Microscopie à haute résolution d'une interface semi-cohérente phase μ /matrice γ - γ'

R. Bonnet, M. Loubradou, J. Pénisson

► To cite this version:

R. Bonnet, M. Loubradou, J. Pénisson. Microscopie à haute résolution d'une interface semi-cohérente phase μ /matrice γ - γ' . Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C2), pp.C2-165-C2-170. 10.1051/jp4:1996223 . jpa-00254201

HAL Id: jpa-00254201

<https://hal.science/jpa-00254201>

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.

Microscopie à haute résolution d'une interface semi-cohérente phase μ /matrice γ - γ'

R. Bonnet, M. Loubradou et J.M. Pénisson*

*Institut National Polytechnique de Grenoble, LTPCM (URA 29)/ENSEEG, Domaine Universitaire, BP 75,
38402 Saint Martin-d'Hères, France*

** CEA/Département de Recherche Fondamentale sur la Matière Condensée (SP2M/S), 'CENG, 17 Rue des
Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9, France*

Abstract. Among different orientation relationships between rhomboedral μ precipitates and the γ - γ' two-phase medium of a nickel base superalloy, one is found appropriate for the observation of the heterointerface by high resolution electron microscopy. Misfit dislocations (MD's) are observed, associated with interfacial ledges. They accommodate a 0.6 % length misfit and a small long range angular departure equal to 1.9° between the planes $(542)_\mu$ and $(113)_{\gamma'}$. The relative position of the crystals along the interface facets has been determined, as well as the common Burgers vector of the MD's. A computer analysis of a MD image, observed at near-atomic scale, demonstrates that the experimental elastic displacement field of the surrounding atomic columns is in good agreement with the dislocation-ledge theory developed by the authors (Phys. Rev. Lett., 1992, 69, 104-107).

1. INTRODUCTION

Certains superalliages à base de fer ou de nickel renferment une petite fraction volumique de phase romboédrique μ [1-8] contrairement aux superalliages monocristallins γ - γ' plus classiques comme le CMSX-2 ou l'AM1 [9]. En général, la phase μ est plutôt évitée en raison de sa fragilité mécanique intrinsèque [1]. Cependant, dans le cas du nouveau superalliage monocristallin MC2 [7,8], il est apparu qu'une faible fraction volumique de phase μ ne nuisait pas à ses propriétés mécaniques. Des études plus fouillées ont donc été entreprises sur le MC2 pour avoir de plus amples informations sur les propriétés structurales et mécaniques de cette phase en relation avec la matrice environnante γ - γ' , e. g. [7,9,10,11]. C'est dans le cadre de ces travaux de débroussaillage que nous avons effectué des observations en microscopie électronique en transmission à haute résolution (METHR) pour examiner la structure fine des hétéro-interfaces μ / γ - γ' dans le MC2 monocristallin. Dans la littérature, cinq orientations mutuelles entre la phase μ et le milieu biphasé environnant γ - γ' sont mentionnées [7,8]. Elles sont décrites avec une imprécision de l'ordre de quelques degrés et aucune indication n'a été donnée sur les directions de facettage des hétéro-interfaces. Les chances d'obtenir des images d'hétéro-interfaces exploitables en METHR étaient donc faibles lorsque cette étude a été lancée. En effet, pour que la résolution atomique soit possible, il faut au moins que deux rangées $\langle hkl \rangle$ des deux cristaux soient strictement parallèles à l'hétéro-interface, condition *sine qua non* rarement rencontrée. Au cours de nos observations, nous avons néanmoins pu constater l'existence d'une orientation mutuelle favorable non répertoriée dans la réf. [8]. Comme sa fréquence d'observation n'est pas négligeable dans le MC2 monocristallin qui nous a été fourni par l'ONERA, nous nous sommes donc efforcés de la caractériser dans le détail en utilisant les moyens classiques du calcul d'image multislice [12] et la théorie des hétéro-interfaces facettées, développée ces

dernières années par les auteurs [13-15], et déjà appliquée avec succès à nombre de cas plus ou moins complexes, cf les réf. [13-20]. Dans le présent travail, il s'agit donc de répondre aux questions suivantes : comment définir le vecteur de Burgers d'une dislocation de misfit (DM) à l'hétéro-interface $\mu / \gamma\text{-}\gamma'$, comment calculer le champ des déplacements élastiques $\mathbf{u}$ associé à une DM, et comment vérifier les prédictions du calcul à partir d'une image de METHR, colonne atomique par colonne atomique ?

