



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : productique

Thème :

Etude de l'effet thermique sur le superalliage udimet 500 utilisé dans les turbines a gaz

Proposé et dirigé par :
SAIB Chrif

Présenté :
GHARBI
Soufyane

Année Universitaire : 2015 / 2016

N° d'ordre : GM/...../2016

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

A ma chère mère, et mon cher père, pour tout le mal qu'il se

sont donnés afin de me faciliter ma tâche

*à mes Sœurs **et** mes frère et mes neveux*

*A tous **mes amies** dans le laboratoire de *half* technologies*





Remerciements



Tout d'abord, louange à « Allah » qui m'a guidé sur le droit chemin tout au long du travail et m'a inspiré les bons pas et les justes reflexes Sans sa miséricorde, ce travail n'aura pas abouti. Qu'il me soit permis ici de dire ma gratitude à ceux qui m'ont donné beaucoup de soin à l'élaboration de ce modeste travail et m'ont guidé sur le bon chemin, en espérant que ce mémoire soit le reflet de la bonne formation que j'ai reçu.

Je tiens à remercier vivement mon encadreur SAIB Chrif pour le soutien et l'aide qu'il n'a jamais manqué de m'apporter, et mes vifs remerciements vont aussi Mr et Mme BOUDISSA

mes amis :

Mohamed. Hakim, Nasser, Radoine, Younes, et Mes amis dans le laboratoire génie Mécanique et Mes amis dans le hall technologie surtout génie civile à mes attentes ; qu'ils trouvent ici l'expression de mon amitié et sympathie. Et tous les enseignants Département de génie mécanique Enfin, je remercie les membres de jury pour avoir

Accepté d'évaluer le présent travail



Sommaire

| | |
|--|----|
| Chapitre 1 Etude bibliographique | 4 |
| 1. Introduction..... | 4 |
| 1.1. Historique du développement des superalliages..... | 4 |
| 2. Principaux alliages pour disques de turbines..... | 6 |
| 3. Les différents types des superalliages à base de nickel : | 7 |
| 4. Composition chimique | 9 |
| 5. Procédés d'élaboration de l'Udimet 500..... | 9 |
| 5.1. Voie Lingot coulé – Forgeage | 10 |
| 5.2. Elaboration par métallurgie des poudres | 11 |
| 6. Techniques de caractérisation | 12 |
| 7. Attaques chimiques..... | 13 |
| 8. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) | 13 |
| Chapitre 2 Traitement thermique et microstructure..... | 14 |
| 1. Modes de durcissement des superalliages : | 14 |
| 2. Traitement de mise en solution | 14 |
| 2.1. Influence de la température et du temps de mise en solution :..... | 16 |
| 2.2. Influence de la vitesse de refroidissement : | 16 |
| 3. L'hypertrempe :..... | 16 |
| 4. Vieillessement : | 17 |
| 5. Stabilisation :..... | 17 |
| 6. Solidification dans les superalliages..... | 17 |
| 7. Généralités sur la formation de la microstructure durant la solidification..... | 18 |
| 8. Formation de la structure dendritique de la phase primaire..... | 21 |
| 9. Précipitation γ' intragranulaire | 22 |
| Chapitre 3 Partie Expérimentale | 24 |
| 1. L'obtention de la pièce..... | 24 |
| 2. La composition chimique | 24 |
| 3. Le traitement thermique envisagées | 24 |
| 4. Appareillages utilisés..... | 24 |
| 5. Les cycles thermiques appliqués..... | 26 |
| 6. Observations microscopiques | 27 |
| 6.1. Préparation des échantillons..... | 27 |

| | |
|---|----|
| 6.2. Les observations microscopiques..... | 31 |
| 6.3. La micro durté | 31 |
| 7. Interprétation des résultats | 36 |
| 7.1. Interprétations des résultat MEB..... | 36 |
| 8. Discussion des résultats expérimentaux : | 40 |
| Conclusion..... | 41 |

| | |
|---|------------------------------------|
| Figure 1.1: Evolution de la tenue en température de superalliages au cours des dernières décennies [3]. | 5 |
| Figure 1.2: Aubes de turbine de microstructure (a) équiaxe, (b) colonnaire, (c) monocristalline [3]. | 6 |
| Figure 1.3: Représentation de la microstructure d'un superalliage. | 8 |
| Figure 1.4: les vues en 2D et 3D de la structure cristalline. [2] | 8 |
| Figure 1.5: Procédé d'élaboration VIM / ESR / VAR suivi du forgeage [8]. | 11 |
| Figure 1.6: Procédé d'élaboration par métallurgie des poudres [8]. | 12 |
| Figure 2.1: Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase γ' . [12] | 15 |
| Figure 2.2: Représentation schématique de la solidification d'un alliage ternaire Ni-Al-Ti de composition nominale M. Le chemin de solidification implique successivement le péritectique P et l'eutectique E [7]. | 19 |
| Figure 2.3: Microstructure du superalliage udimet 720, ... | 20 |
| Figure 2.4: Observation de la précipitation γ' intragranulaire. | 23 |
| Figure 3.1: Pompe à vide. | 25 |
| Figure 3.2: tube de quartz. | 25 |
| Figure 3.3: four tubulaire de la marque thermolyne 21100. | 25 |
| Figure 3.4: les pièce déposer dans le tube. | 25 |
| Figure 3.5: Le four nabertherm. | 26 |
| Figure 3.6: Polissage. | 28 |
| Figure 3.7: Polisseuse Planopol-3 | 29 |
| Figure 3.8: Attaque chimique préparer. | 29 |
| Figure 3.9: Séchoir. | 30 |
| Figure 3.10: Microscope Optic. | 30 |
| Figure 3.11: microscope électronique à balayage MEB « FEI 200-FAG (quanta) ». | 31 |
| Figure 3.12: Exemple typique d'une empreinte De notre alliage. | 32 |
| Figure 3.13: Durometre Wilson VH3300. | 33 |
| Figure 3.14: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 1. | 33 |
| Figure 3.15: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 2. | 34 |
| Figure 3.16: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 4. | Erreur ! Signet non défini. |
| Figure 3.17: photo MEB échantillon 1. | 36 |
| Figure 3.18: photo MEB échantillon 2. | 36 |
| Figure 3.19: photo MEB échantillon 3. | 37 |
| Figure 3.20: photo MEB échantillon 4. | 37 |
| Figure 3.21: photo Microscop optique échantillon 1. | 38 |
| Figure 3.22: photo Microscope optique échantillon 2. | 38 |
| Figure 3.23: photo Microscop optique échantillon 3. | 39 |
| Figure 3.24: photo Microscop optique échantillon 4. | 39 |

Introduction General

Plus de cinq siècles séparent l'« Helix Ptéron » de Léonard de Vinci et l'EC135 d'Eurocopter. Si le terme « hélicoptère » a été inventé par Gustave de Ponton d'Amécourt en 1863, la naissance de l'aviation à décollage vertical est associée au Giroplane n°1 des frères Bréguet en 1907. Ce dernier était animé par un moteur à essence Antoinette de 45cv

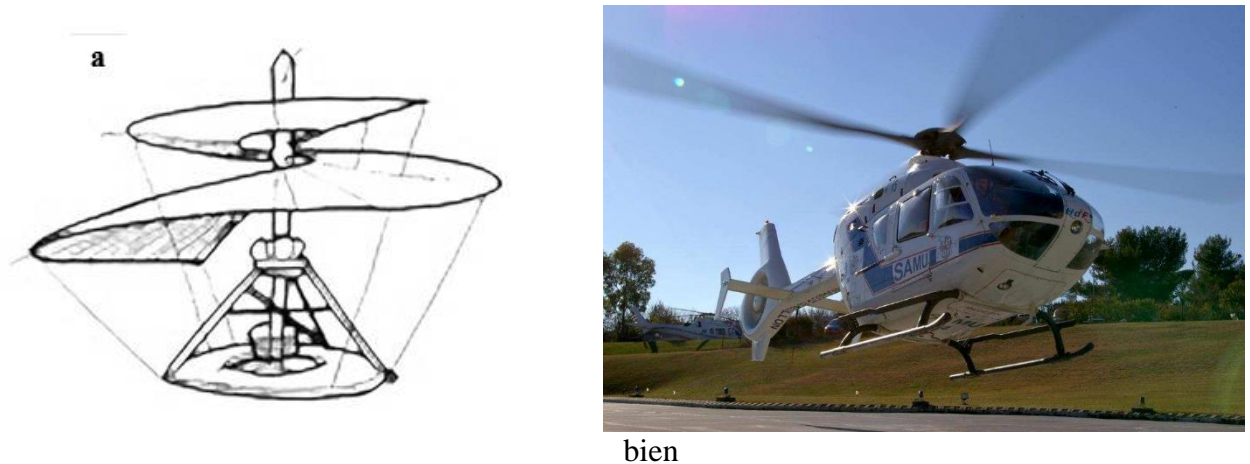


Figure 1 : De l' « Helix Pteron » de Léonard de Vinci (a) à l'EC135 d'Eurocopter (b).

insuffisant pour permettre aux 578kg de l'engin de s'élever dans les airs. Parmi les nombreuses innovations nécessaires au développement de l'hélicoptère, celle de sa motorisation s'est révélée absolument cruciale. L'amélioration conséquente des turbomachines, répondant à des besoins croissants en puissance, s'est faite en l'espace d'un demi- siècle. Un monde sépare les premiers moteurs à essence de 45cv et les deux moteurs Lotarev D-136,

développant 11240cv chacun, équipant le Mi-26 « Halo », un des plus grands hélicoptères du monde.

Dans cette quête d'optimisation des performances des turbomachines, les turbines HP (Hautes Pressions) ont fait l'objet d'une attention particulière. Les disques de turbine qui y sont intégrés comptent parmi les pièces les plus critiques des moteurs. Elles sont en effet particulièrement sollicitées thermo-mécaniquement en raison de hautes températures de fonctionnement, de la force centrifuge, des vibrations et des cycles de vol. Ces sollicitations vont engendrer des contraintes de type fluage au niveau de l'interpale, de fatigue au niveau

du moyeu, mais également de la corrosion et de la fatigue thermique. Les superalliages à base de nickel se sont avérés indispensables, souvent seule classe de matériaux pouvant répondre à ces multiples exigences. L'Udimet 720, qui fait l'objet de cette étude, est notamment un des

superalliages à base de nickel élaborés par lingot-forgeage les plus performants en température.

La rupture d'un disque en service est totalement interdite, la destruction de l'appareil étant alors inévitable. Il est donc absolument nécessaire de comprendre au mieux les processus de déformation et d'endommagement engendrés par l'ensemble des contraintes que subissent ces pièces de structure en service.

Dans ce but, plusieurs axes d'études ont été explorés lors de cette thèse :

- ❖ Les chargements mécaniques imposés aux disques intègrent la fatigue et le fluage mais aussi des couplages complexes entre ces modes de sollicitation. Leurs répercussions en terme de processus de déformation et d'endommagement sont étudiées dans ce travail au travers de la pratique d'essais de type fatigue-fluage (introduction d'un temps de maintien à charge maximale).
- ❖ Les disques de turbine positionnés en sortie de chambre de combustion sont en contact avec des gaz brûlés, milieu particulièrement chaud et agressif. On peut s'attendre à ce que les processus d'oxydation – corrosion à chaud aient de ce fait une influence significative sur les processus d'endommagement et la durée de vie des matériaux. Cet aspect est pris en compte dans cette étude par l'analyse comparée d'essais mécaniques conduits sous air et sous vide secondaire.
- ❖ En service, les superalliages pour disques sont soumis à des températures élevées. Dans ces conditions, leur microstructure métallurgique est susceptible d'évoluer, les effets pouvant être accélérés par l'action du chargement mécanique. Les répercussions des évolutions microstructurales sur les modes de déformation et les processus d'amorçage de

fissures sont analysées au travers du comportement d'états métallurgiques pré-vieillis.

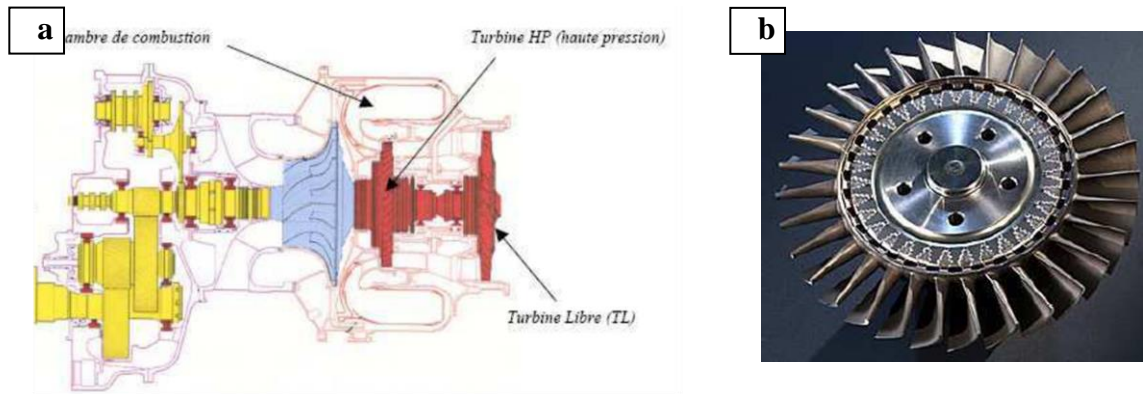


Figure 2 : Coupe de turbomachine de type Arrius (a), disque de turbine HP avec ses aubes (b) [réf. Turboméca].

Ces dernières années, des enjeux écologiques sont venus s'ajouter aux besoins de puissance et de fiabilité des turbines. La réduction de la consommation et des émissions polluantes à puissance égale passe par une amélioration du rendement qui peut notamment être obtenue grâce à l'augmentation de la température en entrée de turbine HP. L'objectif des motoristes est d'atteindre à court terme des températures d'utilisation supérieures à 700°C. Toutefois, aujourd'hui, les perspectives de développement de nouveaux alliages plus performants sont très réduites. Les progrès attendus pour l'augmentation de la tenue mécanique et de la capacité en température de cette classe

Dans le premier chapitre on a entamer quelque sujet bibliographique de cette alliage et quelque caractéristique pour bien comprendre son attitude et ses utilisation et son élaboration.

Dans le deuxième chapitre il était consacré a la microstructure qui est la base de notre travail.

Le troisieme chapitre est un chapitre expérimental qui parle de l'appareillage utiliser et les traitement appliquer.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1. Introduction

L'alliage Udimet500 étudié dans cette thèse est un alliage à base de nickel monocristallin biphasé. Il fait partie d'une famille de matériaux appelés superalliages. Ce nom a été donné en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques dans un large domaine de températures élevées et tenue à la corrosion et/ou à l'oxydation à chaud. Dans ce chapitre sont présentés les superalliages à base de nickel, des premiers alliages poly cristallins aux alliages monocristallins de dernière génération. Ensuite, le comportement mécanique du superalliage et les principales connaissances sur les modes de déformations élémentaires (dans la matrice, à l'interface et dans les précipités) sont détaillés pour finalement aborder les travaux précédents cette étude.

