

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE : Science & Technologie

DEPARTEMENT : Génie Mécanique

N° :



DOMAINE : De Technologie

FILIERE : Génie Mécanique

OPTION : PRODUCTIQUE

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Par : AROUSSI Hicham et BEHACHE Salah

Intitulé :

**Etude de l'influence des pré traitements
thermomécanique sur l'inconel 738 LC**

Soutenu devant le jury composé de:

SEBHI Ammar

Université M'sila

Président

SAIB Cherif

Université M'sila

Rapporteur

DOUIB Nadir

Université M'sila

Examineur

Année universitaire : 2016 / 2017

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

A ma chère mère, et mon cher père,

Que Dieu ait pitié d'eux

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 hall technologies

Hicham



Dédicaces

chaleureusement je Dédé ce modeste travail:

- + A mes chères parents en témoignage pour leur amour et leur sacrifice sont limites*
- + Ma chère femme et mes enfants Ayoub - Zinab - Idris*
- + A tous mes braves et affectueux frères et sœur.*
- + A tous mes amies dans Université de M'sila*

Salah



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.*

Nous tiens à remercier vivement mon encadreur

SAIB Chrif et Mr GHOUS HAOUES pour le

soutien et l'aide , mes amis :

dans le laboratoire genie Mécanique

et Mes amis dans le hall technologie

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:

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre 1 Etude bibliographique:

1 . Introduction.....	3
2 . les superalliages base nickel polycristallins	3
3 . Principaux alliages pour disques de turbines.....	5
4 . Les différents types des superalliages à base de nickel :	6
5 . Composition chimique	7
6 . Effet des éléments d'alliage.....	8
7 . Description générale de la microstructure de l'Inconel 738.....	9
8 . Procédés d'élaboration des superalliages L'Inconel 738	14
8.1 . Voie Lingot coulé – Forgeage	14
8.2 . Elaboration par métallurgie des poudres	15
9 . Attaques chimiques.....	17

Chapitre 2 Traitements thermiques et microstructure :

1 . Modes de durcissement des superalliages l'Inconel 738 :	18
2 . Traitement de Mise en solution, vieillissement et évolution de la microstructure.....	19
2.1 . Mise en solution de la phase γ' :.....	19
2.2 . Revenu ou vieillissement de la phase γ' :.....	21
2.3 . Phase γ' , traitements thermiques et micrographies:.....	23
3 . Solidification dans les superalliages	26
4 . Généralités sur la microstructure durant la solidification.....	26
5 . Formation de la structure dendritique de la phase primaire.....	28
6 . Précipitation γ' intragranulaire	29

Chapitre 3 Partie Expérimentale :

1 . L'obtention de la pièce.....	31
2 . Les cycles thermiques appliqués.....	31
3 . Observations microscopiques	34
3.1 . Préparation des échantillons.....	34
3.2 . Analyse au microscopique optique.....	38
3.3 . La micro durté	39
3.4. Analyse d'image	40

Chapitre 4 Interprétations des résultats :

1 . Interprétation des résultats microscope optique.....	43
2. Analyse d'image	60
3. Les résultats de la microdurté obtenus	69
4 . Interprétation des résultats de la microdurté	73

Conclusion générale	74
---------------------------	----

Références bibliographie

Listes des figures:

Figure 1.1: Evolution de la tenue en température de superalliages au cours des dernières décennies	5
Figure 1.2 : Coupe de turbomachine de type Arrius (a), disque de turbine HP avec ses aubes(b).....	6
Figure 1.3: Microstructure de l’Inconel 738 brut de fonderie.....	11
Figure 1.4: Structure cristallographique L12 de la phase Ni ₃ (Al,Ti).....	11
Figure 1.5: Microstructure de l’Inconel 738 brut de fonderie. La photographie MEB.	12
Figure 1.6: Agencement de plusieurs carbures sous forme de caractères chinois. (a) Microscopie optique d’Inconel 738, (b) Image MEB-BSE de MAR-M247.....	12
Figure 1.7: Observation au MEB-SE de carbures présent dans l’Inconel 738.....	13
Figure 1.8: Procédé d’élaboration VIM / ESR / VAR suivi du forgeage	15
Figure 1.9: Procédé d’élaboration par métallurgie des poudres	16
Figure 2 .1 : Évolutions de (a) la dureté, (b) la fraction de précipités γ' , mesurées à température ambiante, après un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures [3]. L’échelle des températures en degrés Celsius a été rajoutée. Les valeurs matérialisées par une croix représentent les valeurs obtenues à l’issu de la mise en solution.....	22
Figure 2.2 : Micrographies observées suite à différents traitements thermiques. Après le traitement de mise en solution, le refroidissement s’est fait à l’argon turbiné. La durée des traitements est supposée être respectivement 2 heures et 24 heures. Les températures de traitement sont : (a) 1120°C – 845°C, (b) 1200°C – 845°C, (c) 1120°C – 1065°C et (d) 1200°C –1065°C.....	25
Figure 2.3 : Effet du vieillissement à 850°C sur la taille et la distribution des précipités γ' dans l’Inconel 738LC. (a) Mise en solution standard suivie d’un vieillissement standard, (b) traitement standard suivi d’un vieillissement de 3 000 heures.	25
Figure 2.4: 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	27
Figure 2.4: Observation de la précipitation γ' intragranulaire.....	30
Figure 3.1: machine coupement à froid Discotom-2.....	31
Figure 3.2: les échantillons.....	31
Figure 3.3: Le four nabertherm.....	32
Figure 3.4: disques de résine.....	34
Figure 3.5: Polissage.....	35
Figure 3.6: Polisseuse Planopol-3.....	36
Figure 3.7 : anode	36
Figure 3.8 : cathode	36
Figure 3.9 : l’ installation le dispositif.....	36
Figure 3.10 : Eltrosonic.....	37
Figure 3.11: Attaque chimique préparer.....	37
Figure 3.12: Séchoir.....	38
Figure 3.13: Microscope Optic	39
Figure 3.14: Exemple typique d’une empreinte De notre alliage.....	39
Figure 3.15: Durometre Wilson VH3300.....	40

Figure 3.16 : une empreinte.....	41
Figure 3.17 : Protocole de traitement et analyse des images.....	41
Figure 4.1 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	43
Figure 4.2 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	44
Figure 4.3 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	45
Figure 4.4 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	46
Figure 4.5 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	47
Figure 4.6 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	48
Figure 4.7 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	49
Figure 4.8 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	50
Figure 4.9 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	51
Figure 4.10 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	52
Figure 4.11 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	53
Figure 4.12 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	54
Figure 4.13 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	55
Figure 4.14 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	56
Figure 4.15 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.....	57
Figure 4.16 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque.....	58
Figure 4.17 : distribution des aires des particules Echantillons 01.....	59
Figure 4.18 : distribution des aires des particules Echantillons 02.....	60
Figure 4.19 : distribution des aires des particules Echantillons 03.....	61
Figure 4.20 : distribution des aires des particules Echantillons 04.....	62
Figure 4.21 : distribution des aires des particules Echantillons 05.....	63
Figure 4.22 : distribution des aires des particules Echantillons 06.....	64
Figure 4.23 : distribution des aires des particules Echantillons 07.....	65
Figure 4.24 : distribution des aires des particules Echantillons 08.....	66
Figure 4.25 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 1.....	69
Figure 4.26 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 2.....	69
Figure 4.27 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 3.....	70
Figure 4.28 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 4.....	70
Figure 4.29 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 5.....	71
Figure 4.30 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 6.....	71
Figure 4.31 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 7.....	72
Figure 4.32 : Les résultats de la microdureté d'échantillon n 8.....	72
Figure 4.34 : Histogrammes comparatifs illustrant La microdureté.....	73

Liste des tableaux :

Tableau 1.1 : Tableau de composition de différents superalliages à base nickel. La composition des alliages, autre que l'Inconel 738, est donnée à titre informatif car ils sont mentionnés dans le chapitre.....	7.
Tableau 1.2 : Effet des différents éléments d'alliage dans l'Inconel 738 élaboré par fonderie.....	9

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Général

Le terme « superalliage » fut utilisé pour la première fois peu de temps après la Seconde Guerre mondiale pour décrire un groupe d'alliages résistant à des températures élevées pour une utilisation dans les moteurs à turbine d'aéronefs. Cependant, c'est dès le 19^{ème} siècle que commence l'histoire des superalliances, avec l'élaboration des premiers alliages Ni-Cr-Mo par l'anglais Charles Parsons lui permettant d'améliorer les performances de ses turbines à vapeur [2]. Une définition de ces alliages a été donnée par Chester T. Sims en 1972 [3] : « *Un superalliage est un alliage basé sur les éléments du groupe VIII B, développé pour une utilisation à température élevée, combinant résistance mécanique et stabilité de surface* ». Ainsi, les superalliances actuels, essentiellement à base nickel, cobalt et fer, sont des alliages complexes présentant d'excellentes propriétés mécaniques (notamment en fluage et fatigue) à hautes températures (au-delà de 0,7 fois leur température de fusion (T_f)), métallurgiquement stable, ils possèdent une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud. Les superalliances furent utilisés dans un premier temps dans les moteurs d'avion, leur utilisation s'est étendue à de nombreux autres domaines : turbines aéronautiques et terrestres principalement, mais aussi industries pétrolières et gazières, moteur de fusées, industrie nucléaire, outils, accessoires médicaux... où ils sont soumis à des températures élevées et des sollicitations mécaniques sévères.