2. ASPECT EXPERIMENTAL.

Le matériau de départ est un barreau orienté [001] de MC2 qui a subi par la suite le traitement dit "ONERA" [8]. Pour obtenir des hétérointerfaces stabilisées $\mu / \gamma\text{-}\gamma'$, un recuit supplémentaire de 100 h à 1050°C a été pratiqué, suivi d'un refroidissement à l'air. La similitude de la structure de la phase μ avec les carbures du type M_6C induit à penser que ces derniers pourraient jouer un rôle de sites de germination de la phase μ [21]. Les compositions chimiques des phases γ , γ' et μ , ont été déterminées récemment par Duval *et al.* [22] dans le même type d'échantillon et dans les mêmes conditions de traitement thermique. Les compositions mesurées par la sonde atomique sont les suivantes

MC2 (composition nominale) :	11Al-2,3Ti-9Cr-66,2Ni-5,2Co-1,3Mo-1,6Ta-3,4W
après recuit γ :	15,7Al-3,3Ti-2,5Cr-68,8Ni-4,4Co-0,7Mo-2,3Ta-2,5W
100h à 1050°C γ :	6,5Al-0,8Ti-19,7Cr-57,2Ni-9,1Co-2,5Mo-0,6Ta-3,6W
μ :	1,5Al-1,5Ti-16Cr-16Ni-13,7Co-16,3Mo-2,7Ta-27,4W

La phase γ' (L_{12}) a un paramètre égal à 0,358 nm [23]. La phase μ est rhomboédrique avec les paramètres suivants : $a=0,91$ nm ; $\alpha=30^\circ 64'$, déterminés par nos mesures en diffraction électronique. Elle est isomorphe de Fe_7W_6 dont le groupe d'espace est $R\bar{3}m$. La Fig. 1 précise la géométrie des sites atomiques de cette phase à partir des informations données dans [24,25]. Dans la suite du texte, nous admettons que les atomes lourds (Mo, Ta et W) occupent les sites "W", les autres atomes occupant les sites "Fe". Pour décrire les directions et les plans de la phase μ , nous adoptons des indices *tricliniques*.

Figure 1 : Vue en perspective selon (a) $[1\ 2\ 5]_\mu$ et (b) $[\bar{4}\ 7\ \bar{4}]_\mu$ de la maille élémentaire de Fe_7W_6 . Les trois types de sites "W", indiqués par les plus petites sphères en (a) et (b), correspondent aux atomes les plus lourds Mo, Ta and W de la phase μ du superalliage MC2. Les autres atomes plus légers sont localisés sur les sites "Fe" et correspondent aux plus grandes sphères. En bas, coordonnées internes d'atomes Fe et W; six autres sites atomiques se déduisent de cette liste à partir du centre d'inversion placé à l'origine de la maille pour former au total Fe_7W_6 .

Les lames minces ont été préparées par amincissement ionique, puis observées dans un microscope JEOL 4000EX travaillant sous 400 kV. Les paramètres du microscope sont les suivants : coefficient de sphéricité $C_s=1,05$ mm ; demi-angle d'ouverture du faisceau = 0,8 mrad, instabilité en défocalisation = 9 nm.

La Fig. 2 représente une micrographie en champ clair d'une hétéro-interface pour laquelle le précipité de phase μ est associé aux relations de parallélisme approximatives suivantes

$$\begin{cases} [\bar{4} \ 7 \ \bar{4}]_{\mu} // [1 \ \bar{1} \ 0]_{\gamma} // \text{faisceau} & (1) \\ (5 \ 4 \ 2)_{\mu} // (1 \ 1 \ 3)_{\gamma} & (2) \end{cases}$$

Si la relation (1) est bien vérifiée, la relation (2) n'est exacte qu'à 1,9° près. Cette hétéro-interface est le siège de singularités de déformations régulièrement espacées. L'une d'elle, indiquée par une flèche, correspond au coeur d'une dislocation de misfit (DM).

3. IMAGERIE DE LA PHASE μ

Pour analyser la structure atomique de l'hétéro-interface Fig. 2 au voisinage du coeur d'une DM, il est nécessaire d'identifier tout d'abord la position des colonnes atomiques dans les deux cristaux loin du coeur. Avec les conditions expérimentales utilisées, les calculs multislice indiquent que les rangées atomiques $\langle 110 \rangle$ des phases γ et γ' apparaissent sous forme de taches blanches de même contraste. Il n'est donc pas possible de distinguer ces deux phases sur cette image car leurs contrastes sont identiques. Pour l'image de la phase μ , les taches blanches sont plus délicates à interpréter.

