Défauts interfaciaux liés au début de la coalescence des précipités γ' du superalliage MC2

S. Lay, J. Missiaen, R. Bonnet

► To cite this version:

S. Lay, J. Missiaen, R. Bonnet. Défauts interfaciaux liés au début de la coalescence des précipités γ' du superalliage MC2. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C2), pp.C2-125-C2-133. 10.1051/jp4:1996217 . jpa-00254195

HAL Id: jpa-00254195

<https://hal.science/jpa-00254195>

Submitted on 1 Jan 1996

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.

Défauts interfaciaux liés au début de la coalescence des précipités γ' du superalliage MC2

S. Lay, J.M. Missiaen et R. Bonnet

Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques, E.N.S.E.E.G., CNRS, URA 29, BP. 75, 38402 Saint Martin d'Hères, France

Abstract. A heat-treated [001] oriented MC2 superalloy is observed by conventional and high resolution electron microscopy (HREM) to characterize the defects associated with the early stage of the coalescence phenomenon. From a HREM image of two contiguous γ' precipitates and a suitable image treatment, a rigid shift $1/2\langle 101 \rangle$ is derived between the two ordered lattices. Coalescence is more in progress near subgrain boundaries than in dendrite cores where the dislocation density is close to zero. $1/2\langle 110 \rangle$ matrix dislocations sweep the γ corridors and interact with the γ/γ' interfaces they bend locally to produce interfacial ledges (15 to 22 nm in height). All the observed interfacial dislocations have their edge components relaxing the coherency stresses.

1. INTRODUCTION

Une forte évolution de la microstructure des superalliages à base de nickel se produit sous l'effet conjugué de la température et des contraintes appliquées. Lorsqu'un échantillon de superalliage subit une contrainte appliquée, les précipités cuboïdes γ' grossissent dans la matrice γ et certains coalescent jusqu'à former de place en place une structure en forme de radeaux, e. g. [1,2], dont la morphologie dépend du sens de la contrainte appliquée et du signe du désaccord paramétrique $\epsilon = (a\gamma' - a\gamma)/a\gamma$, où $a\gamma$ et $a\gamma'$ sont les paramètres des deux réseaux cubiques. Les principaux mécanismes élémentaires conduisant à cette coalescence sont actuellement en débat, e. g. [2-7], et l'hypothèse même d'un désaccord paramétrique isotrope est contestée après fonctionnement en fluage [4] ou après un maintien isotherme prolongé à haute température [5]. En supposant l'absence de contrainte appliquée et en admettant un matériau exempt de dislocations, le phénomène de coalescence a pu être modélisé numériquement [6] en fonction de la composition globale, de l'ordre chimique de la phase γ' et des déformations de cohérence en élasticité anisotrope homogène. Le résultat indique en particulier que la jonction de deux précipités ne s'effectue que si leurs réseaux cristallins ne sont pas décalés d'un vecteur $1/2\langle 110 \rangle$, c'est-à-dire évite toujours la formation d'une paroi d'antiphase. Par contre, la coalescence n'est pas encore bien expliquée en présence de dislocations, malgré quelques tentatives qui prennent en compte l'énergie élastique emmagasinée par les dislocations interfaciales, cf e. g. [7]. Notons en passant qu'une contribution récente à l'étude de ce phénomène [2] a montré que la coalescence des précipités était accélérée par une déformation plastique préalable du matériau. Si des parois d'antiphase (PA) ont été mises en évidence lors de la coalescence de très fins précipités $L1_2$ dans une matrice cfc d'un alliage binaire [8], ceci n'a pas encore été observé pour les gros précipités (0,45 μm environ) des superalliages dit "monocristallins" de type CMSX-2, AM1 ou MC2.

Dans ce travail, nous observons le début de la coalescence des gros précipités γ' présents dans le superalliage MC2 ayant subi une solidification dirigée avec un axe de croissance [001]. La technique utilisée est la microscopie électronique en transmission, conventionnelle (METC) et à haute résolution (METHR). Pour un cas particulièrement démonstratif, nous mettons en évidence l'existence d'un déplacement relatif $\mathbf{R} = 1/2\langle 101 \rangle$ entre les réseaux cristallins de deux précipités γ' contigus, mais séparés par un mince couloir de phase γ . Par commodité, nous adoptons la terminologie proposée dans [6] pour désigner ces déplacements : dans ce cas les précipités seront dits "déphasés" (chimiquement). Les résultats d'une étude statistique sommaire de la distribution des premières dislocations qui tapissent les hétéro-interfaces sont aussi présentés. La structure de coeur d'une dislocation interfaciale de vecteur de

Burgers $1/2[110]$, orientée $[001]$ est observée pour la première fois. D'autre part, les petites marches interfaciales qui sont éventuellement associées aux dislocations interfaciales font l'objet d'une attention particulière car leurs géométries conditionnent la diffusion interfaciale.