Parmi les différentes familles de superalliances, les superalliances à base Ni qui sont utilisés principalement dans les parties chaudes des turbines (disques, aubes, ...), présentent une grande diversité tant en termes de composition qu'en termes de microstructure. Les premiers superalliances à base Ni ont été obtenus à partir de l'alliage nickel-chrome « 80/20 » (le Nimonic 80) à la fin des années 20 aux États-Unis par Bedford, Pelling et Merica en ajoutant une faible quantité d'aluminium et de titane. Depuis, afin de répondre aux exigences de plus en plus extrêmes imposées par les motoristes, des améliorations n'ont cessé d'être réalisées sur ces alliages en jouant sur les compositions chimiques ainsi que sur les techniques d'élaboration et les traitements thermiques.

Dans ce contexte notre étude se base sur la connaissance de l'un des superalliances à base de Nickel tel l'INC 738 LC, sa composition chimique et les procédés d'élaboration ainsi que l'étude de sa microstructure ont fait l'objet du premier chapitre.

L'influence des paramètres des traitements thermiques tels que (la température de mise en solution, le temps de maintien, les températures des traitements de précipitation primaire et secondaire ainsi que la durée) ont été traités dans le deuxième chapitre.

Le troisième chapitre parle de l'appareillage utilisé et les cycles thermiques envisagés que nous avons appliqué sur ce superalliage.

Le quatrième chapitre concernant l'interprétation des résultats obtenues au niveau des observations métallographique concernant la microstructure du superalliage avant et après chaque cycle de traitement thermique corrélées par la mesure de la microdureté et le calcul des tailles des précipités.

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1. Introduction :

L'Inconel 738 est un superalliage à base nickel, avec comme principaux éléments d'alliage le chrome et le cobalt. Il a été développé dans les années 1970 par Clarence G. Bieber et ses collègues travaillant au *Paul D. Merica Research Laboratory* de *The International Nickel Company, Inc.* (Suffern, New York, États-Unis) [1], pour être un alliage de fonderie structurellement stable en alliant la résistance mécanique de l'inconel 718 et la résistance à l'oxydation et à la corrosion, notamment par le soufre, de l'Udimet-500. Il possède de bonnes propriétés en fluage à haute température et peut être utilisé jusqu'à 980 °C. Cet alliage est principalement utilisé dans les moteurs aéronautiques, par exemple au niveau des aubes de turbines qui sont soumises à une contrainte et à une température élevées.

Une importante caractéristique de l'Inconel 738 est sa métastabilité thermodynamique qui conduit à une modification interne du matériau lors d'un maintien à haute température. Ainsi, la morphologie, la composition, la distribution et les propriétés des différentes phases, majeures ou mineures, sont modifiées. Les interactions entre phases peuvent donner naissance à de nouvelles phases, indésirables, qui accentuent la sensibilité à la fissuration.

Traditionnellement, l'Inconel 738 est fondu puis coulé sous vide avec les procédures standards utilisées pour les autres superalliages. Les conditions typiques de fonderie sont un maintien de 100°C à 200°C au-dessus du liquidus avant coulée dans un moule préchauffé entre 800°C et 900°C. Le matériau ainsi obtenu est sujet à une certaine microporosité qui peut être en grande partie éliminée par une compaction isostatique à chaud.

2. les superalliages base nickel polycristallins :

Les superalliages ont été "inventés" à la fin des années 20. Les aciers austénitiques ont servi de base à leur développement. L'idée d'une matrice γ cubique faces centrées pouvant être renforcée guide alors les recherches sur l'amélioration des propriétés des matériaux. Ainsi, dès 1929, Pierre Chevenard ajoute de faibles quantités d'aluminium, de titane et/ou de niobium aux alliages base fer (aciers austénitiques) ou base nickel (alliages

Ni-Cr 80- 20) ; il observe alors une amélioration notable de la tenue en fluage grâce à la précipitation de la phase γ' Ni₃Al mais aussi quelques résultats plus défavorables du fait de la précipitation sous forme de plaquettes de la phase η , l' "ennemie cachée" puisqu'elle peut se développer au détriment de la phase γ' . Ainsi, l'alliage A286 développé en Allemagne en 1935 ne peut être utilisé à des températures supérieures à 650°C. Au-delà de cette température, la phase γ' métastable se transforme en phase η . C'est vraisemblablement dans cet alliage qu'ont été réalisés les disques de turbine du premier turboréacteur à fonctionner en service, le Junkers Jumo 004 des Messerschmitt Me262. Cet alliage est toujours utilisé de nos jours.

La découverte accidentelle de la phase γ' , grâce à l'introduction des éléments Al, Ti et/ou Nb est géniale. Elle a révolutionné le monde des matériaux pour l'utilisation à haute température. Cette phase renforce en effet la matrice γ tout en restant quasiment cohérente ; la résistance mécanique est ainsi nettement améliorée sans préjudice de la ductilité. Le développement, au début des années 50 par Eiselstein de l'Inconel 718 permet de mettre en évidence une autre phase intéressante pour les propriétés induites du fait de sa précipitation :

la phase γ'' . L'Alliage 718 est du reste le superalliage actuellement le plus utilisé au monde. Les superalliages base nickel constituent plus de 50 % de la masse des moteurs aéronautiques. Dans les turboréacteurs, ils sont présents dans :

- Les disques de compresseurs Haute Pression et de turbines, et certains arbres, dont les températures de fonctionnement atteignent 650°C,
- Les aubes dont la température est portée à 1000°C,
- La chambre de combustion où la température peut atteindre 1500-1800°C.

Les superalliages sont utilisés dans d'autres applications : fours industriels hautes températures, filaments d'ampoules, électrodes pour fusion de verre, électrode d'électroérosion, chaudières, échangeurs thermiques, vannes pour l'industrie chimique, filtres haute température, filières d'extrusion, moules, matrices de forgeage, outils de coupe... Il existe plusieurs dizaines de superalliages différents. Des compositions différentes ont été mises au point pour les disques d'une part, les aubes d'autre part, puisque, comme nous l'avons vu, ces deux parties de la turbine ne sont pas soumises aux mêmes sollicitations thermiques et mécaniques. Les formulations des compositions de ces superalliages résultent d'une somme énorme de connaissances sur le rôle des divers éléments d'alliage, d'un compromis entre les requêtes et d'une adaptation non seulement

aux conditions d'emploi mais aussi au mode d'élaboration de l'alliage (métallurgie des poudres par exemple)[3].

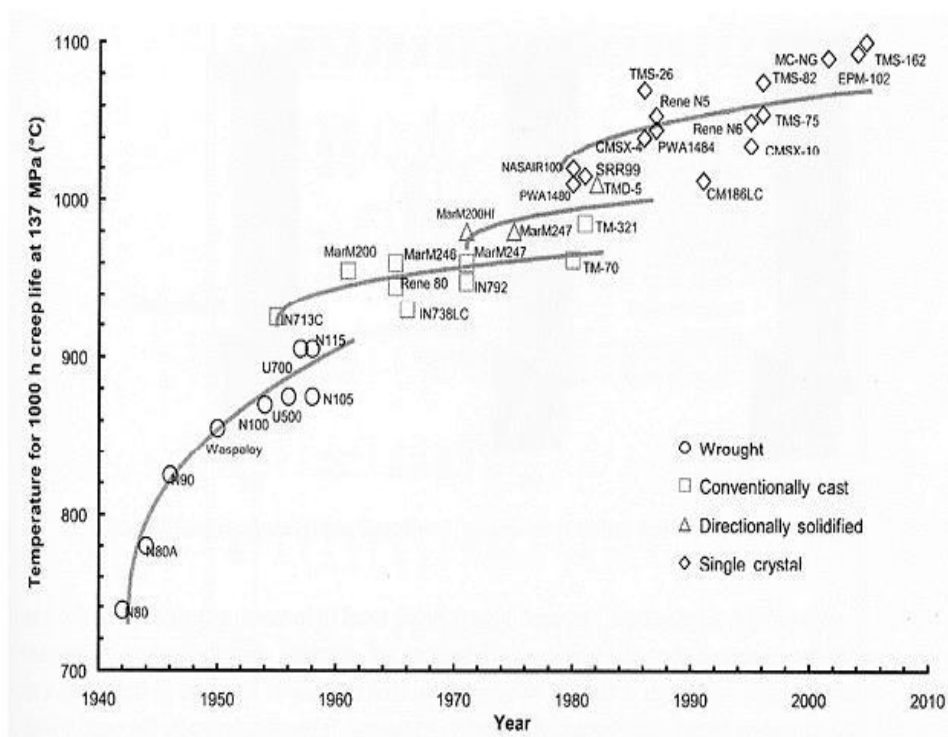


Figure 1.1: Evolution de la tenue en température de superalliages au cours des dernières décennies [3].