1.1. Historique du développement des superalliages

Depuis leur création dans les années 1940, le développement des superalliages à base de nickel a été très intense dans les années 1950 et 1960 lorsque Ver Snyder [2] a montré l'intérêt de leur utilisation pour les aubes de turbine haute pression des turbines à gaz. Un nouvel essor technologique est franchi avec l'avènement des premiers monocristaux en 1970 [2], et ce n'est qu'à partir de 1980 qu'apparaissent les superalliages monocristallins dont la composition est spécifiquement développée pour obtenir une structure monocristalline. La Figure 1. synthétise l'évolution de la résistance au fluage des différentes familles de superalliages depuis leur création. Des évolutions continues ont pu être apportées à chaque génération, mais les améliorations les plus significatives ont progressé par paliers grâce aux modifications de la microstructure (des alliages poly cristallins aux alliages monocristallins, en passant par les alliages à croissance dirigée), en lien avec l'amélioration des procédés d'élaboration. L'Udimet n'est pas présenté dans ce graphe. Il possède une composition et des propriétés similaires à l'alliage SRR99 développé à la même période. L'Udimet a été breveté en 1983. Il résulte de la collaboration de quatre entreprises et laboratoires français : l'ONERA, l'école des Mines de Paris, IMPHY SA et la SNECMA

L'amélioration de la tenue en température des superalliages au cours des dernières décennies s'est faite par optimisation de la composition chimique, mais aussi par la mise au

point de nouveaux procédés d'élaboration et traitements thermomécaniques.

Ces évolutions sont synthétisées sur la figure 1.1.

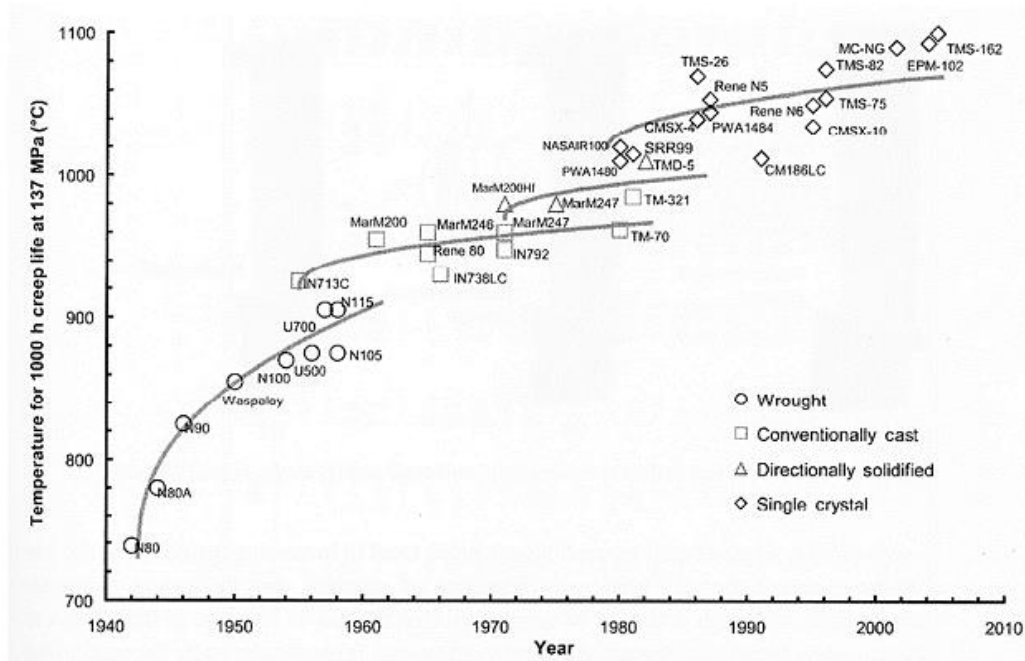


Figure 1.1: Evolution de la tenue en température de superalliages au cours des dernières décennies [3].

Comme l'indique la Figure 1.1, une première évolution a lieu au début des années 1960 avec l'amélioration de la fonderie de précision. L'introduction de la refusion et de la coulée des pièces sous vide a permis de réaliser des aubes de turbines fixes ou mobiles. Il s'agit de coulées conventionnelles destinées à produire des grains équiaxes de grande taille (Figure 1.2a), dans le but de diminuer la vitesse de déformation en fluage qui augmente quand la taille de grains diminue (les joints de grains jouant le rôle de sources ou de puits de lacunes). La solidification dirigée des aubes de turbine a débuté dans les années 1970 : l'alliage coulé dans un moule avec sole refroidie se solidifie progressivement en donnant des joints de grains parallèles à l'axe de la pièce (Figure 1.2 b). Il en résulte une excellente réponse au chargement dans la direction des contraintes principales les plus élevées. Par la suite, en utilisant la même technique, mais en démarrant la solidification à partir d'un germe unique à la base du moule, il a été possible d'obtenir des aubes monocristallines sans joints de grains (Figure 1.2 c). Après et encore de nos jours, industriellement la technique de sélection de grain avec un sélecteur du type « chicane » ou « queue de cochon » est utilisée.

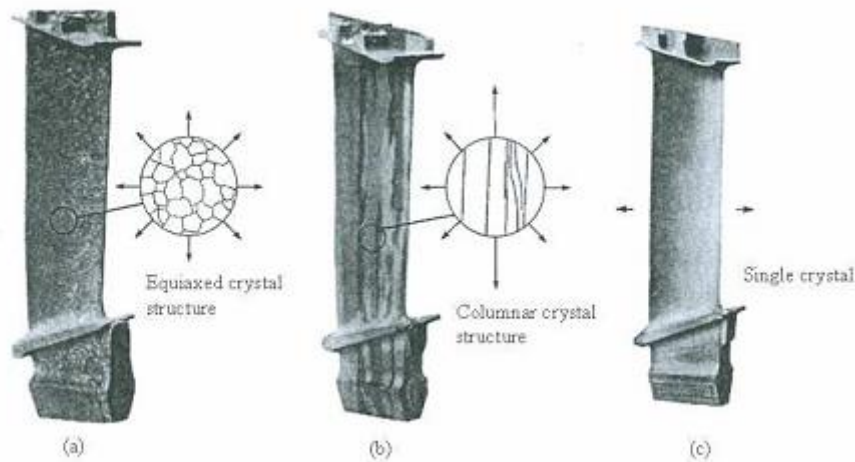


Figure 1.2: Aubes de turbine de microstructure (a) équiaxe, (b) colonnaire, (c) monocristalline [3]

2. Principaux alliages pour disques de turbines

Pour les turbines terrestres de gros diamètre, l'alliage IN 706 a été développé au milieu des années 1980 pour remplacer les aciers faiblement alliés utilisés dans les pièces tournantes des turbomachines. L'alliage 706 est dérivé de l'alliage IN 718, par réduction de la teneur en niobium, pour diminuer la propension de l'alliage à former des ségrégations et permettre ainsi la production de disques de grands diamètres. Mais l'augmentation de la forgeabilité de l'alliage se fait au détriment de sa résistance au fluage et de sa stabilité microstructurale à plus haute température. Pour répondre à l'élévation continue des performances des turbines, l'utilisation de l'alliage IN 718 a été de nouveau envisagée et a nécessité d'importants développements technologiques. [2]

Les superalliages pour disques de turbines les plus utilisés aujourd'hui sont l'IN 718 et l'IN 706, durcis par précipitation de phases J' et J'' . Il est possible de fabriquer par voie lingot-forgeage des disques de ces deux nuances pouvant atteindre 2 m de diamètre. Leur température d'utilisation maximale est de 600°C.

Le choix d'autres alliages pour disques dépend des conditions de fonctionnement :

- ❖ pour des fonctionnements à plus haute température, le Waspaloy, durci par précipitation de phases J' , est utilisé. Il est possible de réaliser des disques forgés de plus de 1 m de diamètre de cette nuance. Comme l'IN 718, le Waspaloy est utilisé pour réaliser à la fois des disques de turbines terrestres et aéronautiques.

- ❖ pour des fonctionnements à de plus fortes contraintes et de plus hautes températures, sont utilisés :
 - x l'Udimet 500, sous forme de disques forgés de diamètres maximum de 0,85 m,
 - x et principalement pour des applications militaires, des superalliages élaborés par Métallurgie des Poudres : le N 18, le René 88, le Merl 76, le René 95, l'EP 741 et l'Astroloy. Le diamètre maximal de ces disques est compris entre 0,4 m et 1 m. [3]

3. Les différents types des superalliages à base de nickel :

- ❖ **Les alliages Nickel-Chrome ou « Inconel »** : Les « inconels » présentent une forte teneur en nickel et en chrome, leur conférant une résistance aux milieux oxydants et réducteurs. Ils sont adaptés aux milieux corrosifs à température élevée. Certains alliages présentent d'exceptionnelles tenues à la fatigue.
- ❖ **Les alliages Nickel-Cuivre ou « Monel »** Les « monels » présentent une teneur en cuivre autour de 30 %. Ces alliages présentent une haute résistance mécanique, une bonne soudabilité et une excellente tenue à la corrosion dans une vaste gamme de températures et de conditions d'environnement.
- ❖ **Les alliages Nickel/Chrome-Molybdène/Fer ou « Hastelloy »** Les « hastelloys » sont spécialement résistants aux milieux corrosifs aussi bien oxydants que réducteurs. Leur polyvalence et leur tenue à la fatigue en font des alliages utilisés en chimie fine. Certains sont utilisés en incinération d'ordures ménagères.
- ❖ **Les alliages Nickel-Fer-Chrome ou « Incoloy »** : Le nom de marque déposée, Incoloy, est appliqué en tant que nom de préfixe à plusieurs alliages métalliques, à haute résistance à la corrosion et fortement résistant aux températures élevées, produit par des Corporation Spéciale en Métaux. Ces alliages Incoloy sont des alliages à base de nickel qui révèle des caractères qui incluent une bonne résistance à la corrosion dans des milieux aqueux, l'excellente force et résistance à l'oxydation dans des milieux à haute température, le fluage de bonne résistance à la rupture, et la facilité de fabrication. [8]
- ❖ **Microstructure des superalliages, en particulier de l'udimet** : Les superalliages, dont l'udimet, sont des alliages à base de nickel et d'aluminium principalement (plus d'autres éléments d'alliage). Les proportions de Ni et Al sont telles que l'alliage se situe dans le

domaine biphasé où les phases notées γ et γ' coexistent en dessous de 1300°C. Au-dessus, seule la phase γ est présente. La phase γ est une phase cubique à faces centrées (CFC) désordonnée, dans laquelle précipite la phase γ' , proche du composé intermétallique Ni₃Al, de structure ordonnée L1₂ dans la notation du Strukturbericht. La phase γ' est une phase durcissante qui renforce la phase γ plus malléable. Les précipités, cohérents avec la matrice et en forme de cuboïdes mesurent environ 450 nm et occupent

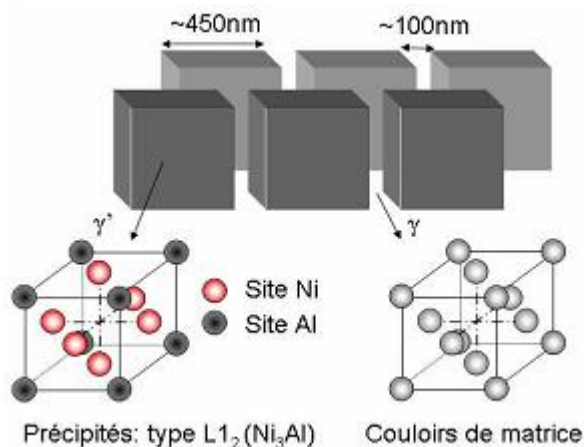


Figure 1.3: Représentation de la microstructure d'un superalliage.

environ 70% du volume total à température ambiante, après traitements thermiques de remise en solution et de vieillissement

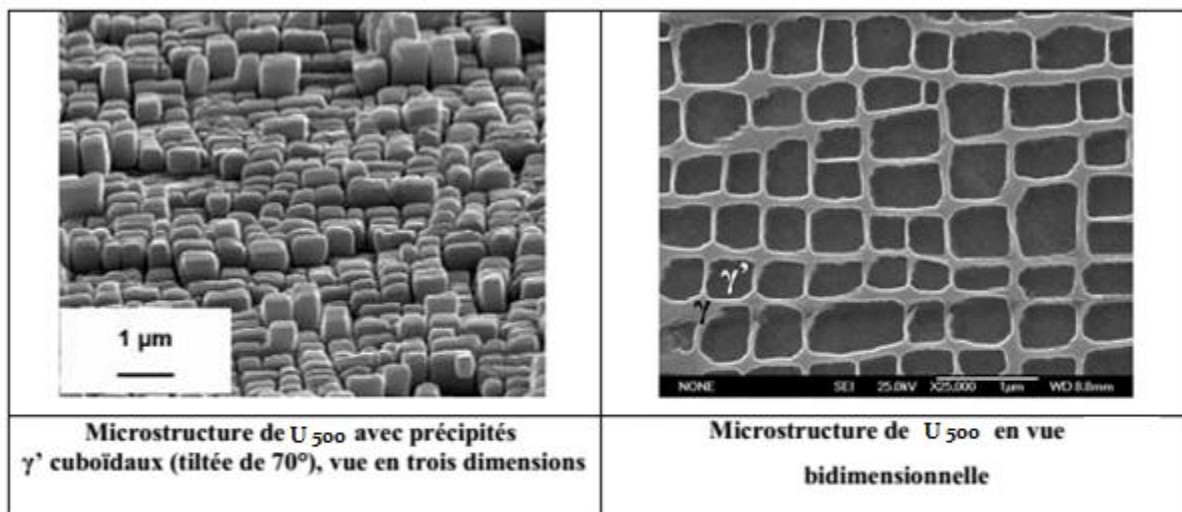


Figure 1.4: les vues en 2D et 3D de la structure cristalline. [2]

Cette structure biphasée possède une très bonne stabilité en température grâce à une grande cohérence entre la matrice et la phase durcissant. Cette cohérence découle du faible écart de paramètre de maille entre les deux phases qui implique une faible énergie à

l'interface (quelques dizaines de mJ.m^{-2}). Cet écart paramétrique va notamment influencer de manière significative sur la tenue en fluage

4. Composition chimique

Cette alliage est à base de nickel qui prend la majorité du pourcentage mais il y'a aussi les autres éléments qui donne à cette alliage les autres propriétés nécessaire

| Elément | Ni | Cr | Co | Ti | Al | Mo | C | Fe |
|--------------------|-----|-----|-----|----|----|----|------|----|
| pourcentage | 53% | 18% | 17% | 3% | 3% | 4% | 0.1% | 2% |

Tableau 1.1 la composition chimique de l'alliage udimet 500

| Element | Renforcement de la matrice | Augmentation de la fraction volumique de précipités J | Joint de gains | Autres effets |
|---------|----------------------------|---|---|---|
| Cr | Modéré | Modéré | M_{23}C_6 et M_7C_3 | Améliore la résistance à la corrosion Favorise les phases TCP |
| Mo | Fort | Modéré | M_6C et MC | Augmente la densité |
| W | Fort | Modéré | | Favorise les phases TCP* V et P |
| Ta | Fort | Importante (+J'') | | |
| Nb | Fort | Importante (+J'') | NbC | Favorise les phases J' et G |
| Ti | Modéré | Très importante | TiC | |
| Al | Modéré | Très importante | | Al augmente la Résistance à l'oxydation |
| Fe | | J' -> E, K, J'' ou G | | Diminue la résistance à l'oxydation Favorise les phases TCP V et de Laves |
| Co | Leger | Modéré pour certains alliages | | Élève le solidus ; peut élever ou abaisser le solvus |
| Re | Modéré | | | Retarde la coalescence des J' Augmente le "misfit" J'/ J |
| C | Modéré | | carbure | |
| B , Zr | Modéré | | | Inhibe la coalescence des carbures Augmente la résistance du joint de grains Augmente la résistance en fluage et la ductilité |

Tableau 1.2 : Effets des principaux éléments d'alliages dans les superalliages à base de nickel [Durand-charre 1997]

* TCP = "Topologically closed-packed phases" que l'on traduit par "phases topologiquement compactes".