Le matériau est un lingot orienté $[001]$ de superalliage MC2 [9] monogranulaire, de composition 66.2Ni, 11.0Al, 2.3Ti, 9.0Cr, 5.2 Co, 1.3Mo, 1.6Ta, 3.4W [10], qui a subi le traitement standard dit "ONERA" [9] ($1300^{\circ}\text{C}/3\text{h}$, $1080^{\circ}\text{C}/6\text{h}$, $870^{\circ}\text{C}/20\text{h}$). Après ce traitement, la fraction volumique de γ' est d'environ 70%.

2.MISE EN EVIDENCE DE DÉPLACEMENTS RELATIFS ENTRE LES RÉSEAUX DE DEUX PRÉCIPITÉS CONTIGUS

La question est d'examiner si deux précipités contigus du superalliage peuvent être parfois déphasés chimiquement, ce qui conforterait les hypothèses de la coalescence simulée [6]. Une telle observation serait compatible avec l'absence de PA au cours de la coalescence, et donnerait une explication simple de la présence de fins couloirs γ au sein de gros précipités γ' apparemment homogène, après déformation par fluage [11]. En effet, pour les phases γ' , les énergies de PA sont toujours très élevées [12,13].

La méthode utilisée étant la METHR, il faut pouvoir avant toute chose identifier sur les images expérimentales des réseaux ordonnés les positions des colonnes atomiques Ni et des colonnes mixtes (Al+Ni). Il faut donc que les conditions de défocalisation et d'épaisseur correspondent à la mise en évidence de contrastes différenciés entre ces colonnes. En admettant que la phase γ' du MC2 est assimilée à la phase binaire Ni_3Al (paramètre $a=0,3567\text{ nm}$ [14]), ce qui représente une approximation raisonnable [15,16], il est nécessaire d'avoir une résolution instrumentale meilleure que $a/2$ soit près de 0,18 nm environ. En deuxième lieu, sur une image présentant simultanément deux hétéro-interfaces séparées par un fin couloir γ , il faudra comparer la position en translation de chacun des deux réseaux ordonnés. Enfin, l'image expérimentale à étudier doit comporter simultanément deux hétéro-interfaces séparées par un très fin couloir γ . En pratique, la distance doit être inférieure à $0,01\text{ }\mu\text{m}$ pour éviter les variations d'épaisseur de la lame mince qui pourrait trop modifier les contrastes des colonnes atomiques (Fig. 1ab). Ces conditions donnent une idée des conditions expérimentales qu'il faut réunir pour être certain d'obtenir les images escomptées.

Pour les calculs du type multislice [17], les sites "Al" de la phase ordonnée sont placés sur les noeuds du réseau cubique L1_2 , tandis que les sites "Ni" sont placés aux centres des faces. Les paramètres du microscope sont les suivants [15] : $\text{Cs}=1,05\text{ mm}$, demi-angle d'ouverture du faisceau $=0,8\text{ mrad}$, instabilité en défocalisation $=9\text{ nm}$. Les facteurs de Debye-Waller pour Ni et Al sont respectivement pris égaux à 0,004 et 0,008, tandis que les coefficients d'absorption sont 0,06 et 0,03 respectivement [18](Fig. 1). L'appareil utilisé est le microscope JEOL 4000EX du DRF (CEN de Grenoble), déjà mentionné pour distinguer les colonnes atomiques de la phase γ' du CMSX-2 [15]. Parmi plusieurs images sélectionnées pour l'analyse, nous avons obtenu un cas pour lequel un déplacement rigide $\mathbf{R} = 1/2\langle 101 \rangle$ est indubitablement mis en évidence, cf Fig. 2a,b,c. Les conditions expérimentales sont proches de celles de la Fig. 1. Au haut de la Fig. 2a,b,c, sont représentées deux images rectangulaires issues de deux zones en vis-à-vis de part et d'autre d'un couloir γ . Il s'agit d'images digitalisées destinées à un traitement statistique.