3. 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 :
 - l'Udimet 720 , sous forme de disques forgés de diamètres maximum de 0,85 m,
 - 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]

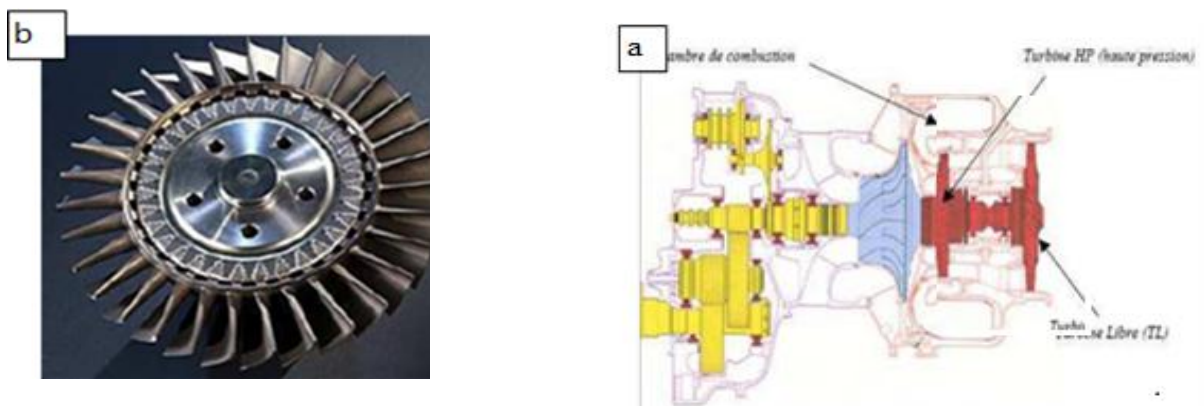


Figure 1.2 : Coupe de turbomachine de type Arrius (a), disque de turbine HP avec ses aubes(b) [réf. Turboméca].

4. 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].

5. Composition chimique

L'Inconel 738 se décline en deux versions : une version avec un taux de carbone entre 0,15 % et 0,20 % en masse, et une version dite *bas carbone* (ou *LC, low carbon*) avec une teneur de 0,09 % à 0,13 % en masse. Cette dernière a été développée pour améliorer la coulabilité. La différence en quantité de carbone ne modifie pas sensiblement les propriétés en traction du matériau.

Le Tableau 1.1 donne la composition de différents superalliages dont l'Inconel 738. Les valeurs pour les autres superalliages sont données à titre informatif : ceux-ci sont mentionnés dans le chapitre. Il peut d'ores et déjà être noté que l'Udimet 520 et l'Udimet 720 sont, comme l'Inconel 738, assez chargés en éléments titane et aluminium, alors que les teneurs de ces éléments dans l'Inconel 718 sont plutôt assez faibles.

	Cr	Co	Ti	Al	W	Ta	Mo	Nb	C	Si	Mn	Fe	Ni
Inconel 738 - fonderie -	15,9	8,3	3,3	3,4	2,5	1,9	1,8	0,9	0,1	0,03	< 0,03	0,06	Reste
Inconel 738 - poudre -	16,1	8,58	3,44	3,44	2,6	1,69	1,74	0,82	0,12	0,06	0,002	0,08	Reste
Inconel 718	18	0,2	0,9	0,5	-	-	3	5	0,05	0,1	0,1	18	Reste
Udimet 500	18	18,5	2,9	2,9	-	-	4	-	0,08	-	-	-	Reste
Udimet 520	19,1	12,07	3,04	2	1,03	-	5,01	-	0,06	0,35	0,3	0,7	Reste
Udimet 720	16	15	5	2,5	1,3	-	3	-	0,02	-	-	-	Reste

Tableau 1.1 : Tableau de composition de différents superalliages à base nickel. La composition des alliages, autre que l'Inconel 738, est donnée à titre informatif car ils sont mentionnés dans le chapitre.

Le nickel permet une certaine stabilité du matériau à haute température. De nombreux autres éléments sont nécessaires et ajoutés à la composition de l'alliage, pour que celui-ci puisse prétendre à ses bonnes propriétés :

- le chrome protège de l'oxydation et de la corrosion par le soufre ou le chlore ;
- le cobalt élève la température d'utilisation en augmentant les températures de solvus et de solidus ;
- le molybdène, le tungstène et en particulier le tantale sont importants pour les propriétés mécaniques car ils contribuent au durcissement par solution solide. Le tungstène est plus efficace que le molybdène pour augmenter la résistance à la déformation. Il est alors possible d'augmenter le durcissement par solution solide et de réduire le grossissement des précipités de phase γ' en augmentant la quantité de tungstène au détriment du molybdène [3] ;
- l'aluminium et le titane permettent de durcir le matériau, à la fois par solution solide et par précipitation de la phase γ' -Ni₃ (Ti,Al). Il est possible de réduire la fraction volumique de phase γ' en substituant une partie de l'aluminium par du titane, du niobium et du tantale. Cette modification de composition a aussi tendance à augmenter le désaccord paramétrique entre la phase γ et la phase γ' [3]. En outre, le titane permet la formation de carbure de type TiC;
- le niobium autorise la présence de carbure de type NbC.

D'autres éléments tels que le fer, le manganèse, le soufre, le phosphore ou encore le silicium, présents dans l'alliage du fait de l'élaboration par fonderie, sont plutôt à proscrire car ils fragilisent les joints de grains par ségrégation. [3]

Les proportions d'aluminium et de titane sont toutes deux supérieures à 3 % en masse. Ces teneurs en éléments durcissants placent l'Inconel 738 dans la catégorie des superalliages à base nickel difficilement soudables.

6. Effet des éléments d'alliage

Déjà préalablement mentionné dans le paragraphe 4, l'effet des éléments d'alliage est regroupé dans le Tableau 1.2.

Pour une teneur en titane donnée, les phases formées avec des proportions croissantes en aluminium sont : la phase η (Ni₃Ti) hexagonale, la phase cubique à face centrée L₁₂ γ' (Ni₃(Al,Ti)), la phase cubique simple Ni₂AlTi ou la phase d'Heusler β (Ni(Al,Ti)) aussi cubique simple. Cependant presque toutes ces phases ont tendance à adopter une morphologie grossière et donc peu durcissante, voire au contraire fragilisante. Il est établi que la phase η grossit très rapidement et que la phase β ainsi que le mélange Ni₂AlTi + γ' vieillissent normalement, c'est-à-dire trop rapidement pour un usage à long

terme. Seule la phase γ' évolue très lentement et est, de loin, la phase la plus durcissante. C'est pourquoi il s'agit de la phase recherchée.[3].

Élément	Effet
Nickel (Ni)	Base de l'alliage
Chrome (Cr)	Résistance à l'oxydation et à la corrosion à chaud, formation de carbures ($M_{23}C_6$)
Molybdène (Mo)	Élément renforçant par solution solide, formation de carbures (MC , M_6C)
Tungstène (W)	Élément renforçant par solution solide, formation de carbures (MC , $M_{23}C_6$)
Aluminium (Al) et Titane (Ti)	Formation de la phase γ' ($Ni_3(Al,Ti)$) renforçante par précipitation, Ti permet en outre la formation de carbure (MC)
Cobalt (Co)	Augmente la température de solvus de la phase γ' et le point de fusion de la matrice riche en nickel
Carbone (C)	Formation de différents carbures tels que MC et $M_{23}C_6$
Niobium (Nb)	Formation de carbure MC
Tantale (Ta)	Élément renforçant par solution solide, formation des carbures (MC)
Impuretés :	
Soufre (S),	
Phosphore (P) et Silicium (Si)	Fragilisent le matériau par ségrégation aux joints de grain

Tableau 1.2 : Effet des différents éléments d'alliage dans l'Inconel 738 élaboré par fonderie. [3]

7. Description générale de la microstructure de l'Inconel 738 :

L'Inconel 738 brut de fonderie présente une microstructure dendritique grossière, avec des grains pouvant mesurer plusieurs millimètres, ce qui lui donne une certaine résistance au fluage. Ces grains présentent plusieurs phases. Une première phase, austénitique et généralement baptisée γ , constitue la matrice métallique de l'alliage. À l'intérieur de celle-ci se situe une phase durcissante appelée γ' , présente de manière intragranulaire et intergranulaire, et dont la fraction volumique peut dépasser 45 % à la suite de traitements thermiques. Certains superalliages permettent une précipitation de phase γ' jusqu'à 70%. Des carbures et des borures bordent les joints de grain et les zones interdendritiques. Enfin, des constituants eutectiques ternaires $MC + \gamma + \gamma'$ font aussi partie de la microstructure. La Figure 1.3 permet d'observer un grain dendritique ainsi que la

présence des eutectiques et des carbures. Tous ces éléments sont développés plus longuement dans la suite.

