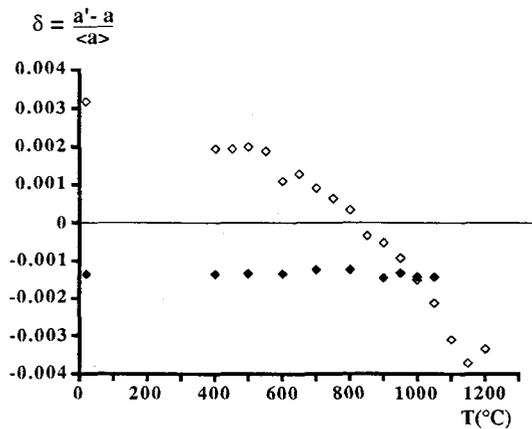
**Résultats et discussion :**

**Fig.1 :** Evolution des profils de diffraction neutronique en fonction de la température  
 (a) échantillon T, précipités cuboïdaux, réflexions (200) ou (020) ou (002)  
 (b) échantillon F, précipités en forme de plaquettes, réflexion (002)  
 (c) échantillon F, précipités en forme de plaquettes, réflexion (200) ou (020)

Les profils de diffraction neutronique obtenus à différentes températures pour les deux échantillons sont montrés figure 1. Dans les deux cas, pour les températures supérieures à 1000°C, la diminution progressive du pic associé à la phase  $\gamma'$  et l'augmentation de celui associé à la phase  $\gamma$  permet de suivre la remise en solution progressive de la phase  $\gamma'$  jusqu'à sa disparition complète entre 1250°C et 1300°C. En première approximation, celle-ci ne dépend pas de la morphologie des précipités /10/. Par contre on constate que pour l'échantillon F, les profils de diffraction ne sont pas les mêmes suivant que l'on considère la direction (00h) perpendiculaire aux plaquettes (fig 1b) ou les directions (h00) et (0h0)

parallèles à celles-ci (fig 1c). Un tel comportement n'est pas observé pour l'échantillon T dont les précipités sont cuboïdaux (fig 1a). On en déduit donc que la valeur et même le signe du désaccord paramétrique  $\delta$  sont influencés par la forme des précipités. Ce résultat est confirmé par le fait qu'après remise en solution de la phase  $\gamma'$  à 1290°C puis précipitation sous forme de cuboïdes, l'échantillon F a retrouvé un comportement semblable à celui de l'échantillon T. La valeur de  $\delta$  n'est donc pas une caractéristique intrinsèque du matériau; elle dépend aussi de la morphologie des précipités et ceci est vraisemblablement à l'origine des controverses sur cette détermination.

Considérons maintenant l'échantillon flué F dont le comportement est plus simple à analyser en raison de l'anisotropie qui a été induite dans le matériau par la déformation en traction. L'évolution de  $\delta$  suivant les directions (002) et (200) ou (020) est reportée figure 2. On constate que, jusqu'à 1050°C, sa valeur de  $-1,4 \cdot 10^{-3}$  selon les directions parallèles aux plaquettes n'évolue pas avec la température alors que selon la direction perpendiculaire à celles-ci, elle passe de  $+3,2 \cdot 10^{-3}$  à la température ambiante, à  $-2,2 \cdot 10^{-3}$  à 1050°C, en s'annulant vers 800°C.



**Fig 2:** Evolution du désaccord paramétrique mesurée sur l'échantillon flué en traction pour les plans parallèles et perpendiculaires à la direction de déformation .

De cette mesure et de celle de la dilatation globale de l'ensemble des deux phases, on constate que la différence de volume des mailles élémentaires des deux phases est proche de zéro à température ambiante et qu'elle augmente avec la température, la phase  $\gamma$  se dilatant plus que la phase  $\gamma'$ . Ceci permet de donner une explication qualitative de l'évolution du désaccord paramétrique avec la température. En effet, durant le fluage, un réseau de dislocations se développe aux interfaces entre les plaquettes  $\gamma$  et  $\gamma'$ . On peut penser que ceci provoque un écrouissage du système qui tend à figer la valeur de  $\delta$  suivant les directions (200) et (020) parallèles aux faces des plaquettes à la valeur que l'on avait à la température et dans les conditions de fluage. La différence de dilatation des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  va donc se répercuter essentiellement suivant la direction (002) d'où la très forte variation de  $\delta_{002}$  observée en fonction la température.

Bien que l'échantillon T traité thermiquement, présente des profils de diffraction semblables suivant les trois directions de type (h00), montrant que la distribution des paramètres de maille dans le matériau est "en moyenne" la même pour chacune d'entre elles, leur analyse est plus délicate car les expériences de diffraction  $\gamma$  montrent des écarts à la structure cubique, essentiellement une distorsion quadratique, l'orientation de l'axe c étant équirépartie selon les trois directions type (h00). De ce fait, le profil de diffraction neutronique ne donne pas directement la valeur du désaccord paramétrique mais seulement la différence  $\Delta d/d$  entre les paramètres de maille extrêmes présents dans l'échantillon. L'évolution en température des profils de diffraction conduit à attribuer cette distorsion quadratique principalement à la phase  $\gamma$ . Ceci semble raisonnable car les contraintes engendrées aux interfaces  $\gamma - \gamma'$  n'ont pas un effet isotrope sur la phase  $\gamma$  qui se présente sous forme de minces couloirs entourant les précipités  $\gamma'$  cuboïdaux. Cette distorsion quadratique augmente avec la température jusque vers 1150°C puis disparaît au dessus alors que la valeur de  $\Delta d/d$  mesurée par les neutrons continue d'augmenter (fig 3).