Figure 1 : Images calculées de la phase ordonnée Ni_3Al selon la direction $[001]$ (diaphragme objectif: 16nm^{-1}) pour une défocalisation de -60nm et des épaisseurs de $8,6\text{nm}$ (a) et $10,8\text{nm}$ (b). Une variation d'épaisseur de 25% environ n'a pas pour effet de déplacer en translation la position des taches blanches les plus brillantes (colonnes atomiques de Ni pur).

Figure 2 : Méthode de traitement d'images conduisant à la mise en évidence d'un "déphasage chimique" de deux précipités contigus. (a) Deux hétéro-interfaces sont séparées par un mince couloir γ ; les deux rectangles représentent les images digitalisées des deux précipités γ' ; (b) évolution, selon $[010]//x$, de l'intensité moyennée selon $[100]$; (c) La variation de l'intensité $f(x)$, en unité arbitraire, met en évidence clairement la périodicité a (en pixel) des deux réseaux ordonnés et la position selon l'axe x des colonnes de Ni pur. Un décalage associé à une composante $1/2[010]$ du déplacement rigide est mis en évidence par la comparaison des positions des pics d'intensité à gauche et à droite.

En effet, la distinction visuelle des colonnes atomiques Ni et (Al+Ni) n'est pas immédiate. Cette difficulté est due à un contraste fluctuant, dont l'origine est complexe (bruit de fond). La méthode que nous avons suivie a permis de s'affranchir de cette difficulté en sommant les intensités des deux images digitalisées selon $[100]//y$, pixel par pixel. Les deux images Fig. 2b sont obtenues en moyennant l'intensité suivant l'axe y . La variation de cette intensité selon l'axe $[010]//x$, notée $f(x)$ sur la Fig. 2c, fait alors apparaître clairement la périodicité a (en pixel), des réseaux ordonnés selon $[010]$.

Sur la Fig. 2c, les deux plages de variation selon l'axe x correspondent aux vecteurs U et V (Fig. 2b). Pour déceler une translation relative entre les deux réseaux ordonnés, il a fallu digitaliser toute la zone incluant les deux hétéro-interfaces. Deux images ont tout d'abord été acquises, chacune d'elles incluant une hétéro-interface, de sorte qu'elles soient *parfaitement juxtaposées* (à mieux qu'un pixel près) à l'intérieur du couloir γ . En conséquence, la coordonnée x sur la Fig. 2c change *continûment* de l'image de gauche vers l'image de droite. Sur l'axe x de la Fig. 2c, et sur le côté gauche de l'image, une périodicité de $17.5 \pm 0,1$ pixel a été mesurée en moyennant sur plus d'une dizaine de pics d'intensité consécutifs. Les positions de ces pics sont marquées par de petites barres verticales. Elles correspondent donc aux positions x des colonnes d'atomes Ni pur. Une extrapolation de $f(x)$ vers les grandes coordonnées x a été ensuite facilement calculée. Les pics d'intensité extrapolés sont ainsi déterminés avec une précision de ± 3 pixels; ils sont marqués par des barres horizontales sur le côté droit de la Fig. 2c. Puisque ces barres sont placées *entre* les pics intensités mesurées, nous en déduisons une composante x de translation rigide $1/2[010]$. La même analyse, répétée en projetant les intensités parallèlement à $[010]$ permet de conclure à une composante de translation nulle parallèlement à $[100]$. La conclusion finale est donc que les deux précipités γ' en regard sont déphasés chimiquement, d'un vecteur $1/2\langle 101 \rangle$.

3. DISLOCATIONS AUX INTERFACES γ/γ'

3.1 Caractéristiques générales des dislocations interfaciales

L'observation en METC révèle la présence assez fréquente de dislocations aux interfaces γ/γ' associées à des petites marches de hauteur variable, allant parfois jusqu'à 22nm. La répartition de ces dislocations dans l'échantillon est néanmoins assez hétérogène, avec certaines zones ayant une forte densité (e. g. une dizaine de dislocations interfaciales par précipité) tandis que d'autres zones en sont pratiquement exemptes.

Figure 3 : Hétérogénéité de la répartition des dislocations dans le matériau. (a.) et (b) : zones ne présentant pratiquement pas de dislocations aux interfaces. (c) et (d) : au contraire, près des sous-joints de grains (SJ), la coalescence est déjà bien avancée.