5. Procédés d'élaboration de l'Udimet 500

Un des principaux usages des superalliages polycristallins concerne les disques de turbines. Leur élaboration se fait essentiellement par l'une ou l'autre des voies suivantes : par coulée d'un lingot suivie d'un forgeage ou par métallurgie des poudres. Le premier procédé est largement employé. Le second, plus coûteux, est surtout utilisé pour élaborer des

composants à vocation militaire.[8]

5.1. Voie Lingot coulé – Forgeage

Le développement des superalliages n'aurait pas été possible sans la maîtrise des procédés d'élaboration sous vide et de refusion. La gamme complète de fabrication des superalliages pour disques nécessite généralement la succession de plusieurs opérations (figure A.4):

- ❖ La première étape consiste à mettre en œuvre une coulée et à en régler sa composition chimique. Les éléments d'addition sont incorporés à l'alliage de base qui est fondu sous vide par induction (VIM : Vacuum Induction Melting). Cette étape permet en particulier d'introduire de fortes teneurs en titane et en aluminium, éléments très réactifs à l'air.
- ❖ Les structures de solidification à l'issue du procédé VIM étant très inhomogènes, des opérations de refusion sont nécessaires. Le matériau est refondu sous laitier (ESR : Electro Slag Remelting) sous vide (VAR : Vacuum Arc Remelting) pour purifier la coulée, affiner les microstructures de solidification et homogénéiser la composition chimique.
- ❖ Le lingot subit ensuite différentes séquences de forgeage à chaud sous presse hydraulique. Cette étape permet d'homogénéiser la microstructure et de mettre en forme la billette avant la dernière phase de forgeage. A ce niveau, la billette créée qui correspond à un demi-produit, subit une série de contrôles (analyse chimique, microstructurale et par ultrasons).
- ❖ A partir d'un tronçon de billette, on effectue un matriçage qui permet d'obtenir un disque au plus près de ses cotes finales.
- ❖ On procède aux différents traitements thermiques qui permettront d'obtenir la microstructure et l'état de précipitation souhaités.
- ❖ La pièce est enfin contrôlée avant de subir l'usinage final

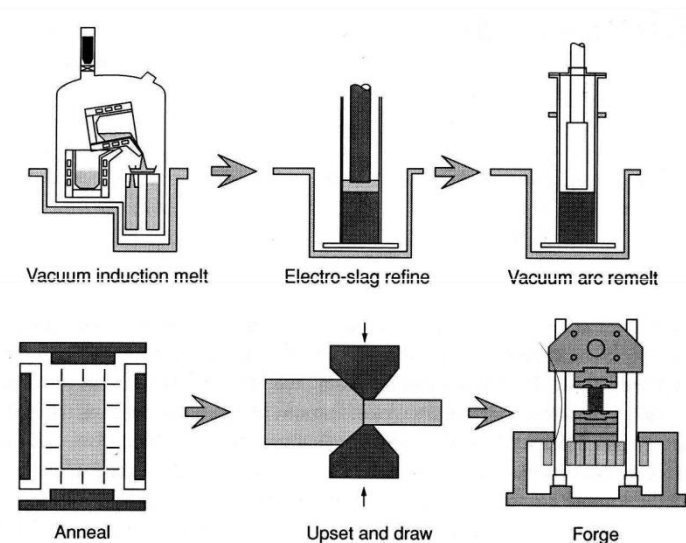


Figure 1.5: Procédé d'élaboration VIM / ESR / VAR suivi du forgeage [8].

Les principaux défauts rencontrés dans les disques élaborés par ce procédé sont essentiellement les ségrégations chimiques. Des hétérogénéités microstructurales en terme de taille de grains peuvent également apparaître ainsi que des oxydes ou des phases fragilisantes. Pour réduire les risques, on se restreint à l'élaboration de pièces de taille limitée. Cette voie lingot coulé – forgeage est toujours celle principalement employée en raison de son faible coût.

5.2. Elaboration par métallurgie des poudres

Pour améliorer les performances des superalliages, de nouvelles nuances ont été mises au point, de plus en plus chargées en éléments d'addition. L'augmentation des caractéristiques mécaniques des nouveaux alliages et en particulier la diminution de la ductilité, rend le forgeage plus difficile. A cette limitation viennent s'ajouter des problèmes de ségrégations chimiques. L'élaboration par métallurgie des poudres est apparue comme une des seules méthodes pour pallier ces problèmes. Les alliages obtenus par ce procédé bénéficient d'une plus grande homogénéité chimique réduisant de ce fait la dispersion de propriétés mécaniques. Ils présentent également une meilleure ductilité et sont plus faciles à mettre en œuvre. Les différentes étapes de ce procédé d'élaboration sont décrites ci- dessous (figure 1.6) :

- ❖ La poudre est obtenue par atomisation sous gaz inerte (souvent de l'argon), ou par pulvérisation centrifuge. Le métal liquide se désintègre en fines gouttelettes qui se solidifient au cours de leur vol dans la tour d'atomisation. Comme la vitesse de solidification est élevée, la ségrégation chimique est limitée.
- ❖ Un tamisage des poudres est ensuite effectué pour éliminer la majorité des particules en céramique provenant des creusets et de l'outillage des étapes précédentes. Ces particules agissent en effet comme des défauts au sein des composants réduisant nettement leur résistance en fatigue. La taille des poudres obtenues par tamisage est souvent de l'ordre de $75\mu\text{m}$.
- ❖ Les poudres sont introduites dans des conteneurs en acier inoxydable scellés sous vide pour éviter toute contamination. On parle ici de « mise sous gaine ».
- ❖ Sous l'action simultanée de la contrainte et de la température, les poudres sont compactées dans les conteneurs puis filées dans une presse classique. On obtient un matériau plus ductile ayant une microstructure homogène. De plus, le filage permet de disperser les inclusions céramiques et organiques résiduelles tout en limitant leur taille.
- ❖ La mise en forme de la pièce est réalisée par forgeage isotherme. Dans ce procédé, le domaine de température et de vitesse de déformation correspond le plus souvent à un forgeage superplastique en raison de la faible taille de grains. Cela permet l'utilisation de presses de plus faible puissance (de 5000 à 8000 tonnes contre 30000 à 50000 tonnes pour du forgeage classique). Le galet obtenu aura des côtes voisines de celles du disque final. [8].

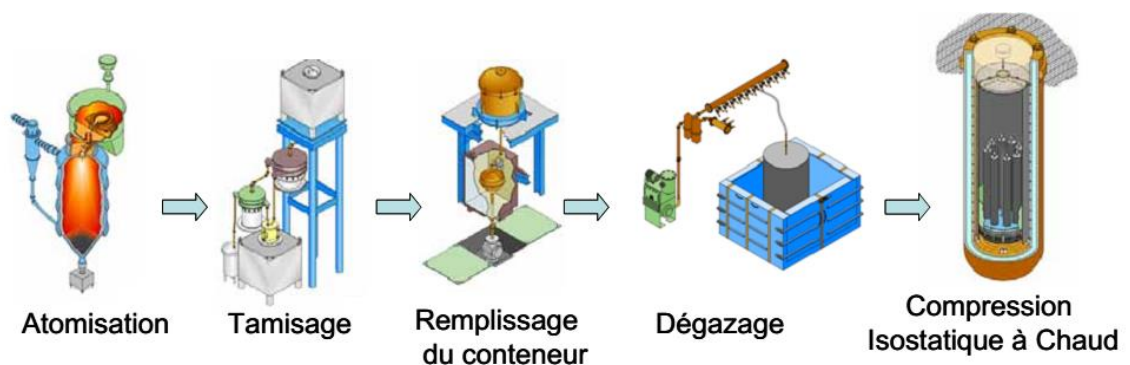


Figure 1.6: Procédé d'élaboration par métallurgie des poudres [8].

6. Techniques de caractérisation

Divers moyens d'observation et d'analyse microstructurale ont été mis en œuvre dans le cadre de cette thèse. Les conditions de leur utilisation sont présentées dans ce paragraphe

en mettant l'accent sur les spécificités qu'il a fallu régler pour le cas de l'Udimet 720.

7. Attaques chimiques

Plusieurs attaques chimiques ont été utilisées selon le type d'observations à réaliser. Auparavant, chaque échantillon a subi plusieurs étapes de polissage au papier SiC (grade 320 jusqu'au grade 5000) puis au spray diamanté jusqu'au grade $1\mu\text{ m}$.

Attaque Kalling n°2 : mélange de 100ml d'acide chlorhydrique, 50ml d'éthanol et de 10g de CuSO_4 . Elle attaque la précipitation durcissant γ' en ne laissant que la phase γ . Elle permet d'obtenir une information sur la fraction surfacique de phase γ' ainsi que sur la largeur des couloirs de matrice inter-précipités. [4].

8. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe général d'un MEB est basé sur la formation de l'image d'un objet à partir des signaux réémis par la zone « balayée » par un faisceau d'électrons dont on maîtrise la taille et les déplacements. Les électrons générés au sein du canon par un filament sont accélérés dans la colonne pour atteindre l'échantillon placé dans la chambre sous vide. L'interaction électrons – échantillon va produire des rayons X, des électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés... Ces rayonnements et particules sont captés par un ou plusieurs détecteurs spécifiquement utilisés pour former une image. Pour les observations n'exigeant pas de résolution importante à fort grossissement, un microscope électronique à balayage conventionnel à filament de tungstène JEOL 6400 a été utilisé. La plupart des images ont été réalisées sous une tension de 25kV et un courant de sonde compris entre 10^{-9} et 10^{-10} A.[8]

Chapitre 2

Traitement thermique et microstructure

1. Modes de durcissement des superalliages :

Les superalliages sont renforcés selon 3 mécanismes :

- Le durcissement par précipitation de phase ordonnée γ' est le mode de durcissement majeur des alliages base nickel. La taille, la morphologie et la répartition des précipités pour une fraction volumique donnée vont conditionner les propriétés du matériau, particulièrement la limite d'élasticité, le durcissement par écrouissage, la rupture, la tenue en fatigue et la vitesse de fissuration, mais aussi le fluage. Les microstructures obtenues dépendent du choix des températures de traitement, de la vitesse de refroidissement lors de la trempe et de la durée des traitements de précipitation.
- La précipitation des carbures et borures s'effectue surtout aux joints de grains afin d'en améliorer l'ancrage. Ces éléments sont généralement insensibles aux traitements thermiques et n'engendrent pas de risque de brûlure, c-à-d de fusion locale de la matrice qui les entoure.
 - Le durcissement par effet de solution solide est obtenu par distorsion du réseau cristallin par substitution au nickel d'atomes lourds tels que le tungstène ou le molybdène, de grands diamètres et de faibles vitesses de diffusion dans le nickel. [8].

2. Traitement de mise en solution

Des études préliminaires ont été menées à l'ONERA sur le NR3 pour montrer lequel des deux traitements de mise en solution, de type supersolvus pour créer une microstructure à gros grains (GG) ou de type subsolvus pour créer une microstructure à petits grains (PG), est le mieux adapté aux conditions d'utilisation. En effet, une augmentation de la taille de grains améliore les propriétés en fluage au-delà de 700°C mais à 650°C, cet effet est moins clair et même inversé. C'est pour cette raison que le superalliage N18, résistant jusqu'à 650°C, a subi un traitement subsolvus suivi de revenus conduisant à trois populations de précipités présentées sur la *figure II.2*. 700°C semble donc être une température critique pour le choix du traitement de mise en solution. Il a donc fallu vérifier si, à 700°C, une microstructure à gros grains était vraiment nécessaire pour obtenir la meilleure tenue en fluage dans une large gamme de contrainte. Pour cela, la SNECMA a traité différemment

deux galets : un ayant subi un traitement subsolvus (1175°C) et l'autre un traitement supersolvus (1210°C), suivis chaque fois par un refroidissement à la vitesse de 80-100°C/min. Des essais de fluage à 700°C ont ensuite été effectués sur ces deux galets pour différentes contraintes [12]. Les courbes correspondantes sont présentées sur la *figure II.1*. Elles montrent clairement l'effet bénéfique d'une microstructure à gros grains sur le comportement en fluage du NR3 à cette température.

Le traitement de mise en solution supersolvus a donc été retenu. Il entraîne la dissolution des précipités γ' primaires bloquant les joints de grains et ainsi provoque le grossissement des grains qui atteignent une taille moyenne de 50 μm (*figure II.4*).

Il ne subsiste alors que deux populations de précipités : les secondaires et les tertiaires, caractéristiques d'une précipitation bimodale.