7.1. La phase γ :

La phase γ est la phase principale de l'Inconel 738. C'est une matrice métallique austénitique de structure cubique à face centrée, principalement composée de nickel mais qui possèdent un fort taux d'éléments secondaires en solution solide, tels que le chrome, le cobalt, le molybdène ou encore le tungstène.

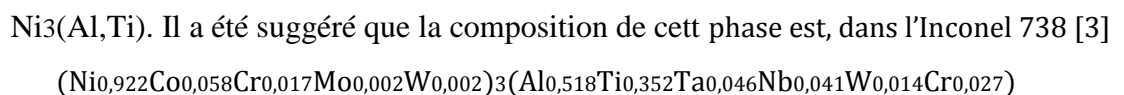
Lors de la solidification du liquide, la phase γ se met en place sous forme de dendrites dont les branches croissent suivant les directions cristallines $\langle 100 \rangle$. La taille des dendrites, et donc des grains de l'alliage, dépend de la vitesse de refroidissement.

Lorsque celle-ci est élevée, les dendrites croissent de manière plus ou moins alignée avec le gradient thermique. La croissance se fait selon l'une des directions cristallines $\langle 100 \rangle$ à partir de laquelle croissent orthogonalement les branches secondaires. Les dendrites peuvent revêtir une forme allongée et les grains forment alors une structure colonnaire, autrement appelée structure basaltique .

Pour une faible vitesse de solidification, il n'y a pas d'alignement préférentiel suivant le gradient thermique. Les dendrites croissent de manière homogène ce qui conduit à une structure équiaxe.

7.2. La phase γ' :

Lorsque la limite de solubilité du titane et de l'aluminium est atteinte dans la matrice, il y a formation d'un précipité basé sur la phase Ni_3Al du système binaire Ni-Al. Une importante substitution de l'aluminium de cette phase est réalisée par le titane, lequel se retrouve assez peu dans la matrice. La phase est généralement notée $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$, ou γ' . C'est la phase durcissante de l'alliage. Il s'agit d'une structure ordonnée appartenant au groupe d'espace $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ (*Strukturbericht* L12) c'est-à-dire une structure cubique à face centrée dans laquelle les atomes d'un élément se trouvent aux sommets du cube et les atomes de l'autre élément se situent aux centres des six faces du cube. La structure est représentée sur la Figure 1.4. L'arrangement de atomes mène bien à une stoechiométrie



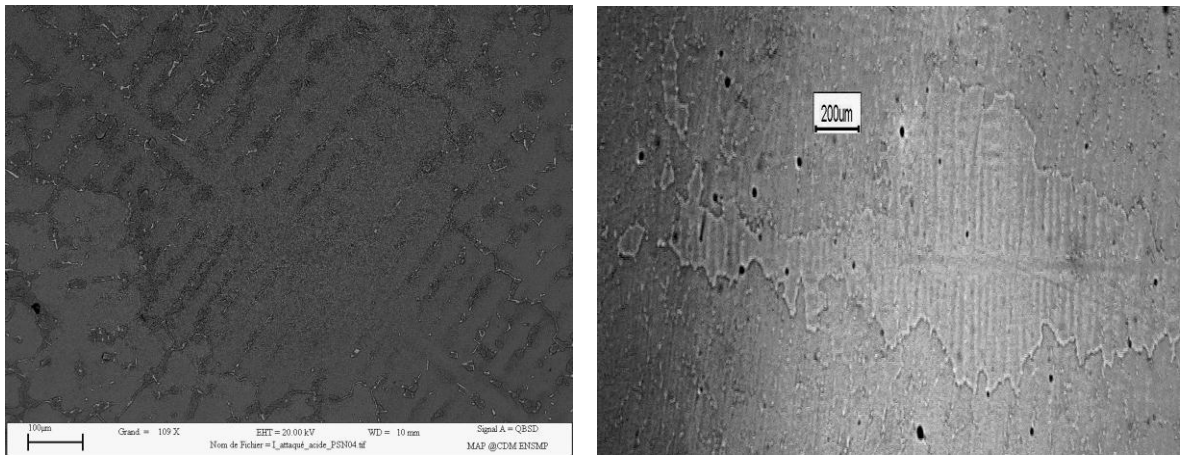


Figure 1.3 : Microstructure de l'Inconel 738 brut de fonderie

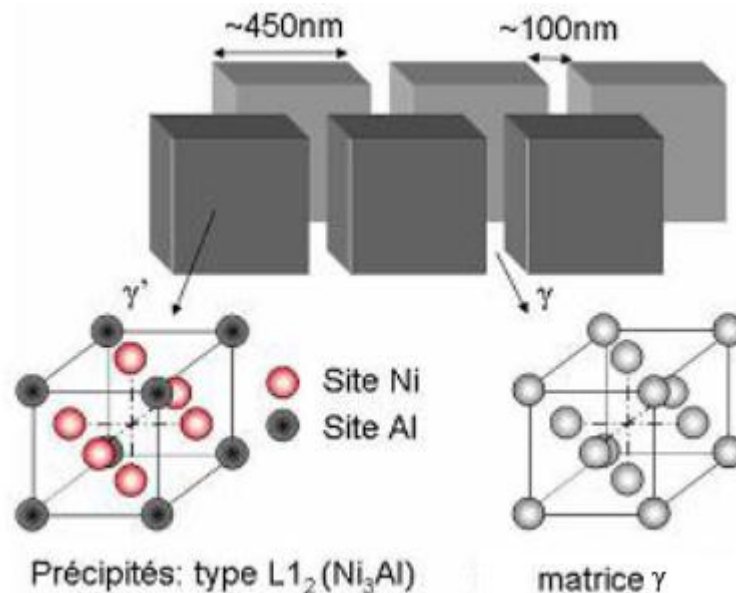


Figure 1.4 : Structure cristallographique L_{12} de la phase $Ni_3(Al,Ti)$.

7.3. Les carbures MC et $M_{23}C_6$ et les borures :

Les carbures présents dans la structure brute de fonderie sont essentiellement des carbures dits *primaires*, c'est-à-dire de type MC. Leur taille varie du micron à la centaine de microns avec une morphologie irrégulière. Les carbures représentent la deuxième phase qui se forme lors de la solidification, Leur formation commence dans le liquide. Lors de la solidification de celui-ci en phase γ , les carbures « flottants » dans le liquide se trouvent poussés par le front de solidification pour finalement être piégés aux joints de grains et dans les espaces inter-dendritiques. Ils sont très peu présents dans les bras dendritiques, comme en atteste la Figure 1.5.

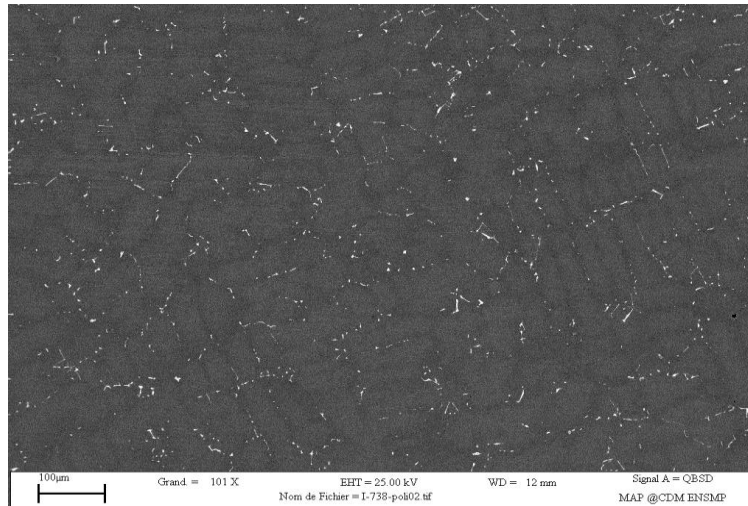


Figure 1.5 : Microstructure de l’Inconel 738 brut de fonderie. La photographie MEB.