Une vue générale des lames minces (normales [001]) permet d'observer que la concentration la plus élevée des dislocations se situe près des sous-joints de grains, défauts qui limitent en général les dendrites toujours faiblement désorientées entre elles. Au voisinage de ces sous-joints, une coalescence avancée est déjà observable (Fig. 3). Il y a donc une relation directe entre la densité locale des dislocations interfaciales et l'avancement local de la coalescence.

Figure 4 : Exemples de dislocations présentes dans les interfaces γ/γ' . Les dislocations sont associées à des marches dont le sens dépend du vecteur de Burgers (a-b). Près des coins des précipités, un plan intermédiaire de type (110) est adopté et les dislocations présentent des configurations particulières: point de rebroussement noté R (c) ou dislocation sans marche D (d).

Figure 5 : Exemples de marches le long de l'interface γ/γ' , observées selon l'orientation $\langle 001 \rangle$. La singularité est généralement observée dans le coin supérieur de la marche. (a) Dislocation coin de vecteur $b = 1/2[1 \ 1 \ 0]$. (b) Dislocation mixte, $b = 1/2[0 \ 1 \ 1]$.

Les défauts des régions associées à une densité moyenne de dislocations (quelques dislocations par précipités) ont fait l'objet d'une attention particulière en METC. Divers vecteurs de Burgers $\mathbf{b}$ ont été déterminés, en direction et module, par une étude de contraste en condition de deux ondes. Par ailleurs, ces vecteurs sont déterminés facilement sur une bonne image de METHR. Les principaux résultats (Fig. 4) sont les suivants :

- Les vecteurs de Burgers trouvés sont tous du type $1/2\langle 110 \rangle$. Le plan supplémentaire est systématiquement observé dans la phase γ . Cette géométrie est en accord avec $\varepsilon < 0$ pour le MC2 [3].

- Plusieurs types de dislocations peuvent être trouvés sur l'interface entourant un même précipité. Les observations indiquent la présence de dislocations à caractère coin avec $\mathbf{b} = \pm 1/2[110]$ ou $\pm 1/2[\bar{1}10]$ ou de dislocations mixtes avec $\mathbf{b} = \pm 1/2[101]$ ou $\pm 1/2[011]$.

- La direction de ligne des dislocations sur les facettes (100) et (010) des précipités n'est généralement pas $[001]$ et peut s'en éloigner jusqu'à 90° pour celles dont le vecteur de Burgers a une composante parallèle à $[001]$. Ce résultat n'est pas favorable en vue d'une étude en METHR.

- Les dislocations sont associées à des marches de hauteur importante dont le sens dépend directement du vecteur de Burgers associé.

Cette étude en METC a porté sur une trentaine de dislocations. Elle permet de montrer que les dislocations interfaciales qui subsistent après les traitements thermiques sont celles qui accommodent le désaccord paramétrique ε . L'étude qui suit, réalisée en METHR, a pour but de préciser la géométrie des marches et en particulier la position exacte du coeur des dislocations le long de la marche.

3.2 Géométrie des marches

Sur les Fig. 5(a,b) sont présentées deux dislocations-marches observées dans l'orientation $\langle 001 \rangle$. Sur la Fig. 5(a), la dislocation a un caractère coin $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$. Sur la Fig. 5(b), la dislocation a un caractère mixte $\mathbf{b} = 1/2[0\bar{1}1]$. Dans ce dernier cas, une seule composante de $\mathbf{b}$ est donc décelable. Avec les conventions d'orientation adoptées, nous observons que les coeurs de ces dislocations, coin ou mixte, se situent plutôt dans l'angle supérieur de la marche, là où l'angle dièdre limitant la phase γ est le plus petit.

Figure 6 : Défauts observés dans les angles arrondis des précipités, à l'amorce d'un fin couloir γ . (a) Marche notée "m", sans dislocation, et dislocation coin D qui n'est pas localement associée à une marche décelable en METHR. (b) Dislocation coin dans un point de rebroussement. Schémas des géométries interfaciales autour des dislocations D et E.

Parmi toutes nos observations, une seule exception a été notée pour cette position (Tableau 1). La géométrie de la marche est donc assez figée, avec un angle dièdre de phase γ au niveau de la singularité proche de 150° .