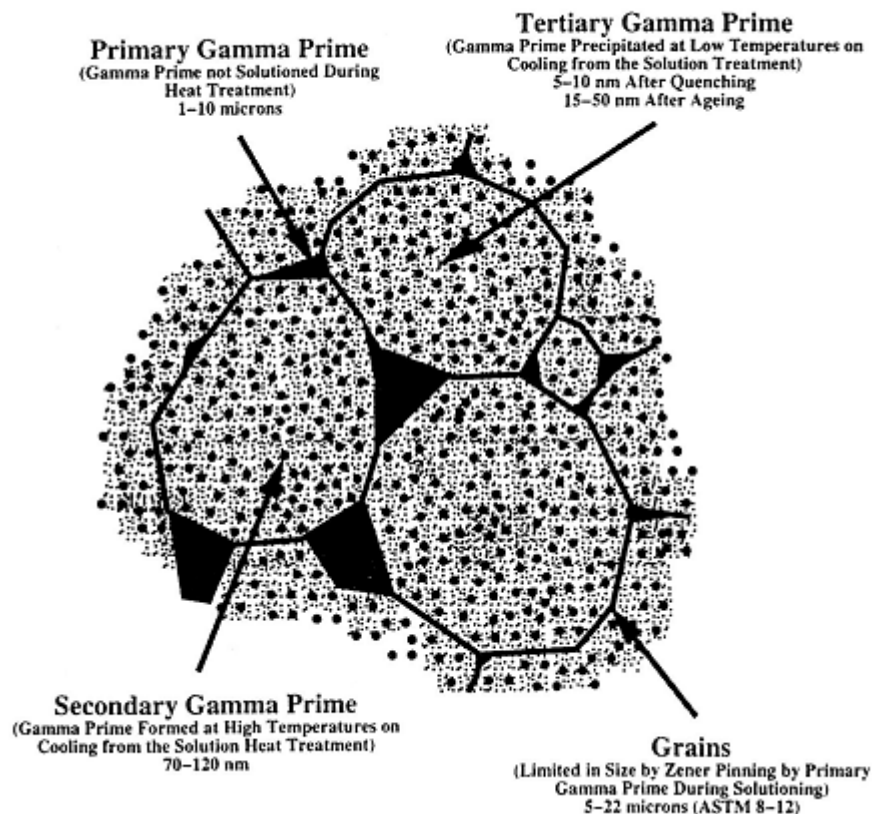


Figure 2.1: Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase γ' . [12]

2.1. Influence de la température et du temps de mise en solution :

La mise en solution de la phase γ' peut s'effectuer de façon plus ou moins complète en jouant sur la température et la durée du traitement, le but étant de maîtriser la fraction de phase γ' restante à la fin du traitement. Pour une mise en solution partielle, la phase γ' non mise en solution se présente sous forme de particules majoritairement présentes aux joints de grains. Pour résumer, plus la température de mise en solution est élevée, plus le taux de précipités γ' sera faible dans le matériau. La reprécipitation des précipités γ' lors du refroidissement est conditionnée par la vitesse de refroidissement du traitement thermique de mise en solution.

2.2. Influence de la vitesse de refroidissement :

La vitesse de refroidissement influe sur la formation des précipités γ' lors du refroidissement. Plus elle est rapide, plus la microstructure finale ressemblera à celle obtenue à la température de mise en solution. Toutefois, il sera constaté par la suite que la cinétique de précipitation de la phase durcissante est extrêmement rapide et qu'il est quasiment impossible d'éviter sa reprécipitation.

3. L'hypertrempe :

Pour éviter une précipitation non souhaitée, les superalliages à base de nickel (structure austénitique) subissent, en général, un traitement dit d'hypertrempe qui consiste en un chauffage entre 1050°C et 1150°C, suivi d'un refroidissement rapide. Ce traitement a pour but de conserver à température ambiante, la phase austénitique formée à haute température pourtant thermodynamiquement instable. Cette technique est appliquée pour permettre de maintenir, ou de remettre, en solution dans l'austénite tous les éléments d'alliage, en particulier les carbures dont la précipitation dans les espaces intergranulaires favoriserait la corrosion cristalline. Lors d'un traitement hypertrempe, on obtient donc des microstructures monophasées. De plus ce traitement permet d'homogénéiser la structure sans faire grossir le grain de façon excessive.

Le choix de la température d'hypertrempe s'oriente vers la partie haute de l'intervalle pour les nuances d'alliages contenant du molybdène afin de dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides. La durée du maintien à la température d'hypertrempe doit être relativement longue en raison de la faible conductivité thermique des alliages austénitiques. Des durées de chauffage de 0,7 à 2,5 minutes par millimètre d'épaisseur sont préconisées. Le haut de la fourchette est choisi pour une élimination

complète des contraintes résiduelles et le bas pour limiter le grossissement du grain. *.[9]*

4. Vieillissement :

Ces traitements ont pour but de précipiter le maximum de fraction volumique de phases durcissantes et d'optimiser leur morphologie. Les objectifs sont l'obtention de précipités stables permettant un usage de longue durée en températures et sous contraintes élevées.

L'augmentation du taux de phase γ' dans le matériau permet en outre d'augmenter ses propriétés mécaniques, en particulier sa dureté. Ces traitements interviennent en complément d'un traitement thermique de mise en solution.

La précipitation de la phase γ' est gouvernée, en partie, par l'histoire thermomécanique du matériau et, dans le cas des superalliages évolués, par la vitesse de refroidissement. La formation de la phase γ' s'effectue en 2 étapes : précipitation proprement dite et coalescence.

De même que pour la mise en solution, les paramètres ajustables des traitements thermiques de vieillissement sont la température, le temps de maintien en température et le mode de refroidissement. Les traitements de vieillissement compris entre 800°C et 1050°C permettent la précipitation d'un grand nombre de particules γ' stables.

Le but de ces traitements de vieillissement est bien entendu de maîtriser la précipitation de la phase γ' afin de conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées. *.[9]*

5. Stabilisation :

Le traitement thermique de stabilisation (ou de relaxation des contraintes) s'effectue après soudage. Durant le soudage, des contraintes résiduelles sont introduites dans le matériau et peuvent altérer ses propriétés. Ce traitement a pour but de supprimer les contraintes résiduelles afin de stabiliser l'alliage soudé.

6. Solidification dans les superalliages

Lors de la solidification d'un alliage métallique, le solide croît au détriment du liquide, les deux phases étant caractérisées par des compositions différentes. Ces différences de compositions varient avec la température durant le procédé de solidification et vont donc avoir pour conséquence de faire apparaître des gradients de concentrations en éléments de soluté. Ce phénomène est connu sous le nom de microségrégation, dans le cas d'une

ségrégation se produisant à l'échelle interdendritique. De plus, en raison du refroidissement combiné avec le rejet de soluté dans le liquide, la formation de phases secondaires, principalement γ' dans le cas des superalliages à base de nickel, peut avoir lieu à la fin de la solidification. Un traitement thermique de mise en solution est effectué après la solidification de manière à faire disparaître la phase γ' formée durant la solidification. Le traitement thermique est ensuite poursuivi avec un revenu, durant lequel des précipités γ' sont formés dans la phase primaire γ de manière à obtenir une taille moyenne, une distribution de tailles et une morphologie contrôlées, ce qui n'est pas le cas de la phase γ' interdendritique formée en fin de solidification. Si le traitement de mise en solution/homogénéisation n'est pas complet, la microségrégation peut encore influencer d'une manière non négligeable le déroulement de la précipitation, notamment au niveau de la taille et de la fraction volumique des précipités γ' .

7. Généralités sur la formation de la microstructure durant la solidification

Lors de la solidification des superalliages à base de nickel, la première phase formée est généralement γ , qui possède la structure cfc du nickel [7]. Cette phase est généralement présente sous forme de dendrites, dont l'espacement entre troncs primaires est typiquement de plusieurs centaines de μm , pour les conditions de mise en œuvre industrielles de l'AM1 [12]. Dans ce superalliage, les éléments présents en plus grandes quantités dans le liquide sont Al, Cr, Mo, Ta et Ti. Au cours du refroidissement, la phase γ' apparaît d'abord sous forme d'eutectique, dans les zones interdendritiques, en raison de la sursaturation plus élevée en éléments stabilisant γ' , tels que Al, Ta et Ti. Les précipités γ' apparaissent ensuite dans les dendrites de γ , lors du refroidissement à plus basse température.

Les précipités formés durant le refroidissement, que ce soit les particules interdendritiques ou les précipités formés dans les dendrites, sont caractérisés par des distributions de tailles et des morphologies irrégulières, ne permettant pas d'obtenir les propriétés mécaniques désirées. Par conséquent, deux types de traitements thermiques sont réalisés après la solidification : le traitement thermique de dissolution/homogénéisation, ayant pour but de dissoudre la phase γ' formée durant la solidification, y compris sous forme d'eutectiques, et les traitements thermiques de revenu, permettant de former les précipités γ' possédant des tailles permettant d'atteindre les propriétés mécaniques désirées. Il est à noter que le traitement de dissolution/homogénéisation permet de régulariser la distribution du soluté dans les dendrites γ , permettant ainsi de réduire les inhomogénéités spatiales de

fraction de γ' formés plus tard lors du traitement de précipitation.

Le mécanisme de formation de γ' en fin de solidification n'est pas connu avec certitude [7]. Il semblerait que cette phase se forme soit par une réaction eutectique, soit par une réaction péritectique. Le mécanisme de formation de γ' , pour un même alliage, peut évoluer entre eutectique et péritectique en raison des variations de température et de concentration locale [7]. Une illustration schématique est donnée par la Figure 10, où la solidification de l'alliage ternaire de composition M implique la formation de la phase γ' en

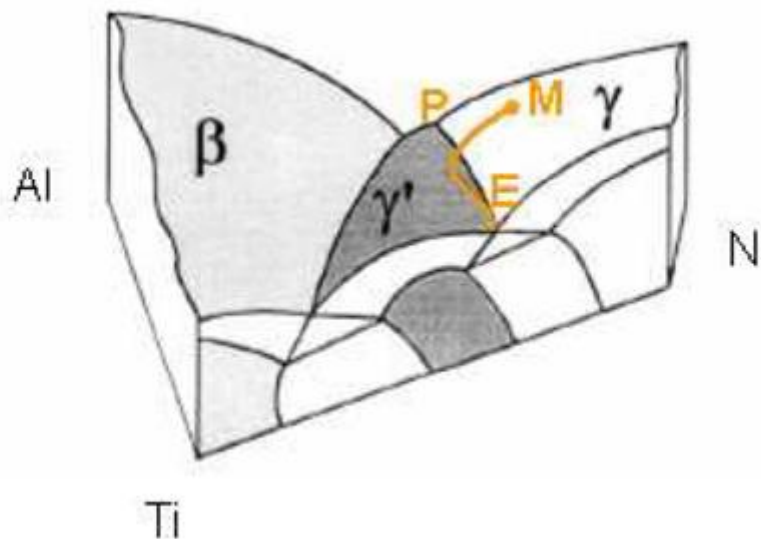


Figure 2.2: Représentation schématique de la solidification d'un alliage ternaire Ni-Al-Ti de composition nominale M. Le chemin de solidification implique successivement le péritectique P et l'eutectique E [7].

suivant des réactions de type péritectique, P, et eutectique, E.

Des études ont été effectuées par Pang et al. sur le superalliage in 718, afin de déterminer la séquence de formation de γ' et son impact sur les microstructures obtenues à l'état brut de coulée. La Figure 11 montre la microstructure constituée des phases γ et γ' de différentes morphologies, au voisinage d'une dendrite. À partir des observations effectuées en microscopie électronique, et des reconstructions en 3D obtenues grâce à la technique de microscopie ionique (FIB), les auteurs ont pu proposer une séquence d'apparition de γ' avec différentes morphologies. Dans un premier temps, la phase γ' apparaît à la périphérie de la dendrite, sous la forme d'un réseau γ/γ' . Lors de l'avancement de la solidification, la phase γ' présente une morphologie de plus en plus grossière, et se présente sous forme de cellules. La croissance de ces dernières se poursuit jusqu'à ce qu'elles rencontrent des dendrites adjacentes, ou d'autres cellules. Une hypothèse de mécanisme de formation de γ' a

également pu être formulée, sur la base des résultats expérimentaux et de calculs effectués avec le modèle de Scheil du programme JmatPro : γ' apparaîtrait selon une réaction eutectique, menant à la transformation du liquide en $\gamma+\gamma'$, avec des espacements très variés, expliquant la variation des morphologies observées. Il a également été formulé qu'une réaction péritectique puisse se produire d'une manière transitoire, menant à la formation du réseau fin γ/γ' , avant de terminer la solidification par une réaction eutectique aboutissant à des microstructures plus grossières impliquant γ et γ' . Il est à noter que ces conclusions diffèrent en partie celles formulées dans un article précédent Etant donné que la

réaction finale est de type eutectique, le terme "eutectique" sera utilisé pour faire référence à la structure γ/γ' formée en fin de solidification dans la suite de cette étude.

Après la solidification, γ' est également formée dans la phase primaire, sous forme de précipités. La forme et la distribution de taille de ces derniers varient en fonction de la localisation, en raison de la ségrégation des éléments de soluté.

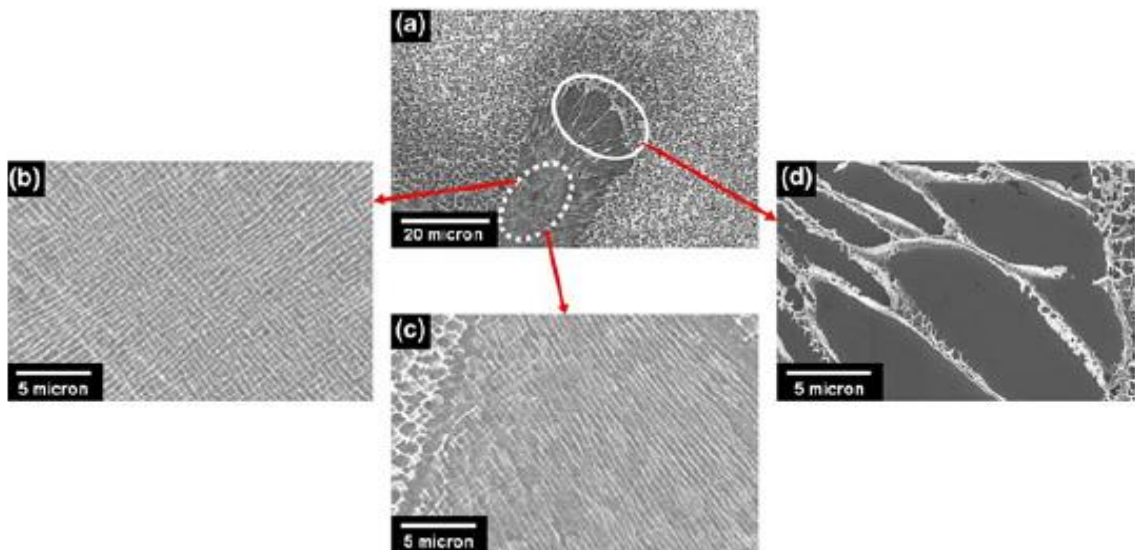


Figure 2.3: Microstructure du superalliage Udimet 720, à l'état brut de coulée, observée en microscopie électronique à balayage avec (a) : région interdendritique entourée par la phase γ dans laquelle de nombreux précipités γ' se sont formés, (b) et (c) : microstructure alternée γ/γ' fine dans la région interdendritique, (d) : cellules grossières de γ' dans la région interdendritique. (a-c) : mode d'imagerie : électrons rétrodiffusés, (d) : électrons secondaires, après attaque chimique.[3]

8. Formation de la structure dendritique de la phase primaire

Afin d'obtenir des propriétés mécaniques optimales en fluage, les aubes de turbines destinées à travailler à haute température sont monocristallines. De plus, l'orientation cristallographique du cristal doit être contrôlée, afin que la contrainte appliquée soit dirigée selon la direction permettant de minimiser le taux de déformation en fluage. Afin d'obtenir une structure monocristalline, le gradient thermique et la vitesse de solidification sont choisis de manière à former un front de dendrites colonnaires issues d'un même grain à la sortie du sélecteur. D'une manière générale, il est nécessaire d'éviter des régimes de gradient thermique et de vitesse de solidification aboutissant à la formation de grains équiaxes, ce qui conduirait à l'obtention d'un matériau polycristallin. L'impact des régimes de solidification a été étudié, entre autres, par Dubiz [2], qui a proposé un critère de transition en fonction du gradient thermique et de la vitesse de solidification. En supposant une cinétique de pointe de dendrite donnée par $v = A\Delta T^n$ (où v , A , ΔT et n sont respectivement la vitesse de solidification, une constante, la surfusion et un exposant), il a été montré que la transition colonnaire/équiaxe se produit lorsque le ratio v/Gn dépasse une valeur critique. Ceci a également été montré par Gäumann et al. dans le cas du udimet720. Schématiquement, la transition se produit lorsque la surfusion dans le liquide est suffisante pour provoquer la germination de grains solides, ces derniers pouvant alors bloquer l'avancée des dendrites colonnaires s'ils sont suffisamment grands et nombreux. Cette évolution de la microstructure avec les paramètres de mise en œuvre est également montrée à la Figure 13, dans le cas de l'alliage de nickel.