Ces carbures, formés pendant le refroidissement du liquide lors du procédé de fonderie, sont généralement stables, si bien que les carbures de tantale TaC sont difficiles à dissoudre dans la phase solide γ . Cependant leur taille et la fraction volumique peut être contrôlées dans les joints de grains, ce qui permet de limiter la croissance des grains pendant des traitements thermiques ultérieurs. Il a été suggéré que ces carbures avaient la composition suivante :



Ces carbures sont souvent décrits comme ressemblant à des caractères chinois (*chinesescript-like*) lorsqu’ils sont observés en coupe. En réalité, c’est l’agencement de plusieurs carbures qui donnent cette morphologie dans les superalliages. La Figure 1.6 montre ce qu’il faut comprendre par « caractère chinois » sur l’Inconel 738 et sur le MAR-M247. [5]

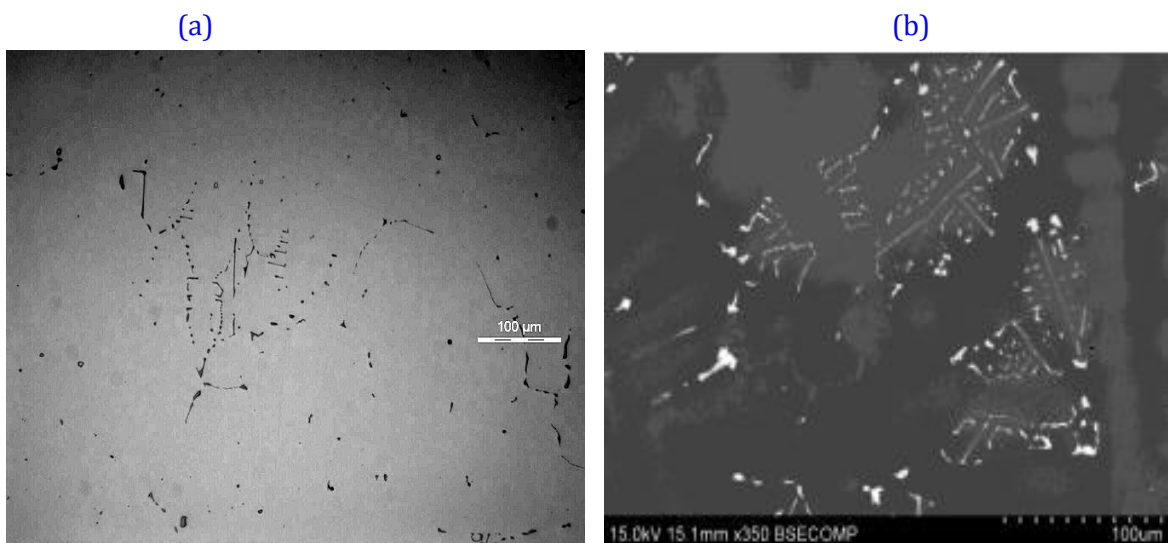


Figure 1.6 : Agencement de plusieurs carbures sous forme de caractères chinois. (a) Microscopie optique d’Inconel 738, (b) Image MEB-BSE de MAR-M247 [9].

Lorsque les carbures sont observés individuellement par attaques électrolytiques, il apparaît qu'ils peuvent être sous trois formes différentes : sous forme de bloc (blocky), de pétale (flaky) ou de réseau (lattice-like). Ces formes sont représentées sur la Figure 1.7

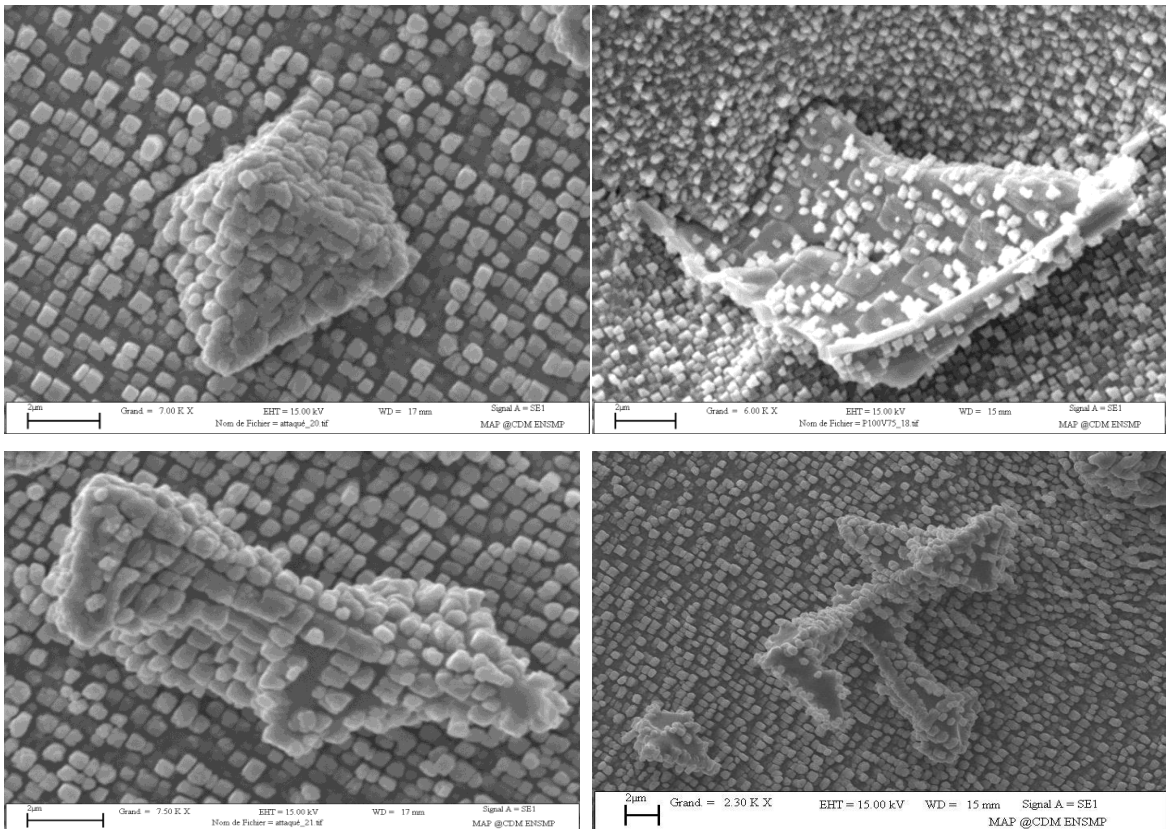


Figure 1.7 : Observation au MEB-SE de carbures présent dans l’Inconel 738.

Des études ont été menées et montrent une légère modification de la forme de ces carbures avec la composition de l’alliage ainsi qu’avec la vitesse d’avance du front de solidification.

Lorsqu’ils sont fins et distribués uniformément, les carbures participent à la bonne résistance mécanique de l’alliage en bloquant le glissement des joints de grains, même à température élevée. [5]

Tout atome de carbone libre, au-delà de la limite de solubilité, qui n’a pas précipité sous forme MC depuis le liquide, précipite en carbure de type $M_{23}C_6$ lors du refroidissement du lingot coulé solide. Ces précipités sont fins et se forment autour du solvus de $M_{23}C_6$, c'est-à-dire entre 1000°C et 1050°C . Généralement, la fraction volumique de ces précipités, situés aux joints de grains, est très faible dans le matériau brut de fonderie. Néanmoins, une quantité notable de ces précipités se forme à la suite de traitements thermiques de vieillissement. Les carbures $M_{23}C_6$ se forment exclusivement aux joints de grains.

Les borures, également présents aux joints de grains, augmentent la résistance au glissement aux joints de grains. La résistance au fluage est donc améliorée, et le risque de rupture intergranulaire limité. Toutefois, ces composés présentent des points de fusion assez bas ce qui peut entraîner, lors d'une élévation de température, leur fusion aux joints de grains : c'est la brûlure, ou liquation. L'alliage est fortement fragilisé et bien souvent inutilisable. Seule une fusion totale peut régénérer le matériau.

8. Procédés d'élaboration des superalliages L'Inconel 738 :

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]

8.1. 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 oeuvre 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

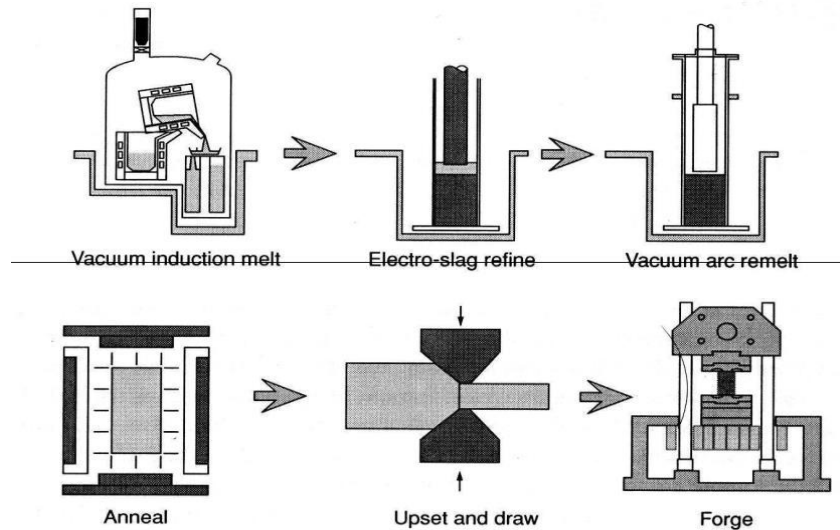


Figure 1.8: Procédé d'élaboration VIM / ESR / VAR suivi du forgeage [8].

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.

8.2. 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 oeuvre. 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].