La Fig. 3 montre une projection selon la direction $[\bar{4} \ 7 \ \bar{4}]_{\mu}$ des trois vecteurs de base **a**, **b**, **c** de la phase μ et les positions projetées des sites d'atomes "W" (petits cercles). L'image du potentiel projeté (encart à gauche) et l'image calculée de la phase μ (encart à droite) donne le même résultat : les positions moyennes des taches blanches correspondent aux positions des colonnes d'atomes "W". Ce résultat est nécessaire pour déterminer, à partir de la Fig. 2, l'orientation relative à longue distance des cristaux et les positions relatives des colonnes atomiques le long des facettes contiguës à une DM.

Figure 2 : Image de METHR (400 kV) d'une portion d'hétéro-interface $\mu / \gamma-\gamma'$ qui comporte un réseau périodique de dislocations de misfit. Les flèches indiquent les coeurs de deux d'entre elles. Bien que les plans $(111)\gamma-(443)\gamma'$ soient pratiquement en continuité, ils ne participent pas à la formation des facettes interfaciales. Les flèches a,b,c désignent les projections des vecteurs de base **a**, **b**, **c** de la phase μ . A longue distance les plans $(113)\gamma$ et $(542)\mu$ sont ldésorientés de 1,9°.

Figure 3 : Imagerie de la phase μ . Les trois vecteurs $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$, $\mathbf{c}$ sont représentés en projection selon $[4\ 7\ 4]_{\mu}$. Les cercles illustrent les positions atomiques projetées des atomes lourds "W". Le petit encart en haut et à gauche représente l'image calculée du potentiel projeté ; les taches blanches intenses, très voisines, révèlent les colonnes d'atomes lourds. Le grand encart à droite est l'image calculée de la phase μ ; les taches blanches coïncident avec les positions moyennes des colonnes d'atomes lourds "W".

4. CHAMP DES DEPLACEMENTS AU VOISINAGE DE L'HETERO-INTERFACE

Les positions des colonnes atomiques étant repérées sur la Fig. 2, l'analyse du champ élastique autour de la DM peut être entreprise. Elle repose sur le concept de dislocation de Somigliana, développé dans les réf. [13-15,26]. Elle suppose que chaque facette d'hétéro-interface est constituée d'un ensemble d'unités structurales (US) déformées élastiquement. Pour l'hétéro-interface étudiée, ces US s'étendent sur 3,9 nm. D'après la théorie, elles accommodent simultanément le désaccord de longueur égal à $\varepsilon = 0,6\%$ et la désorientation angulaire à longue distance des plans $(113)_{\gamma}$ et $(542)_{\mu}$, égale à $\Delta\theta = 1,9^{\circ}$. La périodicité des US le long d'une facette n'est pas stricte à cause des déformations élastiques qui sont particulièrement importantes près des coeurs des DM qui limitent cette facette.

En l'absence de données élastiques en ce qui concerne la phase μ , le milieu élastique est supposé homogène avec la même élasticité que la phase Ni_3Al [27], c'est-à-dire en GPa, $C_{11}=224$, $C_{12}=148$, $C_{44}=125$. Cette hypothèse s'est avérée *a posteriori* compatible avec les simulations du champ des déplacements $\mathbf{u}$ au voisinage d'une DM. Pour déterminer numériquement le champ $\mathbf{u}$, le logiciel décrit dans [13-15] a été utilisé. Deux rubans de dislocations de Somigliana, appelées SD-I dans la réf. [26] sont placées le long des deux facettes adjacentes à la DM. Leur rôle est d'accommoder les désaccords ε et $\Delta\theta$. Selon l'analyse adoptée dans [13] la SD-I correspondant à la facette de droite respecte la conservation des US. Par contre, pour la facette de gauche, le respect des US implique la présence d'une SD-I et d'une dislocation de translation qui balaie la facette de gauche. Au total, le vecteur $\mathbf{b}$ de la DM est trouvé égale à $\mathbf{b} = [1\ \bar{3}\ 2]_{\mu} - (1/2)[\bar{1}\ 0\ \bar{1}]_{\gamma}$. Ce vecteur à la plus petite composante vis possible. La Fig. 4a est une schématisation du champ élastique calculé, en terme de distribution continue de dislocations [26]. La Fig.

4b permet une comparaison visuelle entre les champs des déplacements expérimentaux (taches blanches) et théoriques (points noirs) des colonnes atomiques. Cette comparaison est tout à fait satisfaisante puisque les points noirs demeurent tous à l'intérieur des contrastes blancs, sauf au coeur de la DM bien entendu. De plus, la marche interfaciale à l'aplomb de la DM, prévue par le calcul et associée à la partie coin de $\mathbf{b}$, correspond bien à celle observée.