Précipitation

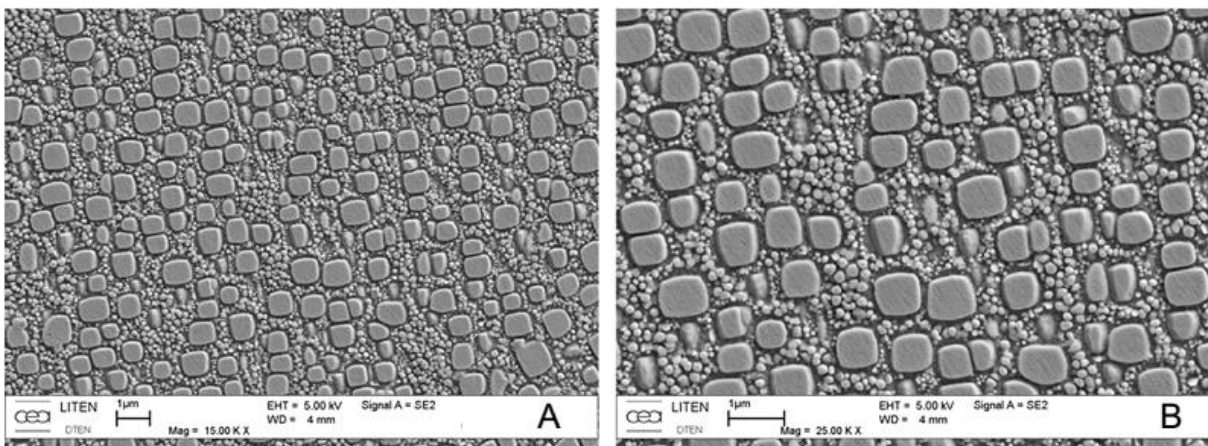
γ' La précipitation γ' a été observée au MET ainsi qu'au MEB FEG. Ces deux techniques permettent d'accéder à la précipitation tertiaire la plus fine. Pour réaliser une mesure des tailles et fractions volumiques des populations de γ' , l'analyse quantitative par Microscopie Electronique en Transmission est cependant plus ardue à mettre en œuvre. En effet les images obtenues sont la projection de la précipitation contenue dans la lame mince, il est donc nécessaire de connaître l'épaisseur de celle-ci pour exploiter toutes informations. En combinant l'observation en 2 ondes sur les taches de surstructure de la phase γ' et la mesure d'épaisseur par diffraction en faisceau convergent CBED (Convergent Beam Electron Diffraction), il est néanmoins possible d'extraire des données quantitatives sur la précipitation.

A cette méthode, il a été préféré l'analyse de coupe polie du matériau observé au

MEB FEG. Les images utilisées ont un contraste plus uniforme et permettent de s'affranchir du biais introduit par les effets d'épaisseur.

9. Précipitation γ' intragranulaire

L'observation de la précipitation γ' révèle deux populations de précipités que l'on appellera « secondaire » et « tertiaire », qualificatifs choisis en fonction du moment d'apparition au cours du traitement thermique (les précipités primaires présents initialement dans la poudre étant totalement dissous lors du traitement à 1200°C / 24h). Les précipités γ' secondaires sont de forme cubique et ont germé pendant le refroidissement qui suit le palier à 1200°C. Les précipités tertiaires, plus petits et de forme sphérique, sont apparus lors de la trempe rapide qui suit la remise en solution partielle à 1110°C. La figure II-6 présente les images obtenues avec les différentes techniques d'observation et de préparation d'échantillon. En A et B l'échantillon a été faiblement attaqué, en C et D fortement attaqué, les images E et F ont été réalisées à partir d'échantillons polis et les images G et H ont été obtenues par MET en deux ondes sur une tache de surstructure de la phase γ' . L'analyse quantitative a été menée à partir d'images du type E et F, après binarisation, à l'aide des logiciels Aphélon et Labview. L'alliage étudié possède une fraction volumique globale de phase γ' de 46%. Pour réaliser l'analyse quantitative des précipités secondaires de forme cubique, nous avons sélectionné les images dont le plan de coupe est parallèle aux facettes des précipités (sur ces images les précipités d'un même grain ont une forme carrée). Pour cette population de précipités, le calcul de la taille a été réalisé en assimilant la forme des précipités à un cube parfait et les valeurs présentées correspondent aux arêtes équivalentes.[4].



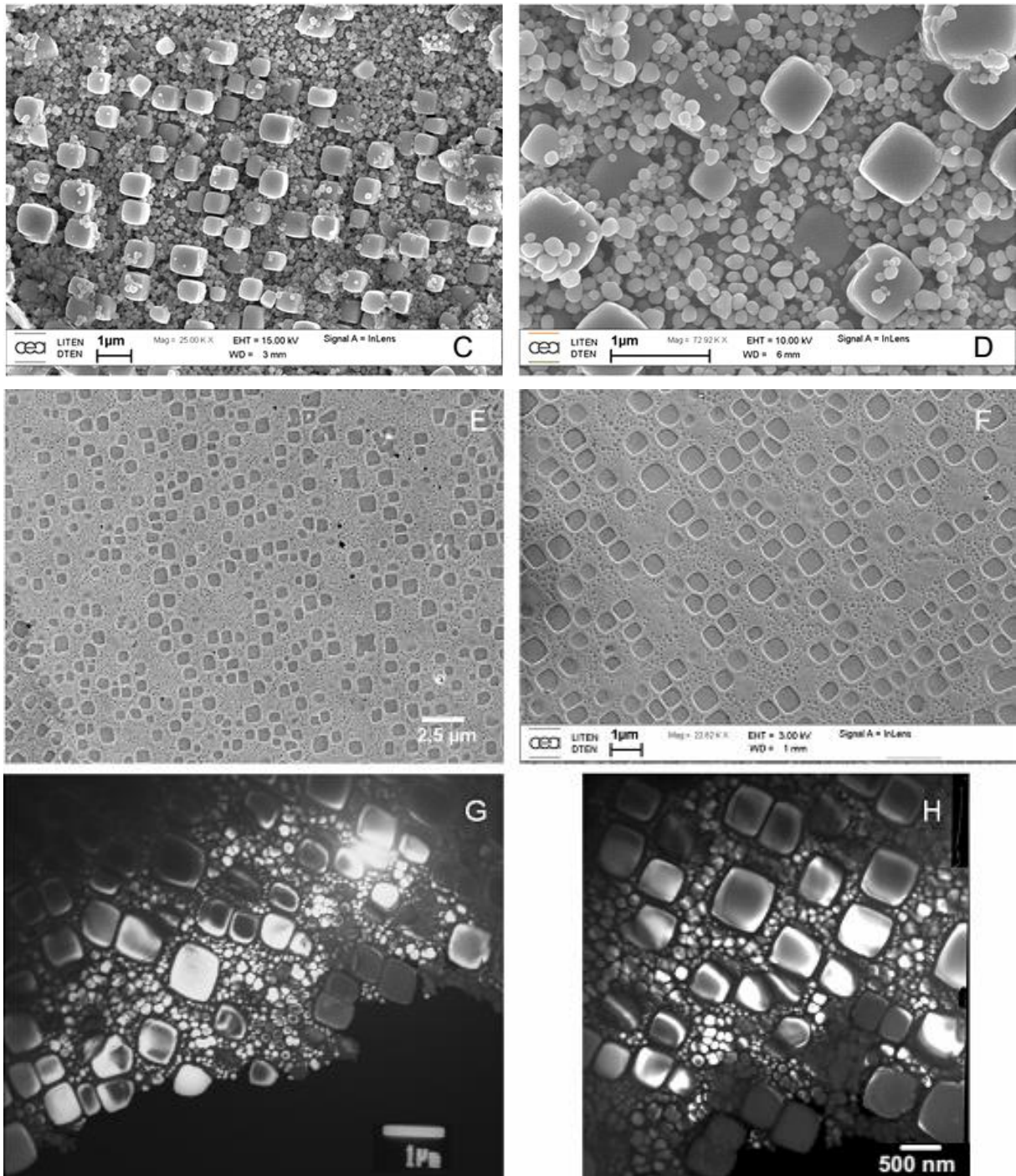


Figure 2.4: Observation de la précipitation γ' intragranulaire.[4]

Chapitre 3

Partie Expérimentale

1. L'obtention de la pièce

On a travaillé avec 4 échantillons obtenue d'une ailette de turbine à gaz MS9001 découper par la machine a découpage par fil électrique EDM sous forme triangulaire

2. La composition chimique

La composition chimique de cette alliage est faite par spectromètre a rayons X modèle XL3T-62240 pour savoir exactement la composition chimique nominale du matériau (% poids)

| Elément | Ni | Cr | Co | Ti | Al | Mo | C | Fe |
|-------------|-----|-----|-----|----|----|----|------|----|
| pourcentage | 53% | 18% | 17% | 3% | 3% | 4% | 0.1% | 2% |

Tableau 2 composition chimique de nos échantillon

3. Le traitement thermique envisagées

les échantillons découpés ont subis des cycles thermiques comme suit envisager dans notre etude comme suit :

4. Appareillages utilisés

On a commencé le traitement thermique dans les laboratoires de physique de l'université FARHAT Abbes de sétif le traitement thermique est fait sous vide dans un tube de quartz pour éviter l'oxydation des échantillons (il peut résister a une température pouvant atteinde 1600°C).

Le vide est créé par une pompe a vide de marque Adixen avec un four tubulaire de la marque thermolyne 21100 température max 3000C°.



Figure 3.3: four tubulaire de la marque thermolyne 21100.



Figure 3.2: tube de quartz.



Figure 3.1: Pompe à vide.



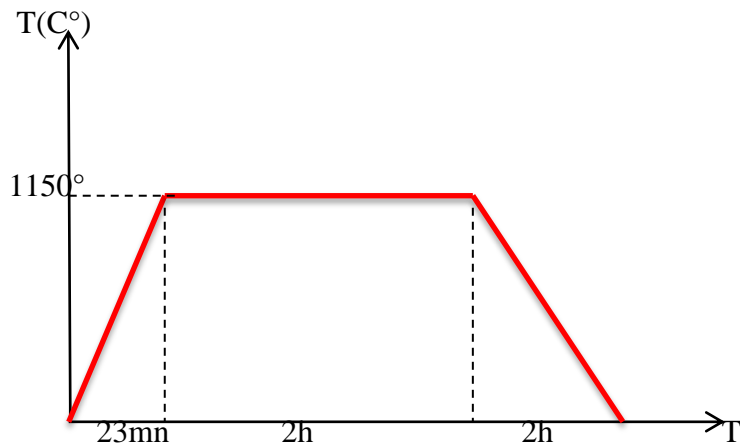
Figure 3.4: les pièce déposer dans le tube.



Figure 3.5: Le four nabertherm.

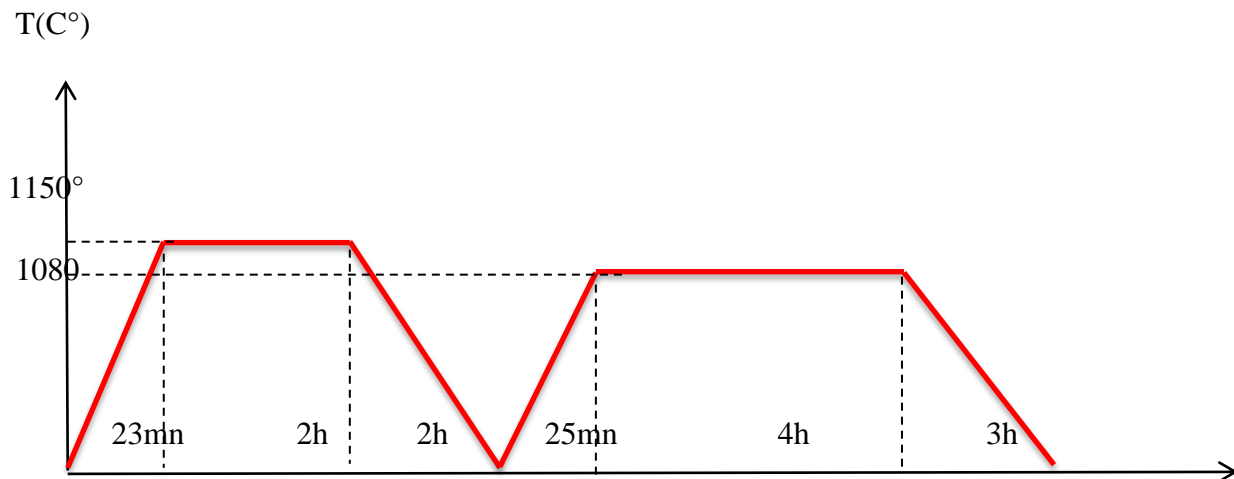
5. Les cycles thermiques appliqués

- ❖ Echantillon 1 : c'est un échantillon de référence il n'a pas subi aucun traitement
- ❖ Echantillon 2 : il a subi le traitement thermique dans un four normal suivant :



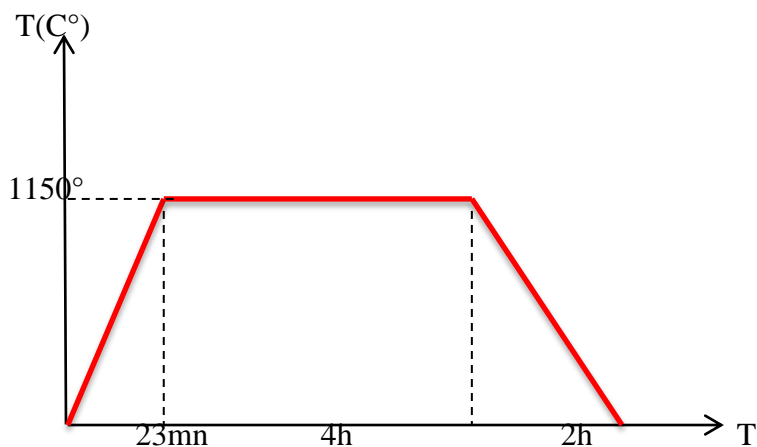
Le refroidissement au four

Echantillon 3 : il a subi le traitement thermique suivant :



Le refroidissement au four

Echantillon 4 : il a subi le traitement thermique dans un four tubulaire sous vide dans une pression de 2.9×10^{-6}



6. Observations microscopiques

6.1. Préparation des échantillons

6.1.1. Le polissage

Pour effectuer des observations microscopiques au MEB (Microscope Electronique a Balayage) les échantillons sont enrobées a froid .