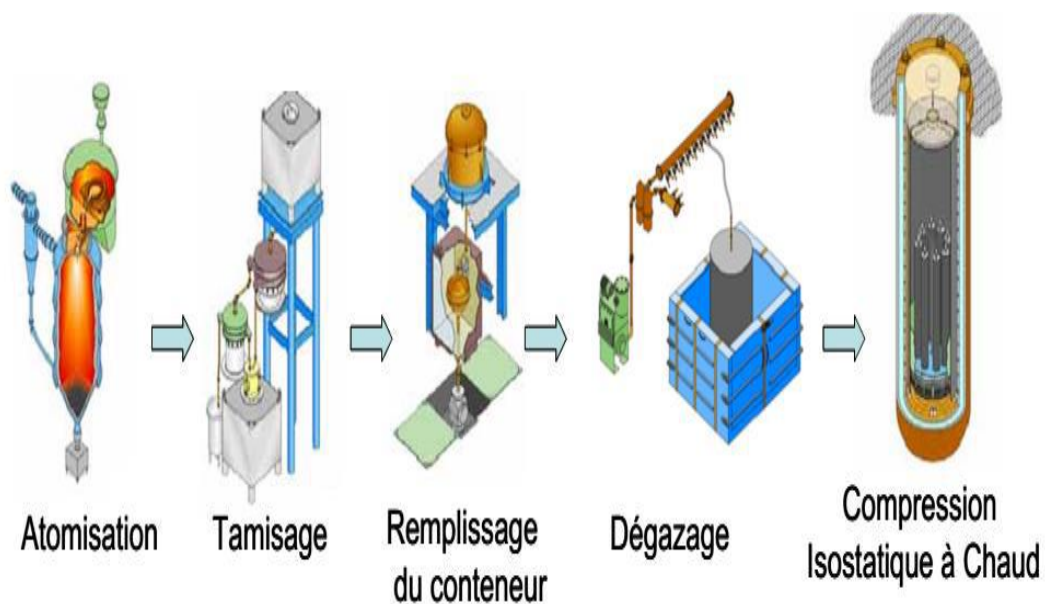


Figure 1.9 : Procédé d'élaboration par métallurgie des poudres [8].

9 . 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 μ m. Attaque Kalling n°2 : mélange de 100ml d'acide chlorhydrique, 50ml d'éthanol et de 10g de CuSO₄. 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].

CHAPITRE 2

TRAITEMENTS THERMIQUES

ET MICROSTRUCTURE.

Chaitre 2

Traitements thermiques et Microstructure

1. Modes de durcissement de l'Inconel 738

L'Inconel 738 est renforcé par trois mécanismes différents : les éléments en solution solide, la précipitation des carbures incohérents et la précipitation de la phase γ' cohérente

Le durcissement par solution solide est le résultat de la distorsion du réseau cristallin créée par des atomes qui se sont substitués au nickel. Il s'agit surtout des éléments d'alliages tels que le tungstène, le molybdène, le cobalt, le chrome, le titane et l'aluminium. Un atome placé en substitution crée dans son voisinage proche un champ de contrainte sphérique. La matière environnante est alors sous tension ou sous compression, en fonction de la taille de l'atome soluté par rapport au solvant. Ce champ de contrainte interagit avec le champ de contrainte d'une dislocation, de manière élastique. L'énergie de la dislocation augmente et la force nécessaire à son déplacement devient plus importante. La limite d'élasticité augmente : le matériau est plus dur. À la fois la taille de l'atome et le module de l'espèce atomique influencent cette interaction. Les atomes en solution ont aussi généralement tendance, lorsque cela leur est permis par la température, à diffuser vers les dislocations et à se regrouper autour d'elles. Les dislocations se retrouvent alors ancrées, et leur déplacement est plus difficile.

La précipitation des carbures, qui s'effectue aux joints de grains, permet d'en améliorer l'ancrage, c'est-à-dire que le mouvement de glissement lors du fluage est limité ainsi que la croissance de grains.

Le durcissement par précipitation de la phase γ' est le mode de durcissement le plus important de l'Inconel 738. Différentes conditions peuvent être formulées pour caractériser le bon niveau de durcissement : la fraction volumique de phase doit être au moins égale à 30% avec un intervalle entre précipités d'environ 500 Å ; la phase précipitée doit être plus dure que la matrice pour forcer les dislocations à cisailer ou contourner les précipités, mais la ductilité doit être toutefois suffisante pour éviter la formation de chemin de rupture facile ; enfin, le désaccord paramétrique doit être faible, de l'ordre du pourcent, pour assurer une bonne stabilité du précipité et une interaction plus importante avec les dislocations. Toutes ces conditions, qui tendent à gêner le mouvement des dislocations, sont remplies par la phase γ' .

De manière générale, pour une fraction volumique donnée, la taille, la morphologie et la répartition des précipités, y compris les carbures, conditionnent les propriétés mécaniques : limite d'élasticité, limite à rupture, durcissement par écrouissage, tenue en fatigue et en fluage et vitesse de fissuration.

Les traitements thermiques dont les paramètres sont la température, la durée et la vitesse de refroidissement, affectent et modifient la microstructure, et c'est de cette dernière que dépendent les propriétés mécaniques.

2. Mise en solution, vieillissement et évolution de la microstructure

Afin d'obtenir les propriétés de l'Inconel 738 les plus adéquates pour des applications aéronautiques, deux traitements thermiques successifs sont, industriellement, effectués après la fabrication d'une pièce par fonderie.

Le premier traitement permet la remise en solution solide des éléments d'alliage un peu en dessous du solvus γ' . Il s'agit d'un traitement à $1120^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ pendant deux heures, sous vide ou sous argon, suivi par un refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante.

Le second est un revenu pour permettre une certaine précipitation de la phase γ' . Celui-ci s'effectue à $845^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ pendant 24 h, sous vide ou sous argon, suivi d'un refroidissement à l'air. Dans la suite, ce traitement sera appelé *vieillessement*, par traduction de l'anglais *ageing*, bien qu'il ne s'effectue pas en service.

Le refroidissement à l'air est généralement considéré comme un refroidissement rapide. Les traitements thermiques qui viennent d'être décrits constituent les standards internationaux.[6]

2.1. Mise en solution de la phase γ' .

Le traitement standard de remise en solution à 1120°C ne permet de dissoudre qu'environ la moitié des précipités, en commençant par les plus petits, et laisse la plupart des îlots eutectique de phase γ' . Les précipités situés aux joints de grains sont ceux qui se dissolvent le plus difficilement. Ainsi, un traitement de remise en solution partielle laissera ces zones de phase γ' en l'état. Au refroidissement, les éléments remis en solution se réarrangent et précipitent sous forme de précipités secondaires sphériques.

Toutefois, il est possible, en faisant varier les paramètres du traitement de remise en solution, de contrôler, dans une certaine mesure, le taux et la distribution des précipités γ' . En effet, la mise en solution s'effectue de façon plus ou moins complète en fonction de la température et de la durée du traitement. Plus la température de mise en solution est élevée,

et le temps de maintien long, plus le taux de précipités γ' est faible dans le matériau, à la température considérée, puisqu'une plus grande quantité d'atomes se retrouvera dissoute dans la matrice.

Après refroidissement à l'air, même si celui-ci est considéré comme rapide, la microstructure observée à température ambiante est différente de celle que l'alliage avait à la température de remise en solution. En effet, la structure n'est pas totalement figée : la précipitation de la phase γ' est *instantanée*, du fait de la forte sursaturation en soluté couplée à la cinétique rapide de précipitation de cette phase, trop rapide pour être évitée (faible énergie interfaciale γ/γ'). L'inconel 738 présentera toujours une certaine fraction volumique de précipités de phase durcissante, suite au traitement de remise en solution. Un refroidissement lent permet de former une plus grande quantité de phase durcissante γ' . À l'issue de ce traitement thermique, les précipités primaires de forme cuboïde et les secondaires de formes sphéroïdales sont déjà présents dans le matériau.

Avant d'effectuer ce traitement thermique sur une pièce, il est intéressant d'observer la microstructure obtenue suite à l'étape d'élaboration antérieure, souvent celle de fonderie. Du fait de la ségrégation, les joints de grains présentent une sursaturation en éléments précipitants plus importante que dans les zones inter-dendritiques. De ce fait, les précipités situés aux joints de grains sont les plus difficiles à dissoudre. La taille de grains détermine la quantité de joints de grains et l'intensité de la ségrégation. De petits grains indiquent un refroidissement rapide et les joints de grains n'ont pas eu le temps de développer une forte ségrégation. La remise en solution des précipités localisés au niveau de ces joints en sera facilitée.

Ainsi, pour un même temps de traitement, et pour atteindre un degré d'homogénéisation égal, la température de remise en solution nécessaire sera plus importante dans le cas de grosses dendrites, ou gros grains, que dans le cas de petites dendrites, ou petits grains.

Ce traitement de (re)mise en solution prépare le matériau au traitement de vieillissement qui donnera à l'alliage les caractéristiques mécaniques recherchées, par l'intermédiaire de la microstructure. Celle obtenue après vieillissement dépend fortement de celle présente avant ledit vieillissement, qui est la plupart du temps celle issue du traitement de mise en solution ; la microstructure est fortement affectée par l'histoire thermique du matériau.

2.2. Revenu ou vieillissement de la phase γ'

Le traitement thermique de vieillissement a pour but d'optimiser la forme et la fraction volumique de phase γ' afin de conférer au matériau les propriétés mécaniques voulues. Il s'agit d'obtenir des précipités de stabilité suffisante pour un usage de longue durée en température et sous contraintes élevées. Le vieillissement intervient généralement, mais pas toujours, en complément d'un traitement thermique de mise en solution. Les traitements de vieillissement dont la température est comprise entre 800°C et 1050°C aboutissent à une forte précipitation. Une augmentation du taux de phase γ' améliore les propriétés mécaniques, dont la résistance au fluage, puisque les précipités font barrière au mouvement des dislocations et élèvent la dureté.

