

**THÈSE DE DOCTORAT**  
**DE L'UNIVERSITÉ PSL**

Préparée à MINES ParisTech

**Analyse des mécanismes métallurgiques survenant  
dans l'alliage AD730™ au cours du revenu de relaxation  
des contraintes**

Soutenu par

**Malik DURAND**

Le 18 janvier 2020

Ecole doctorale n° 364

**Sciences Fondamentales et  
Appliquées**

Spécialité

**Mécanique Numérique et  
Matériaux**

Composition du jury :

Alain, JACQUES Professeur, IJL	<i>Rapporteur</i>
Bernard, VIGUIER Professeur, CIRIMAT-ENSIACET	<i>Rapporteur</i>
Rodrigue, DESMORAT Professeur, ENS CACHAN	<i>Examineur</i>
Fabien, PAUMIER Docteur, PHYMAT	<i>Examineur</i>
Jonathan, CORMIER Docteur, ISAE-ENSMA	<i>Examineur</i>
Nathalie, BOZZOLO Professeur, MINES ParisTech	<i>Directeur de thèse</i>
Jean-Michel, FRANCHET Ingénieur, SafranTech	<i>Invité</i>

## RÉSUMÉ

---

Des analyses multi-échelles ont été effectuées en laboratoire pour identifier les mécanismes microstructuraux contrôlant la relaxation des contraintes pendant le traitement de revenu du superalliage pour disques AD730™. Pour une vitesse de refroidissement préalable de 100°C.min<sup>-1</sup> et une contrainte initiale de 500 MPa à 760 °C, l'essai de relaxation montre un comportement atypique avec une relaxation ralentie durant les 25 premières heures, puis, passé ce laps de temps, le comportement en relaxation devient plus classique. Pour comprendre ce comportement atypique, des essais de dilatométrie isotherme ont été utilisés pour découpler les effets de la contrainte et de la température. Ces derniers ont révélé une contraction de l'échantillon lorsqu'il était soumis à une température constante. Cette contraction induit une augmentation de la contrainte pendant l'essai de relaxation pour répondre à la condition de déformation totale imposée constante. La relaxation est alors contrôlée par la compétition entre les mécanismes de relaxation classiques (diffusionnels et dislocationnels selon le niveau de contrainte) qui tendent à diminuer la contrainte et la contraction de l'éprouvette qui, au contraire, augmente la contrainte pendant l'essai. Pour comprendre l'origine de la contraction isotherme, des échantillons de l'alliage AD730™ polycristallins et monogranulaires ont été caractérisés par différentes techniques à différentes échelles. La contraction macroscopique trouve son origine dans la redistribution des éléments chimiques entre la matrice et les précipités durcissants, qui induit une diminution des paramètres de maille des deux phases. Ce travail mené sur l'alliage AD730™ a également confirmé des résultats similaires obtenus pour l'alliage Rene 65 et les mécanismes décrits pourraient très vraisemblablement s'appliquer à d'autres superalliages base nickel pour lesquels une contraction isotherme d'amplitude similaire est également observée. Les mesures réalisées par diffraction des rayons X ont par ailleurs permis d'estimer l'évolution de l'écart relatif des paramètres de mailles pour cet alliage, positif à température ambiante (+0,03%) à négatif (-0,007%) à 900°C, en passant par zéro aux températures typiques du revenu ou ciblées pour la vie en service de l'alliage.

## MOTS CLÉS

---

Superalliage base nickel, relaxation, contrainte, microstructure, désaccord paramétrique

## ABSTRACT

---

Multi-scale microstructural analyses have been performed to identify the microstructural mechanisms controlling stress relaxation during annealing of the AD730™ turbine disk superalloy. After cooling at 100°C.min<sup>-1</sup> and for 500 MPa initial stress value, the relaxation testing at 760°C shows atypical behavior with sluggish relaxation in the first 25 hours before relaxation occurs in a more classical manner. To understand this unusual behavior, isothermal dilatometry tests were used to decouple the effects of stress and of temperature. The later revealed a contraction of the specimens when subjected to a constant temperature. This contraction induces a tendency for an increase in stress during the relaxation test to meet the imposed condition of constant total deformation. Relaxation is then controlled by the competition between the classical relaxation mechanisms (vacancies diffusion and/or dislocation gliding depending on stress level) which tend to lower the stress and the contraction of the specimen which on the contrary tends to increase the stress level. To understand the origin of such macroscopic contraction, polycrystalline and single crystalline samples of the AD730™ alloy were characterized by different techniques, at various scales. Macroscopic contraction arises from the redistribution of chemical species between the matrix and the hardening precipitates which leads to a decrease in the lattice parameters of both phases. This work carried out on the alloy AD730™ also confirmed a similar behavior of the Rene 65 alloy. The described mechanisms most likely could apply also to many other Nickel base superalloys for which similar macroscopic contraction has been reported. Furthermore, X-ray diffraction results also allowed to estimate the lattice misfit evolution, from about +0.03% at room temperature to -0.007% at 900°C, with a close to zero value at typical stress relaxation annealing temperatures or those targeted for in-service life of the alloy.

## KEYWORDS

---

Nickel-based superalloy, relaxation, stress, microstructure, misfit