Le polissage mécanique a été effectuer par la polisseuse Knuth-rotor 2 a vitesse de rotation et jet d'eau constants , en utilisant les papiers verre de 120 ,500 ,800,1200,2000,3000 et en fin 5000 puis on a utilisé le drap avec la pâte diamantée de dimensions 3micron et 1 micron . .

6.1.1.1. Précaution à prendre

- ❖ Tourner l'échantillon 90° en fin et à mesure de changement de papier (330-600-800-1000-2000-5000)
- ❖ Ne pas superposer les abrasifs.
- ❖ Exercer une force.
- ❖ Ne pas doser le lubrifiant.
- ❖ Ne pas exercer une pression trop élevée sur l'échantillon.
- ❖ Ne pas utiliser un drap pollué et trop élastique.
- ❖ Éviter l'échauffement de l'échantillon.

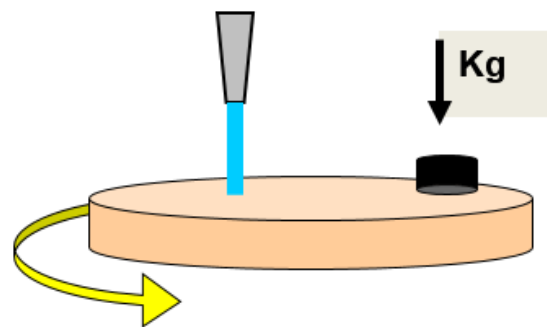


Figure 3.6: Polissage.

6.1.1.2. Pré polissage

Consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune Rayure Susceptible de gêner l'examen ultérieur.

6.1.1.3. Polissage de finition

L'échantillon est poli généralement sur un abrasif feutre imbibé avec de l'eau ou de L'alcool qui tient en suspension un abrasif (une pâte diamantée 1 à 3 μ m).



Figure 3.7: Polisseuse Planopol-3

6.1.2. Attaque chimique

On a utilisé comme attaque chimique la solution appelée « marble's reagent » constituer de 50 ml HCl 1 molaire et 10 g de CuSO_4 avec 50 ml de H_2O .

La durée de l'attaque chimique est de 6s.



Figure 3.8: Attaque chimique préparer.

6.1.3. Séchage

Consiste à éliminer toutes les traces d'eau qui peuvent gêner l'examine Microscopique

- ❖ à l'air
- ❖ sous vides

- ❖ séchoir : pour le polissage de finition



Figure 3.9: Séchoir.

6.1.4. Analyse au microscopique optique

6.1.4.1. Microscope métallurgique de NMM-820TRF

Notre microscope métallurgique de laboratoire premier, le NMM-820TRF est équipé des Objectifs achromatiques optiques à haute résolution de plan infini de caractéristiques du système

- ❖ Le rapport optique disponible s'étend de 50 à 1000x (l'objectif sec)
- ❖ Longue distance de fonctionnement - jusqu'à 3.7mm avec l'objectif 40x
- ❖ étape mécanique non poreuse de Double-couche
- ❖ Le placement ergonomique de conception et de commande optimise la facilité et le confort de l'utilisation
- ❖ Appareil-photo de précision et options de mesure disponibles
- ❖ Supplémentaire-large-champ 10X - 22 oculaires



Figure 3.10: Microscope Optic

6.2. Les observations microscopiques

Dans cette partie on a utilisé un microscope électronique à balayage MEB de l'université de FARHAT Abbes a Setif de marque « FEI 200-FAG (quanta) ». Les observations sont faites avec plusieurs agrandissements.



Figure 3.11: microscope électronique à balayage MEB « FEI 200-FAG (quanta) ».

6.3. La micro durté

La microdurté a été faite à l'université de Sétif aux laboratoires de mécanique de précision. L'appareil utilisé est de marque « Wilson VH3300 »

Le nombre moyen des indentations suggérées selon les références bibliographiques à cinq indentation /échantillons, avec une charge de 0.7 kgf (Hv0,7).

6.3.1. Essai de dureté Vickers HV

Le pénétrateur est un diamant en forme de pyramide à base carrée dont l'angle des faces est de 136° .

6.3.2. Principe

La pyramide en diamant est amenée en contact avec la surface à essayer, charger cette pyramide graduellement, sans choc et sans vibration, à la charge maximum fixé.

En règle générale, maintenir cette charge pendant 15 secondes.

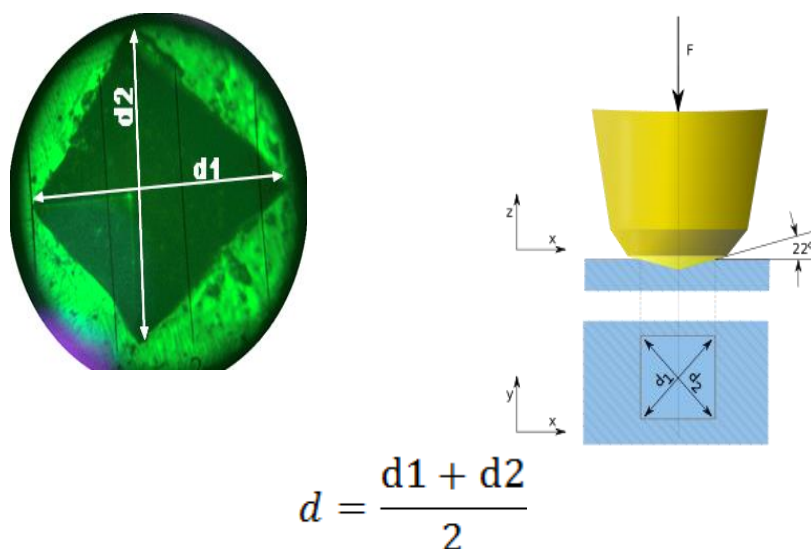


Figure 3.12: Exemple typique d'une empreinte De notre alliage.

L'empreinte a la forme Presque d'un carré ; on mesure les deux diagonales d1 et d2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d1 et d2. C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

La dureté HV est le rapport de la charge appliquée sur le pénétrateur à la surface de l'empreinte laissée par la pyramide. C'est-à-dire.

| | |
|--|---|
| $HV \cong 0,1854 \cdot \frac{F}{d^2}$ | <p>HV = Dureté Vickers F = Force appliquée [N] d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]</p> |
| $HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$ | <p>HV = Dureté Vickers F = Force appliquée [N] d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm] g = 9.806651</p> |

Le degré de dureté, noté Hv, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; Il y a un abaque par force. [1]

6.3.3. Condition de l'essai de dureté Vickers

- ❖ appareil micro-duromètre leco M.400.H
- ❖ Indenter HV diamant pyramide angle De pointe : $136^\circ \pm 30$

- ❖ Charge 700 g
- ❖ Vitesse charge 15-75 μ m/s
- ❖ Temps de charge 10-15s

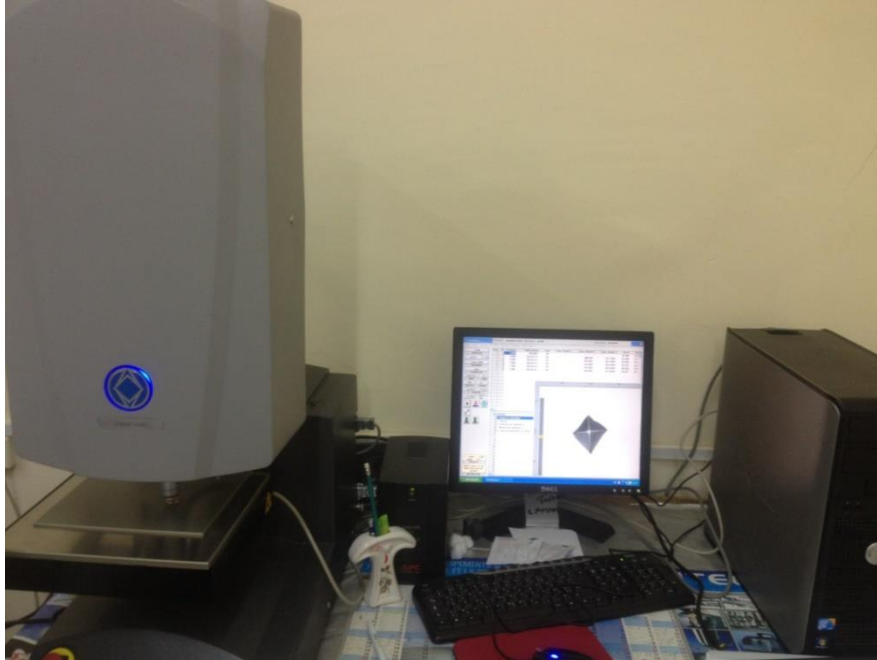


Figure 3.13: Durometre Wilson VH3300.

6.3.4. Les résultats obtenus

Echantillon 1

Hv0.7=moy281.kgf/mm²

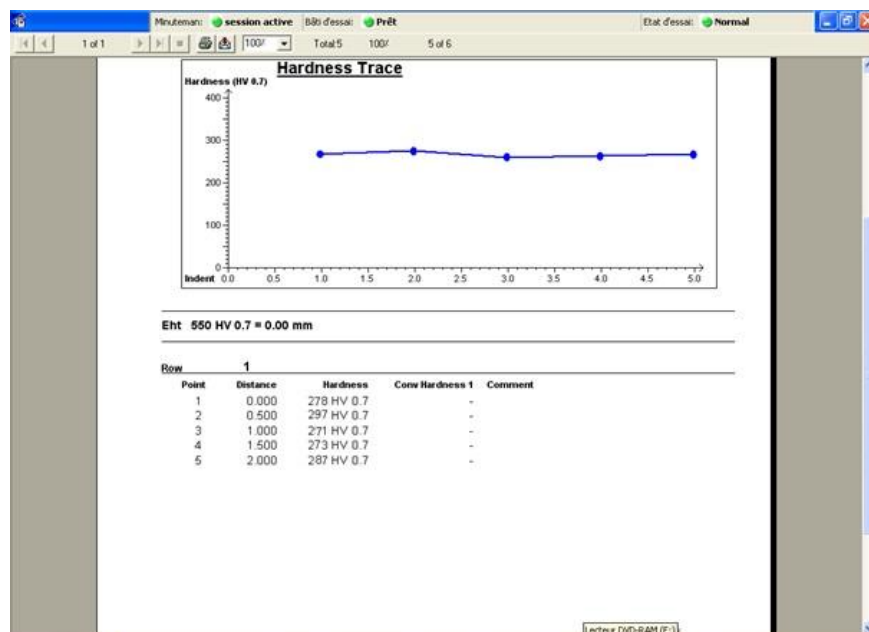


Figure 3.14: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 1.

Echantillon n 2

Hv0.7=moy296.8kgf/mm²

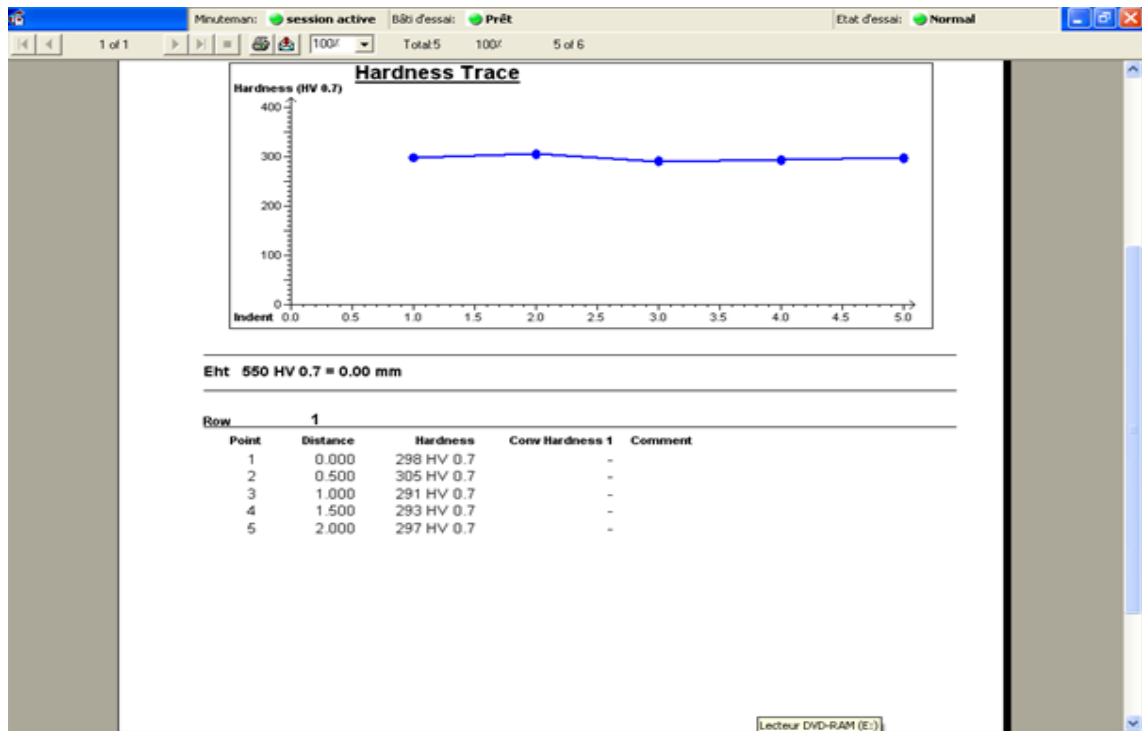


Figure 3.15: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 2.