5. CONCLUSION

Parmi les orientations mutuelles possibles entre la phase μ et le milieu biphasé $\gamma\text{-}\gamma$, l'une d'elles s'est avérée compatible avec une étude en METHR. Une identification aussi fine que possible a été effectuée de la structure atomique des facettes interfaciales respectant la relation $(113)\gamma // (542)\mu$. Ces facettes sont séparées par des dislocations de misfit dont les caractéristiques ont été déterminées à partir d'une théorie récemment présentée par les auteurs [13-15]. Les résultats obtenus confortent l'intérêt de cette approche.

Figure 4: (a) Schématisation du champ élastique autour de la DM. (b) Image de METHR de l'hétéro-interface $\mu / \gamma\text{-}\gamma$ sur laquelle est superposé le champ des déplacements théoriques des colonnes atomiques (points noirs). Les positions expérimentales des colonnes correspondent aux taches blanches. Les facettes théoriques sont indiquées par les traits blancs.

6. REFERENCES

- [1] Sims C. T. et Hagel W. C., *The superalloys* (John Wiley & Sons, New York, 1972) pp. 259-284
- [2] Yulin C. et Yunrong Z., *Acta metall. sinica* **18** (1982) 30-37.
- [3] Ye H. Q., Li D. X. et Kuo K. H., *Phil. Mag. A* **51** (1985) 829-837.
- [4] Li D. X. et Kuo K. H., *Phil. Mag. A* **51** (1985) 849-856.
- [5] Zhou D. S., Ye H. Q. et Kuo K. H., *Phil. Mag. A* **57** (1988) 907-922.
- [6] Zhu J. et Ye H. Q., *Scripta metall. et mater.* **24** (1990) 1861-1866.
- [7] Pessah M., Caron P. et Khan T., 1992, "Effect of μ phase on the mechanical properties of a nickel base single crystal superalloy", *Superalloys 1992*, ed. S. D. Antolovich *et al.*, pub. par TMS, Warrendale, PA, USA (1992) pp. 567-576.
- [8] Pessah-Simonetti M., Donnadieu P. et Caron P., *Scripta metall. et mater.* **30** (1994) 1553-1558.
- [9] *in* Colloque National Superalliages Monocristallins, Toulouse-Seilh, 22-23 nov. 1990, ed. by Direction Technique, SNECMA-Villaroche, Site d'Evry-Corbeil, BP81, RN7, Evry.
- [10] Benyoucef M., Clément N. et Coujou A., *Mat. Sci. and Eng. A* **164** (1993) 401-406.
- [11] Coujou A., Benyoucef M. et Clément N., *Solid State Phenomena* **35-36** (Scitec Publications, Switzerland 1994) 455-460.
- [12] Stadelmann P., *Ultramicroscopy* **21** (1987) 131-146.
- [13] Bonnet R., Loubradou M., Catana A. et Stadelmann P., *Met. Trans. A* **22** (1991) 1145-1158.
- [14] Bonnet R. et Loubradou M., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **238** (Materials Research Society 1992) pp. 29-40.
- [15] Bonnet R., Loubradou M. et Pénisson J. M., *Phys. Rev. Lett.* **69** (1992) 104-107.
- [16] Bonnet R. et Loubradou M., *Phys. Rev. B*, **49** (1994) 14397-14402.
- [17] Loubradou M., Pénisson J. M. et Bonnet R., *Ultramicroscopy* **51** (1993) 270-281.
- [18] Pénisson J. M., Loubradou M., Derder C. et Bonnet R., *Mater. Sci. Forum* **126-128** (Trans. Tech. Publications, Switzerland 1993) pp. 141-144.
- [19] Pénisson J. M., Bonnet R., Loubradou M. et Derder C., *Mat. Res. Symp. Proc.* **238** (Materials Research Society 1992) pp. 41-46.
- [20] Vilà A., Cornet A., Morante J. R., Ruterana P., Loubradou M., Bonnet R., Gonzalez Y. et Gonzalez L., *Phil. Mag. A* **71** (1995) 85-103.
- [21] Cai Y. et Zheng Y., *Acta metall. sinica* **18** (1982), 30-37.
- [22] Duval S., Chambrelaud S., Caron P. et Blavette D., *Acta metall.* **42** (1994) 185-194.
- [23] Royer A., thèse de doctorat de l'Univ. Joseph Fourier-Grenoble 1 (1993) p.128.
- [24] Villars P. et Calvert L. D., *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases*" (American Society for Metals 1985) **3**, p. 2246.
- [25] *in* International Tables for X-Ray Crystallography (The International Union of Crystallography, The Kynoch Press, Birmingham, Angleterre 1952) p. 272.
- [26] Bonnet R., Marcon G. et Ati A., *Phil. Mag. A* **51** (1985) 429-448.
- [27] Kayser F. X. et Stassis C., *Phys. Stat. Sol. (a)* **64** (1981) 335-342.