L'observation en METHR des angles arrondis des précipités (Fig. 4d) et des interfaces courbées près des points de rebroussement (Fig. 6a,b), montre que dans ces zones, l'interface adopte des orientations voisines de plans $\{110\}$. Différentes géométries interfaciales y ont été mises en évidence au voisinage du cœur des dislocations:

Figure 7 : Représentation d'une dislocation coin de Lomer $\mathbf{b} = 1/2\langle 110 \rangle$ le long d'une interface γ/γ' de type $\{110\}$ (agrandissement du défaut noté D de la Fig. 6a). (a) METHR et indication en traits mixtes du plan supplémentaire tourné vers la phase γ' . (b) Simulation du champ élastique des déplacements autour de cette dislocation, à un vecteur près $1/2\langle 110 \rangle \gamma'$ pour la phase ordonnée car l'ordre chimique n'est pas révélé sur l'image de METHR à gauche.

Figure 8: Image de METHR d'une dislocation coin de Lomer $\mathbf{b} = 1/2\langle 110 \rangle$ au point de rebroussement noté E sur la Fig. 6b.

- une nanomarche sans caractère de dislocation, notée "m" (Fig. 6a,c).
- une dislocation D purement coin (Fig. 6a,c), sans marche interfaciale décelable. En METHR, Fig. 7a, le coeur de cette dislocation apparaît non dissocié. Une simulation du champ élastique des déplacements au voisinage de cette dislocation est présenté Fig. 7b.
- une dislocation purement coin $1/2\langle 110 \rangle$ associée à un point de rebroussement (Fig. 6b,d) et Fig. 8. Cette dernière configuration tend vraisemblablement, sous l'effet de la montée par diffusion, à adopter la configuration plus stable énergétiquement de la dislocation D (Fig. 6c).

L'observation en METHR, indique aussi que souvent, près des points de rebroussement où l'interface a une orientation proche de $\{110\}$, par exemple non loin de la zone présentée Fig. 8, les images des interfaces sont marquées par des chapelets de très petites zones nanométriques à contraste clair sur fond gris, Fig. 9. Ces contrastes ne peuvent être imputés à des impuretés de surface compte tenu de leurs localisations précises le long des interfaces courbées et leurs tailles. De tels contrastes pourraient être liés à la présence de fins précipités nanométriques. Une analyse chimique de ces zones permettrait de confirmer ou infirmer la présence de tels précipités interfaciaux. Cette possibilité est plausible compte tenu de la présence de fins précipités interfaciaux M_6C dans ce matériau [19] et la mise en évidence récente par sonde atomique d'amas Ni_3Cr (DO22) dans la phase γ [10]. Des analyses chimiques conjuguées avec des observations par METHR seront entreprises dans le futur pour éclaircir ce point.

L'observation indique que dans leur majorité, les marches interfaciales sont associées à des dislocations à caractère coin ou mixte, de vecteurs de Burgers $b=1/2\langle 110 \rangle$. Le Tableau 1, qui rassemble les observations de sept marches, indique que quatre d'entre elles sont formées de dislocations dièdres purement coin, les trois autres étant à caractère mixte. La Fig. 10 représente une géométrie simplifiée des dislocations-marches les plus généralement observées. Dans chacun des cas I à VII du Tableau, le plan supplémentaire associé à la dislocation est tourné du côté de la phase γ' . Les grandes faces sont du type $\{100\}$ et les coeurs des dislocations sont placés à une exception près (II) sur le coin qui comporte un angle dièdre plus petit pour la phase γ .

Figure 9 : Petites zones nanométriques à contraste clair sur fond gris, observés dans une interface γ/γ' . Une distortion des plans réticulaires au niveau de ces domaines est également observée.

Figure 10 : Schéma en accord avec les observations mentionnées du Tableau 1, décrivant deux marches à l'interface γ/γ' d'un précipité.

Tableau 1: Caractéristiques des marches interfaciales γ/γ' observées selon la direction [001]. 2θ est l'angle dièdre mesuré (Fig. 10) dans la phase γ au niveau de la singularité, h est la hauteur de la marche, et b est le vecteur de Burgers associé.

Cas	I	II	III	IV	V	VI	VII
2θ	158°	201°	154°	150°	150°	153°	153°
h (nm)	15	15	15	11	19	22	21
b	$1/2[0\bar{1}1]$	$1/2[101]$	$1/2[0\bar{1}1]$	$1/2[1\bar{1}0]$	$1/2[1\bar{1}0]$	$1/2[1\bar{1}0]$	$1/2[1\bar{1}0]$

5. DISCUSSION ET CONCLUSION

Ces premières investigations en microscopie électronique en transmission du superalliage MC2 après traitement thermique standard ont cherché à mettre en évidence plusieurs propriétés du matériau qui sont liées au processus de coalescence :