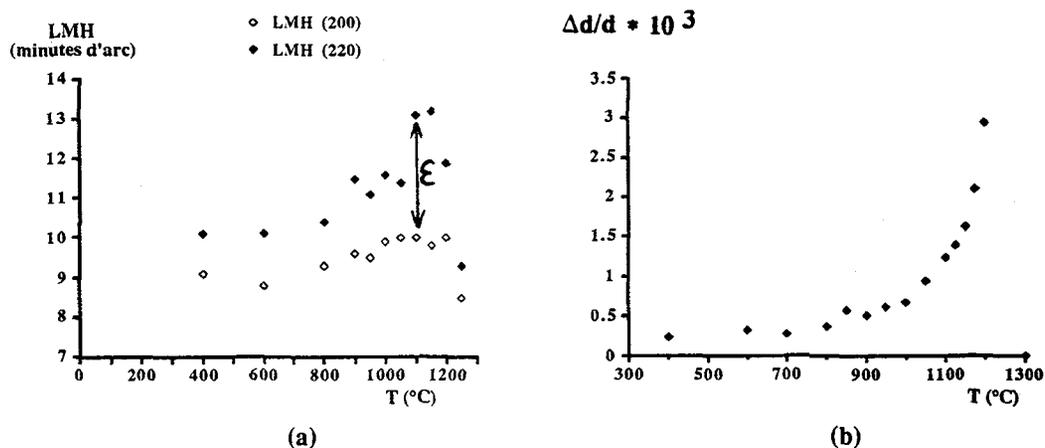


Fig. 3 : Evolution en fonction de la température:

- (a) de l'élargissement des profils de diffraction gamma, relié à l'amplitude de la distorsion tétragonale à travers  $\epsilon = \text{LMH}(220) - \text{LMH}(200)$  (LMH: largeur à mi-hauteur)  
 (b) de  $\Delta d/d$

Des résultats obtenus sur l'échantillon F et des observations effectuées sur l'échantillon T, on peut donner la description suivante de l'évolution des paramètres de maille de cet échantillon. A température ambiante, la faible valeur du désaccord paramétrique entre les deux phases de cet alliage est accommodée de façon élastique induisant la légère distorsion tétragonale qui est observée [11]. Quand T augmente, la plus grande dilatation de la phase  $\gamma$  provoque un accroissement de cette distorsion et des contraintes aux interfaces. A partir de 800°C, cette déformation jusque là essentiellement élastique devient progressivement plastique entraînant une augmentation rapide de  $\Delta d/d$  et de la distorsion tétragonale

jusque vers 1150°C. Puis au-dessus de cette température tandis que la phase  $\gamma'$  se remet progressivement en solution, la relaxation des contraintes aux interfaces devient pratiquement complète, la distorsion tétragonale disparaît, les deux phases redeviennent cubiques et le profil de diffraction neutronique donne directement la valeur du désaccord paramétrique qui est de l'ordre de  $-3 \cdot 10^{-3}$  à cette température. Cette évolution pour des températures supérieures à 1150°C d'une situation fortement contrainte à un état relaxé est confirmée par l'étude de la forme des profils de diffraction neutronique obtenus lors de maintiens en température après refroidissement rapide depuis 1300°C /10/.

### **Conclusion :**

Cette étude a montré que la valeur du désaccord paramétrique dépendait fortement de la morphologie des précipités  $\gamma'$ . Ceci est sans doute à l'origine des controverses sur cette détermination et montre que ce critère de caractérisation entre diverses nuances de superalliages doit être affiné. L'analyse des évolutions en température des profils de diffraction  $\gamma$  et neutronique a mis en évidence un passage d'une accommodation élastique à une relaxation plastique aux niveaux des interfaces  $\gamma/\gamma'$  expliquant l'origine des distorsions des mailles élémentaires et a permis de donner une description de l'évolution des paramètres de maille de chacune des deux phases en fonction de la température.

### **Références :**

- /1/ J.P. Herteman, Matériaux et Techniques, p.559, Octobre-Novembre (1985).
- /2/ P. Caron and T. Khan, Mat. Sci. Eng., 61, 173, (1983)
- /3/ J.H. Davidson, A. Fredholm, T. Khan and J.M. Theret, Brevet n° 83-209 86 (1983)
- /4/ A. Hazotte et J. Lacaze, Scripta Metall., 23, p. 1877 (1989)
- /5/ A. Pineau, Acta Met. 24, 559, (1976)
- /6/ D. Bellet and P. Bastie, Phil. Mag. B 64, 135, 143, (1991)
- /7/ H. A. Kuhn, H. Biermann, T. Ungar and H. Mughrabi, Acta Met. 39, 2783, (1991)
- /8/ J.R. Schneider, J. Appl. Cryst., 7, 6, p. 541 (1974)
- /9/ Guide to Neutron Research Facilities at I.L.L., Yellow Book, p.102 (1988)
- /10/ A. Royer, thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble (1993)
- /11/ A. Hazotte, D. Bellet, J.F. Ganghoffer, S. Denis, P. Bastie and A. Simon, Phil. Mag. Letters, 66, 4, p.189 (1992)