Le fait que le traitement de vieillissement s'effectue à une température voisine de celle que subit le matériau lorsque la pièce est en service, aboutit à une microstructure qui continue à évoluer. Elle est alors qualifiée de métastable. Les effets les plus visibles de l'endommagement du matériau incluent la croissance et la coalescence des précipités γ' , ainsi que la disparition des carbures MC qui engendrent des carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains. Le grossissement des précipités γ' , allant avec la réduction de leur espacement, est néfaste pour la tenue en fluage, donc pour la durée de vie du matériau en utilisation. Plus lente est la cinétique de coalescence, plus longue est la durée de vie.

La précipitation de la phase γ' s'effectue par germination homogène, suivie par un grossissement des précipités par mûrissement d'Ostwald notamment, avant finalement leur coalescence. Pendant cette dernière étape, qui n'a lieu qu'après le traitement de vieillissement, c'est-à-dire pendant l'usage du matériau en température, la fraction volumique de précipités reste constante. Dans les superalliages fortement sursaturés tels que l'Inconel 738, les étapes de germination et de grossissement sont très rapides. La germination peut avoir lieu dès l'étape de remise en solution. Le grossissement, qui peut commencer pendant le refroidissement de la remise en solution, se poursuit au vieillissement. Pendant le vieillissement, la taille moyenne des précipités γ' primaires ($\gamma'I$) reste sensiblement constante tandis que celle des précipités secondaires ($\gamma'II$) augmente, par augmentation de la fraction volumique. La vitesse de croissance est d'ailleurs dépendante de la température.

Ce n'est qu'une fois que la distribution de taille des précipités apparaît monomodale, bien après le vieillissement, que ceux-ci coalescent et mûrissent. Encore une fois, dans cette étape, la fraction volumique de précipités reste constante, par définition. Les précipités coalescent par absorption des plus petits. La croissance s'effectuerait de manière

proportionnelle à la racine cubique du temps. Une fois initiée, la coalescence arrondit les cuboïdes pour les rendre plus sphériques.

En effet, la force motrice de la croissance des précipités est la réduction de la déformation totale de désaccord paramétrique. Cela ne peut s'effectuer qu'une fois que les secondaires ont atteints une taille donc une surface comparable à celles des primaires. Pendant la coalescence, le vieillissement permet la modification de la composition de la matrice, ce qui promeut la diminution du désaccord, laquelle induit une sphéroïdisation des précipités.

Si le traitement de vieillissement standard s'effectue à 845°C, il est tout à fait possible de pratiquer un revenu au-dessus de cette température, vers le solvus des carbures $M_{23}C_6$, c'est-à-dire entre 1000°C et 1050°C, voire encore au-delà. Les évolutions de la dureté ainsi que de la fraction de précipités γ' formée après un traitement de 16h, en fonction de la température de vieillissement sont représentées sur la Figure 2.1. Les mesures ont été faites à température ambiante. Les précipités γ' ont été extraits de manière électrolytique et les valeurs représentées ont été corrigées pour tenir compte des carbures

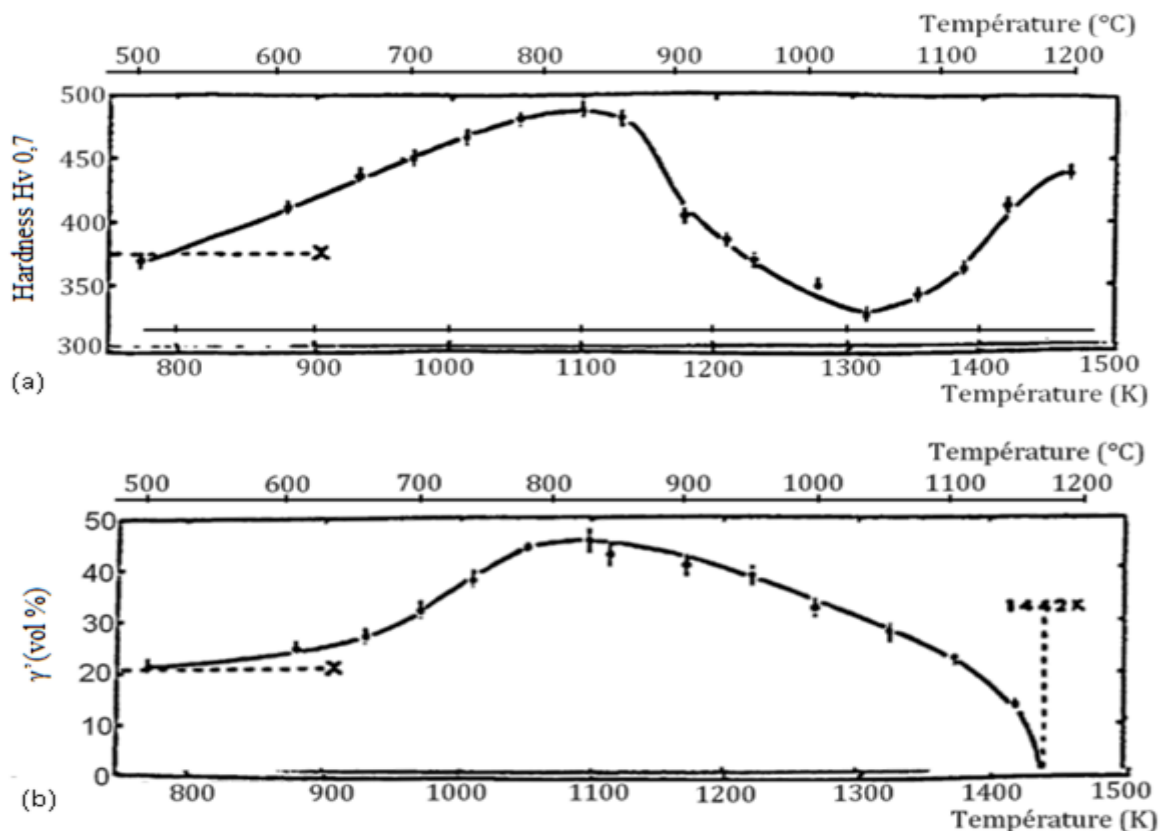


Figure 2.1 : Évolutions de (a) la dureté, (b) la fraction de précipités γ' , mesurées à température ambiante, après un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures [3]. L'échelle des températures en degrés Celsius a été rajoutée. Les valeurs matérialisées par une croix représentent les valeurs obtenues à l'issue de la mise en solution.

Il apparaît qu'un vieillissement à 500°C n'a pas d'effet notable sur la microstructure. Audelà de cette température, les deux graphes mettent en évidence trois zones de comportements différents.

La première zone, qui correspond à l'intervalle de température [500°C - 827°C], montre maximum à 827°C : Hv30 = 485.

La deuxième zone est constituée par l'intervalle de température [827°C – 1045°C]. Le taux de phase γ' diminue, suite à une plus grande remise en solution des éléments, ce qui fait décroître le durcissement de la matrice jusqu'à 1045°C, ou un minimum est atteint (Hv30 ~ 350). Dans cette zone, la taille des précipités γ' primaires cuboïdes reste à peu près constante pendant le vieillissement.

Enfin, à partir de 1045°C, la dureté augmente pour atteindre un nouveau maximum à 1194°C plus bas que l'ancien : Hv30 = 440. Or le taux de phase γ' continue de diminuer. L'évolution de la dureté s'expliquerait par la remise en solution des éléments durcissant dans la matrice associés à la précipitation de γ' très fins mais représentant une fraction volumique faible.

2.3. Phase γ' , traitements thermiques et micrographies:

Ce paragraphe a pour but d'illustrer la précipitation de la phase γ' en fonction des températures de traitement, qu'il s'agisse de la mise en solution ou du vieillissement.

Deux températures ont été choisies par Danis [9] pour le traitement de mise en solution : 1120°C et 1200°C, suivi d'un refroidissement à l'argon turbiné ; deux températures ont été choisies pour le traitement de vieillissement : 845°C et 1065°C. La méthode de refroidissement à l'issue du vieillissement n'est pas précisée. La durée des traitements est supposée être celle des standards, soient respectivement 2 heures et 24 heures.

La Figure 2.2 met bien en évidence que le choix des deux températures de traitements thermiques a une grande influence sur la précipitation.

Pour un même traitement de vieillissement, la température de mise en solution influence fortement la précipitation de γ' primaires : les microstructures (a) et (b), ainsi que (c) et (d) sont complètement différentes. Le vieillissement, suite à la mise en solution à 1120°C, donne une microstructure qui présente à la fois des précipités γ' primaires et secondaires. À l'opposé, la mise en solution à 1200°C aboutit à une microstructure qui présente essentiellement de petits précipités. À ce niveau, il est un point fondamental à relever : l'augmentation de la température de mise en solution augmente la sursaturation de

la matrice en éléments précipitants. L'augmentation de la sursaturation impose, au refroidissement, une précipitation véritablement plus brusque qui n'aboutit qu'à l'existence de petits précipités répartis de manière homogène. Un refroidissement à l'eau produit une précipitation plus fine qu'un refroidissement à l'argon turbiné, mais la précipitation est bien présente. Les deux micrographies de droite de la Figure 2.2 traduisent bien le vieillissement d'une phase γ' finement précipitée.