Echantillon n 3 Hv0.7=moy356.8.kgf/mm²

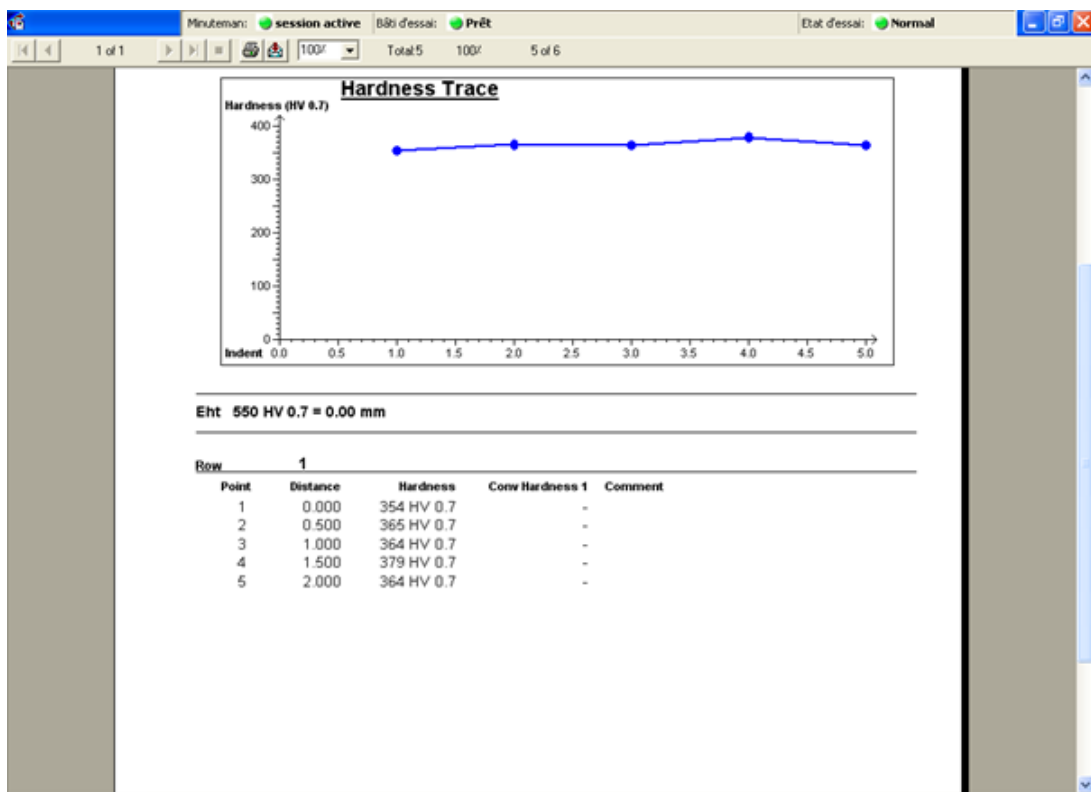


Figure 3.16: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 3.

Echantillon 4: Hv0.7 moy=331.8 kgf/mm²

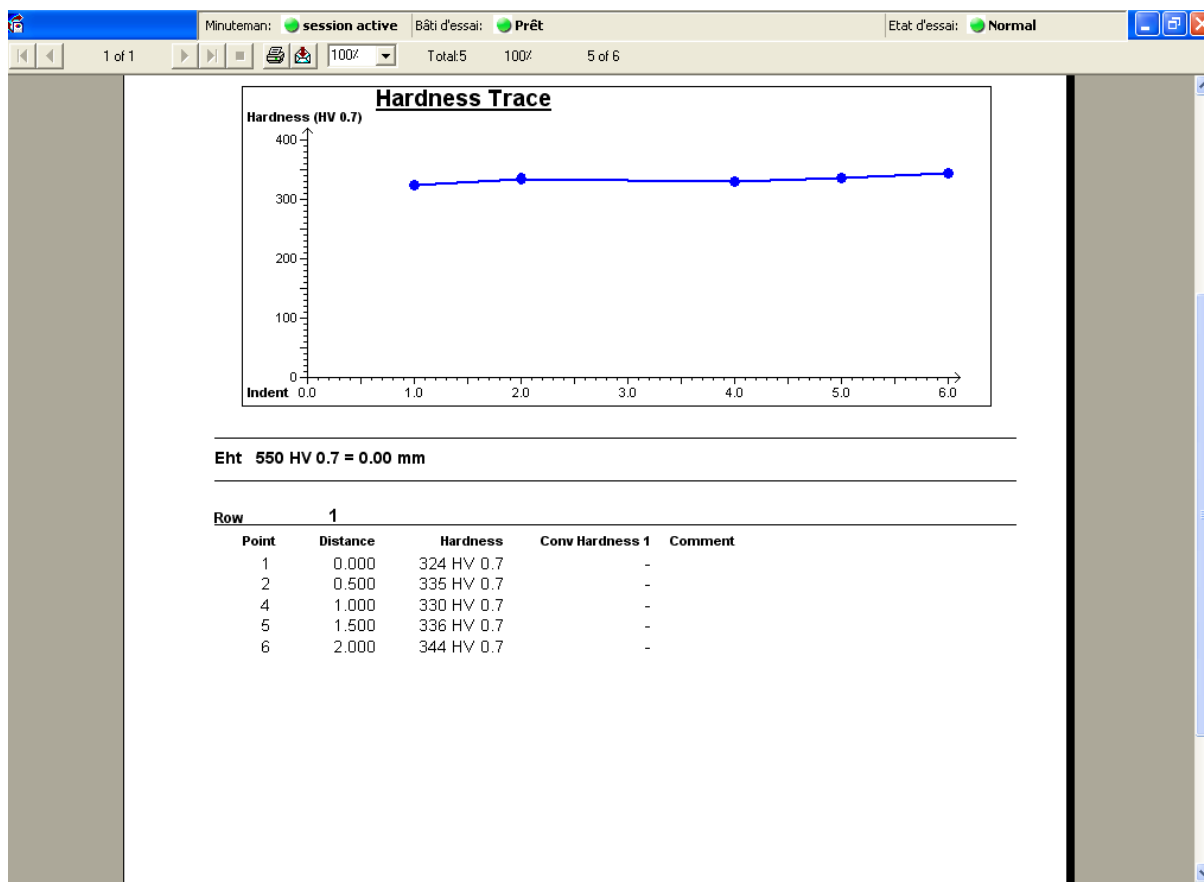


Figure 3.17: Les résultats de la microdureté d'échantillon n 4.

6.3.5. Analyse des résultats

En observe dans les résultats de la microdureté des pièces qu'il y'a une augmentation de dureté dans les pièces traiter mais il reste que leur dureté est faible.

Dans le cas entre le 2 méthode de traitement (traitement dans un four normal et traitement sous vide).

Dans ce cas en peut dire que le traitement thermique augmente la dureté de udimet 500 et la méthode de traitement ne compte pas ce qui compte c'est la durée et la température.

En comparant l

7. Interprétation des résultats

7.1. Interprétations des résultats MEB

Echantillon 1 à l'état reçu :

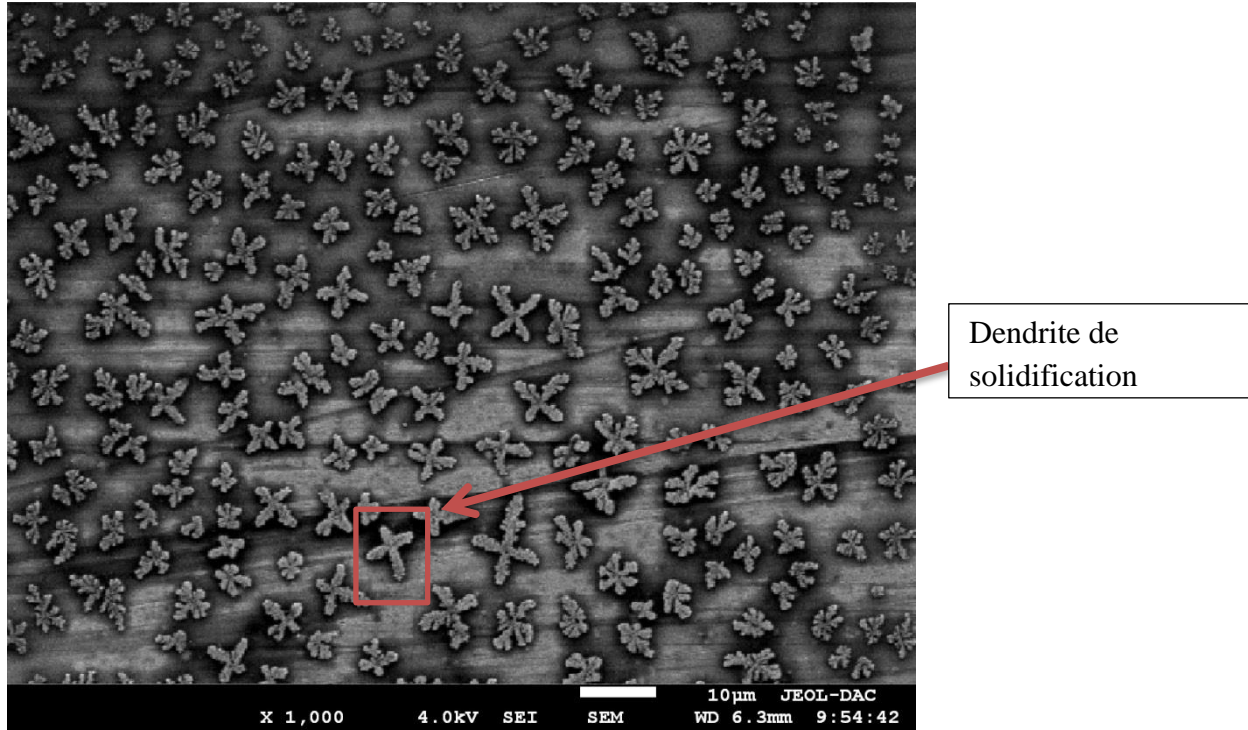


Figure 3.18: photo MEB échantillon 1.

Echantillon 2 elle a subit le traitement de 2h dans un four normal

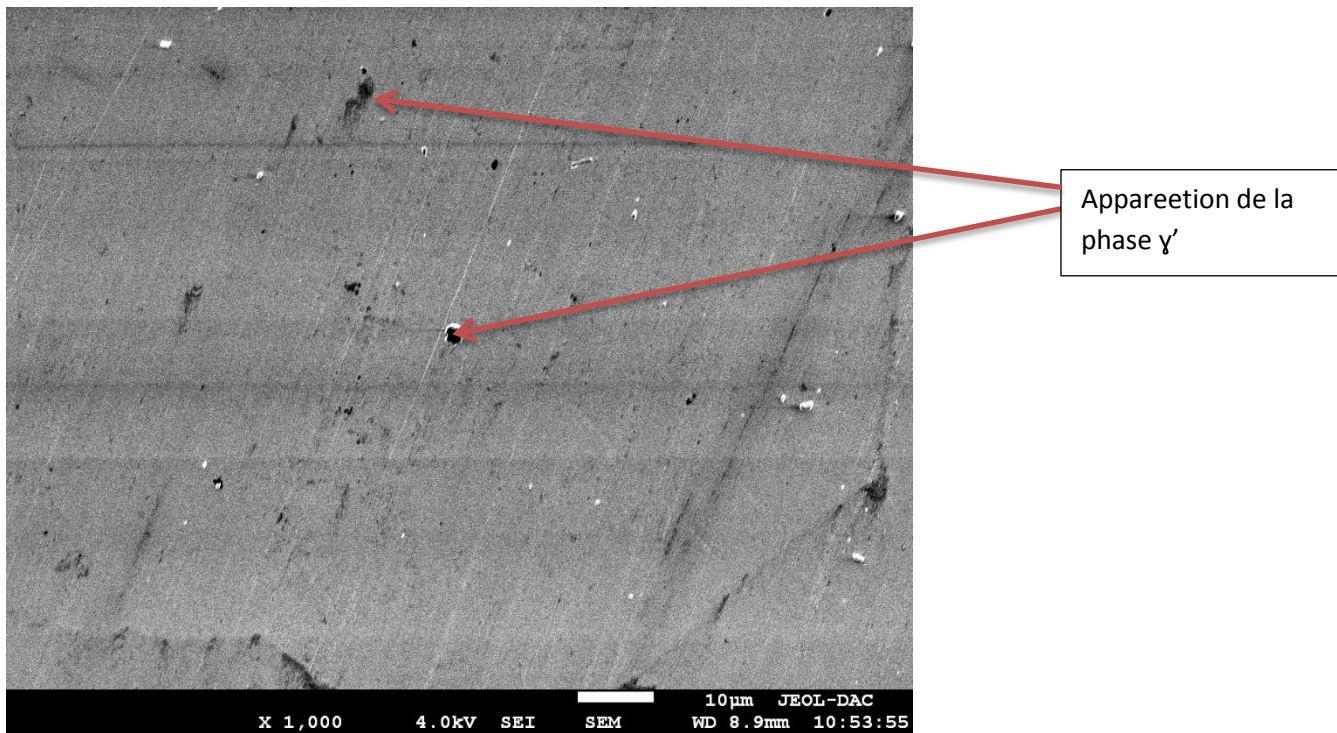
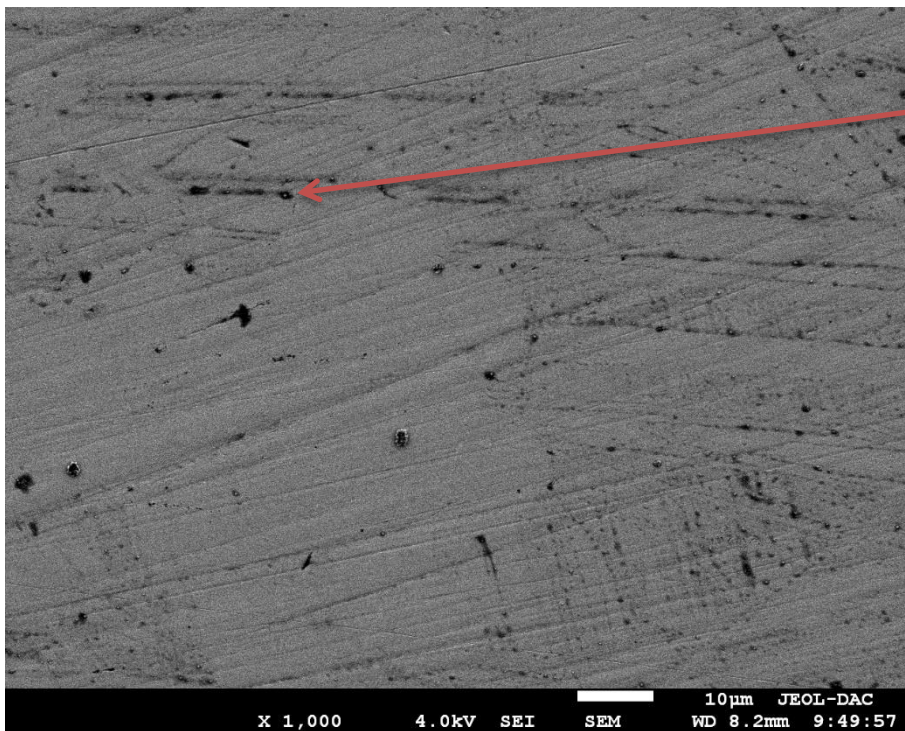


Figure 3.19: photo MEB échantillon 2

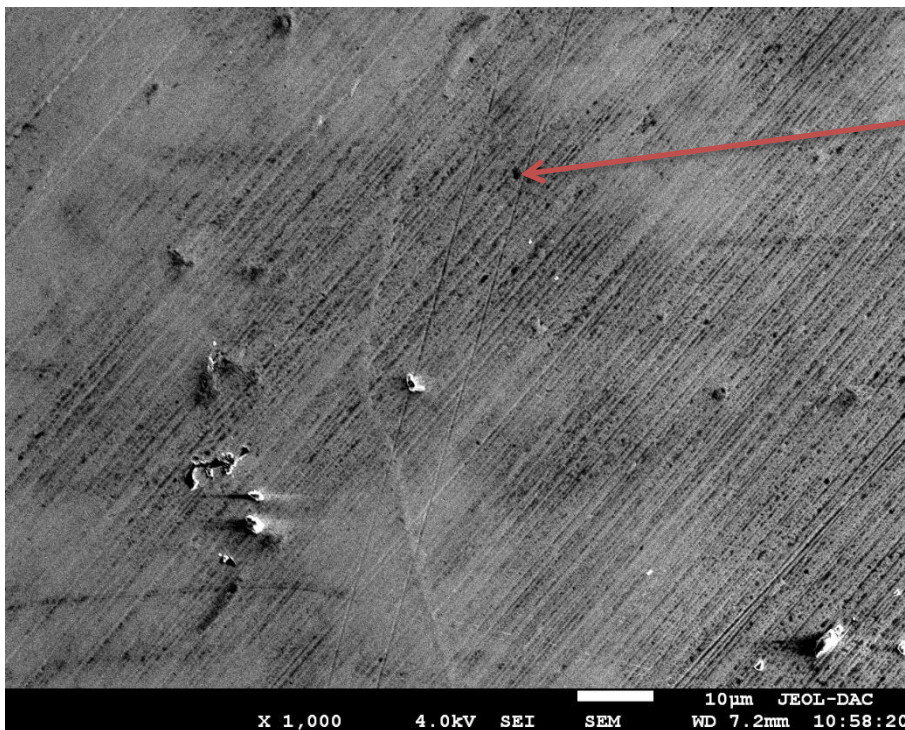
Echantillon 3 : elle a subit le traitement de 2h dans un four sous vide



Augmentation de la phase γ'

Figure 3.20: photo MEB echantillon 3.