(a) L'existence de "déphasages chimiques" entre certains précipités contigus, ce qui n'avait pas encore été démontré pour les superalliages monocristallins orientés du type MC2 (CMSX-2, AM1, AM3, etc...). De tels déphasages freinent l'évolution de la coalescence comme l'ont montré des simulations en l'absence de dislocations [6]. Notons en passant que l'existence de très fins couloirs de phase γ dans l'AM3 [11] ayant

déjà une microstructure coalescé par fluage à chaud révèle probablement des précipités γ' contigus en déphasage chimique. En effet, dans cette hypothèse, leur jonction nécessiterait l'établissement d'une paroi d'antiphase trop prohibitive en énergie. Ce point serait à vérifier ou infirmer.

(b) Le rôle de sources de dislocations interfaciales γ/γ' joué par les sous-joints de grains qui limitent les dendrites, et le constat d'une coalescence d'autant plus avancée que la densité locale de dislocations est importante (sans déformation plastique imposée par une contrainte appliquée).

(c) La relaxation des contraintes de cohérence par les dislocations interfaciales à caractère mixte ou coin qui demeurent dans l'échantillon après le dernier traitement de recuit du type ONERA. Ainsi, toutes les dislocations étudiées ont un plan supplémentaire associé appartenant à la phase γ' . Ce résultat montre en particulier que les autres dislocations, incompatibles avec le signe du désaccord paramétrique se sont éliminées.

(d) Les dislocations interfaciales sont associées à des marches dont la géométrie dépend du vecteur de Burgers, et la position des coeurs des dislocations n'est pas au hasard le long de la marche.

Remerciements

Les auteurs remercient J.M. Pénisson et J. Dessus (DRF, CENG) pour leurs conseils avisés en ce qui concerne la METHR et remercient Mr Fournier (TURBOMECA) pour la fourniture du MC2.

Références

- [1] Tien J. K. et Copley S. M., Met. Trans. **2** (1971) 215-223.
- [2] Véron M., thèse, INP de Grenoble/LTPCM, 1990.
- [3] Actes du Colloque National "Superalliages Monocristallins", Toulouse-Seilh 22-24 mars 1995, (Ed. SNECMA-Villaroche Direction Technique, site d'Evry-Corbeil, BP81, RN7, Evry).
- [4] Royer A., Bastie P., Bellet D. et Strudel J. L., Phil. Mag. A, **72** (1995) 669.
- [5] Bonnet R. et Ati A., J. Microsc. Electron. **14** (1989) 169-180.
- [6] Wang Y. et Khatchaturyan A., Scripta metall. mater. **31** (1994) 1425-1430.
- [7] Arrell D. J. et Vallés J. L., Scripta metall. mater. **30** (1994) 149-153.
- [8] Xiao S. Q. et Haasen P., Scripta Metall. mater. **23** (1989) 931-938.
- [9] Pessah M., Caron P. et Khan T., 1992, "Effect of μ Phase on the Mechanical Properties of a Nickel-Base Single Crystal Superalloy", Proc. of Superalloys 1992, (Ed. S. D. Antolovich *et al.*, TMS, Warrendale, PA, USA, 1992) pp. 567-576.
- [10] Duval S., Chambrelaud S., Caron P. and Blavette D., Acta metall. mater. **42** (1994) 185-194.
- [11] Décamps et Morton A. J., Phil. Mag. A **68** (1993) 1129-1149.
- [12] Feller-Kniepmeier M. et Scheunemann-Frerker G., Phil. Mag. A, **62** (1990) 77-88.
- [13] Courbon J., thèse, INP de Grenoble/LTPCM, 1990, p. 38.
- [14] Willemin P. et Durand-Charre M., J. of Mater. Sc., **25** (1990) 168.
- [15] Pénisson J. M., Bode M., Baumann H. et Ourmazd A., Phil. Mag. Lett. **64** (1991) 269-274.
- [16] Pénisson J. M., "Detection of substitutional atoms in a γ' phase by high resolution electron microscopy", Proc. of EUREM 92 Granada Spain 1992, Electron Microscopy **1** (1992) 535-536.
- [17] Stadelmann P., Ultramicroscopy **21** (1987) 131-145.
- [18] Bonnet R., Loubradou M., Catana A. et Stadelman P., Met. Trans. A, **22** (1991) 1145-1158.
- [19] Bonnet R. et Loubradou M., Rapport DRET sur contrat n°91/1157A, 1992.