Echantillon 4 elle a subit le traitement de 2h puit 4 h dans un four sous vide



Augmentation critique de la phase γ'

Figure 3.21: photo MEB échantillon 4.

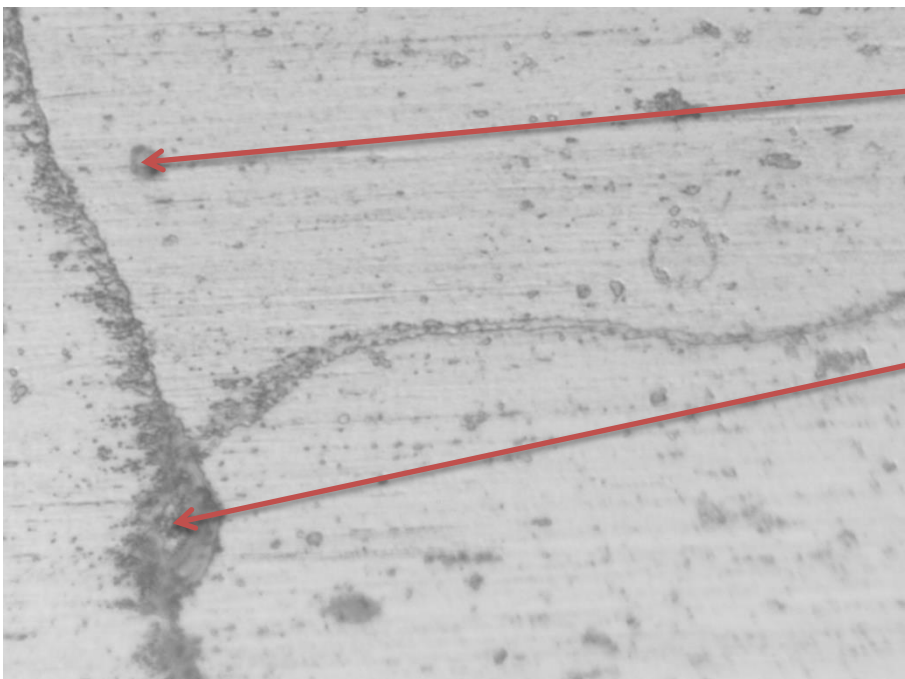
Interprétation des résultat microscope optique :

Echantillon 1 a l'état reçu :



Figure 3.22: photo Microscop optique échantillon 1.

Echantillon 2 elle a subit le traitement de 2h dans un four normal



Presipitation de la phase γ' vers les join

carbures de type $M_{23}C_6$ ce Précipitate le long de la limite de grain en diagonale.

Figure 3.23: photo Microscope optique échantillon 2.

Echantillon 3 : elle a subit le traitement de 2h dans un four sous vide

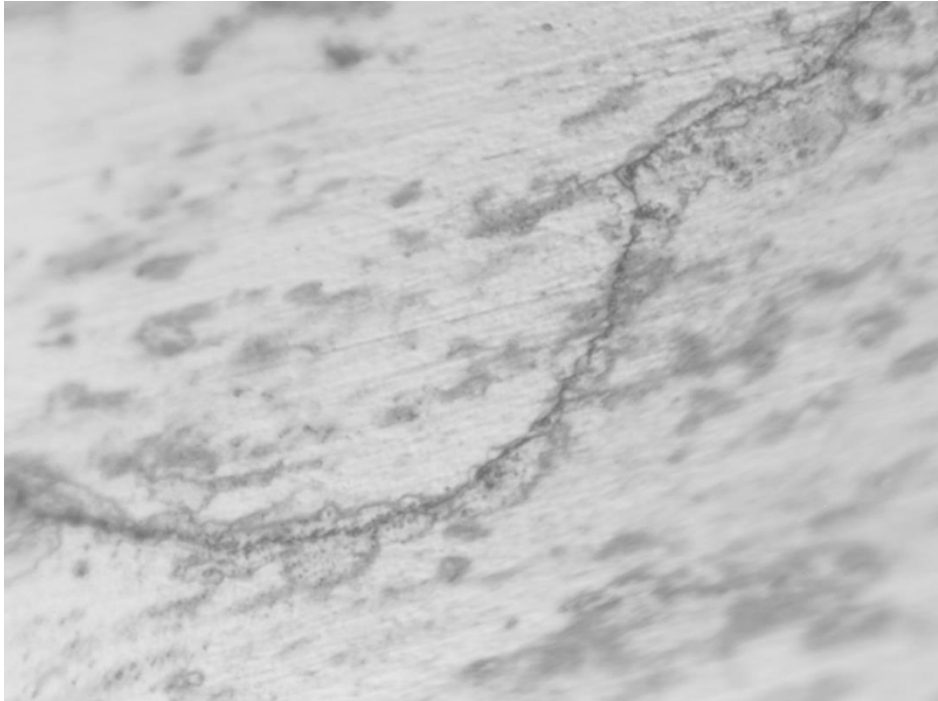


Figure 3.24: photo Microscop optique échantillon 3.

Echantillon 4 elle a subit le traitement de 2h puit 4 h dans un four sous vide

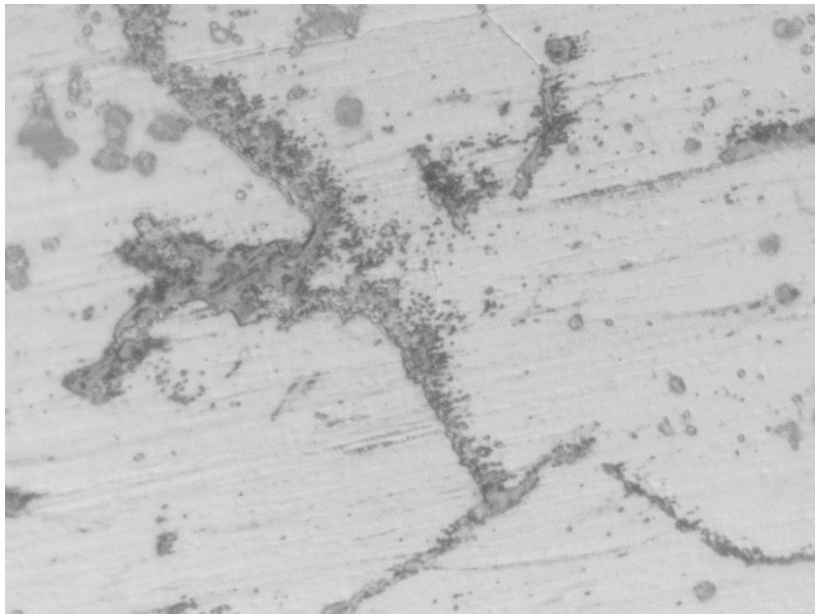


Figure 3.25: photo Microscop optique échantillon 4.

8. Discussion des résultats expérimentaux :

La microstructure de l'alliage traitée est généralement constituée d'une vaste précipitation de phase γ' ordonnée sur la pièce. Cette précipitation est à l'origine des carbures primaires MC et $M_{23}C_6$ qui se précipitent vers les joints de grain pour constituer des taches noires visibles au niveau microscopique.

Le taux de la phase augmente surtout dans le traitement de mise en solution . de ce fait le volume des grains augmente proportionnellement avec la microdureté

Les carbures primaires et secondaires émergent dans le grain quand ils subissent un traitement thermique

Quand on utilise le traitement sous vide ou traitement normal, on voit que le taux de γ' augmente parce que les mailles s'ouvrent dans les hautes températures et se ferment par les oxydes dans l'air. Contrairement au four sous vide qui leur laisse la liberté de se mouvoir dans les grains et aller jusqu'au joint pour créer une tache de $M_{23}C_6$.

Donc, on peut déduire que notre alliage est stable thermiquement

A partir de la 1^{ère} image du MEB, on détecte des dendrites qui sont la base de la formation de toutes les phases expliquées précédemment.

La 2^{ème} pièce a subit le traitement de mise en solution pour agrandir les grains Dans ce cas, nous pouvons parler d'une préparation pour soudage .

En ce qui concerne le 4^{ème} échantillon ; il confirme toutes les théories mentionnées précédemment

Conclusion

Le travail présenté concerne l'analyse du comportement du superalliage udimet 500 utilisé dans les ailettes des turbines à gaz lorsque il subit un traitement thermique.

Les échantillons de l'expérience ont été déjà utiliser, leur microdureté était basse, après traitement de précipitation leur microéditée a augmenter.

A partir des résultats de traitement de mise en solution, la microdurtée a augmenté encore plus.

Comparant les résultats des trois traitements nous avons pu constater que la microdurtée s'est améliorée d'une manière nettement visible.

Après traitement, les pièce obtenue à partir d'une ailette de turbine a gaz sont devenue en état de marche ou susceptible à la soudure.

Cette étude nous a révélée plusieurs informations sur cet alliage à savoir :

1. le taux de la phase γ' augmente après la mise en solution relativement au traitement de précipitation.
2. le traitement sous vide est plus efficace que le traitement normal
3. les carbures secondaires sont à l'origine de la dureté d'alliage qui augmente après les deux types de traitement.
4. les carbures primaires se transforment en carbures secondaires par le phénomène de dissolution. A savoir le MC_6 se transforme en $M_{23}C_6$ à fin de durcir l'alliage

pour conclure j'ai pour ambitions et perspective de faire conduire mon travail ou laisser aux etudiants qui me succedent a fin qu'ils l'enrichissent car plusieurs parametre n'ont pas était mentionner a savoir : le veillesement , le fluage

Bibliographie

- [1] Superalliages réfractaires. C-2920:034 FRE/01 © AB Sandvik Coromant 2010.08
france
- [2] Sophie Dubiez-Le Goff. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud 2003 Paris .France
- [3] Thomas BILLOT. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720.2010.France.
- [4] Mohamed Retima. effect of the heat treatment on the microstructural evolution of the nickel based superalloy. Association of Metallurgical Engineers of Serbia AME .2011. Serbia.
- [5] wangyao . effect of re-heat-treatments on microstructures in cast nickel-base superalloy turbine blade, udimet 500. Acta metallurgica slovacica, 12, 2006. Slovaque.
- [6] Bhowal P.R., Wright E.F., Raymond E.L., 1990, Effects of cooling rate and γ' morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy, Metallurgical transaction A, vol. 21A, pp. 1709-1717.
- [7] Sims C.T., 1987, Superalloys : Genesis and character, Superalloys II, High temperature materials for aerospace and industrial power, ed. John Wiley & Sons, pp. 3-26.
- [8] Terzi S., 2003, Matériaux pour disques de turbines RCG, Étude du glissement intergranulaire d'un superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres, Stage de DEA, Rapport Technique CEA DTEN/DL/2003/064.
- [9] Zhang Y.H., Chen Q.Z., Knowles D.M., 2001, Mechanism of dislocation shearing of γ' in fine precipitate strengthened superalloy, Materials Science and Technology, vol. 17, n°12, pp.1551-1555
- [10] Raison G., Davidson J.H., 1990, *N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components*, Conference on high temperature materials for power engineering 1990, part 2, Liège, Kluwer Academic Publishers, pp. 1405-1416.
- [11] [FURRER 1999] D. U. Furrer, H. J. Fecht, "Gamma prime formation in superalloy U720LI", Scripta Materialia, 40, pp 1215-1220, (1999)
- [12] D. Locq, C. Ramusat, P. Caron, "Etude du comportement en fluage à haute température de deux superalliages à base de nickel", ONERA, Rapport Technique RT 1/08553 DMMP, (2005).

Résumé :

Les superalliages à base de Nickel Udimet 500 trouvent leurs applications industrielles très diversifiées car elles possèdent des bonnes caractéristiques à haute température ceci est dû à la présence de la phase durcissante γ' et des carbures, qui interagissent par changement de morphologie, taille et distribution avec le temps de maintien à différentes températures.

Dans le cadre de préparation à l'opération de réparation par soudage TIG qui est une opération faisant un gain onéreux de les remplacer par d'autres neuves.

Des traitements thermiques pré soudage sont prévisagés par plusieurs chercheurs, pour une bonne tenue du matériau aux contraintes de soudage.

Cette étude nous a permis d'avoir des résultats conformes à ceux trouvés par d'autres chercheurs.....

Mot clés : superalliage, udimet 500, traitements thermiques, précipitation.

ملخص :

الخلاصة الفارقة اساسها النيكل udimet 500 لديها استعمالات صناعية متنوعة لان اديها مميزات عالية في درجات حرارة مرتفعة وهذا يعود لوجود المرحلة المصلبة γ' وفحوم التي تتفاعل بتغيير بنيتها , حجمها و توزيعها مع الزمن حفظ في درجات حرارة متنوعة

في اطار تحضير عملية التوزيع بالتحليم TIG وهي عملية مدرة بالأرباح احسن من استبدالها باخرين جدد المعالجة الحرارية قبل التحليم ينصح بها من طرف عدة باحثين من اجل المحافظة على المعدن من اجهادات التحليم هذه الدراسة سمحت لنا بتقديم نتائج موافقة التي وجدت من طرف باحثين اخرين الكلمات المفتاحية : خليط فائق , . udimet 500 , المعالجة الحرارية , التسلل