Pour un même traitement de mise en solution, la température de vieillissement influence la taille des précipités. Comme attendu, l'augmentation de la température induit une taille de précipités plus importante, ainsi qu'une modification de la forme des précipités. La comparaison entre les micrographies (a) et (c) puis (b) et (d) montre une nette sphéroïdisation des précipités.

Des études sur un vieillissement long de l'Inconel 738 ont été menées par Moshtaghin et Asgari [6], Yoshioka et coll. et Stevens et Flewitt [11].

La Figure 2.3 montre les microstructures qu'ont obtenues Moshtahin et Asgari [6] suite à une remise en solution standard et après un vieillissement de 3 000 heures à 850°C. Différents temps de vieillissement ont été étudiés entre ces deux extrêmes, mais les micrographies n'ont pas été reprises ici. Il apparaît clairement le mûrissement, voire la coalescence, des précipités secondaires ainsi qu'une sphéroïdisation des primaires. Yoshioka et coll. observent, à la suite d'un traitement standard, un comportement similaire sur leurs échantillons vieillis. Après 24 000 heures de vieillissement à 850°C la totalité des précipités secondaires semble avoir disparu pour revêtir la morphologie de γ' .

Yoshioka et coll. étudient [10] également l'évolution de la taille des précipités en fonction de la température de vieillissement, à temps de traitement constant égal à 24 000 heures. Leurs observations sont identiques à celles de Danis : la coalescence est accélérée par la température, les précipités sont plus gros et plus sphériques après un vieillissement à 900° qu'à 750°C.

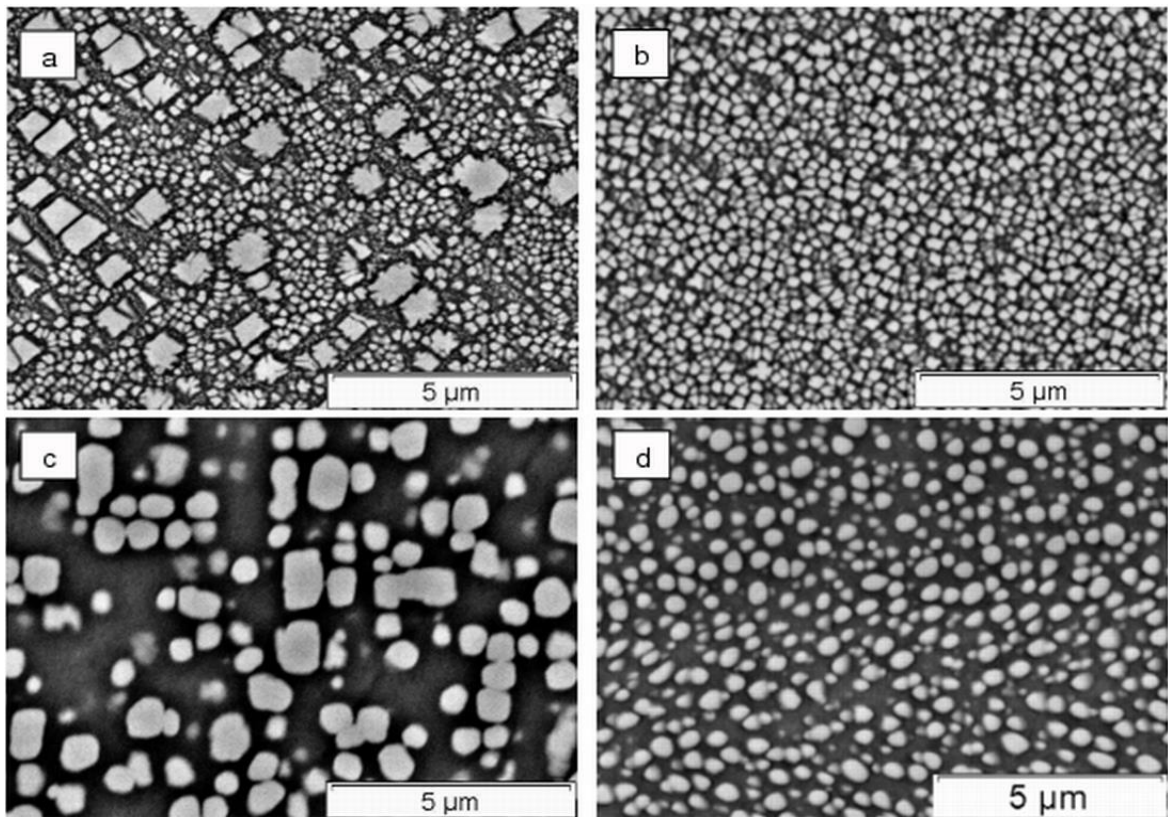


Figure 2.2 : Micrographies observées suite à différents traitements thermiques. Après le traitement de mise en solution, le refroidissement s'est fait à l'argon turbiné. La durée des traitements est supposée être respectivement 2 heures et 24 heures. Les températures de traitement sont : (a) 1120°C – 845°C, (b) 1200°C – 845°C, (c) 1120°C – 1065°C et (d) 1200°C – 1065°C. [9]

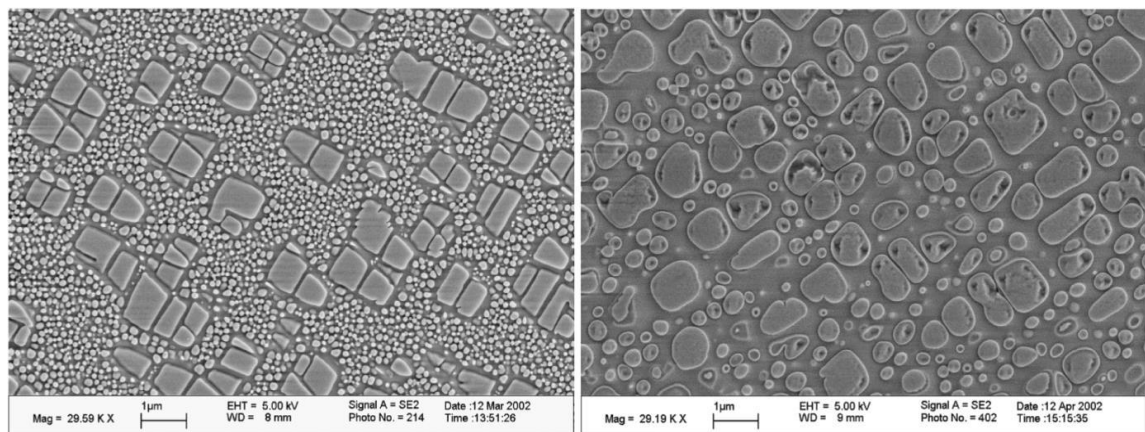


Figure 2.3 : Effet du vieillissement à 850°C sur la taille et la distribution des précipités γ' dans l'Inconel 738LC. (a) Mise en solution standard suivie d'un vieillissement standard, (b) traitement standard suivi d'un vieillissement de 3 000 heures.

Enfin, lors d'un essai de fluage, ces auteurs observent [10] que la contrainte imposée de 98 MPa, modifie largement la morphologie des précipités à partir d'environ 7 500 heures. En effet, ceux-ci croissent de manière oblongue et prennent une forme très allongée dans le sens perpendiculaire à la direction de sollicitation. Ceci est souvent qualifié de mise en radeau.

3. Solidification dans les superalliages:

Lors de la solidification d'un alliage métallique, le solide croît au détriment du liquide, les deux phases sont 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' .

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

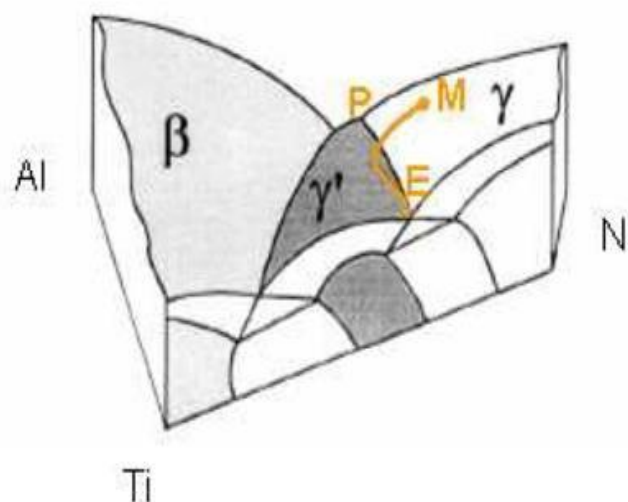


Figure 2.4: Représentation schématique de la solidification d'un alliage ternaire Ni-Al-Ti de composition nominale M. Le chemin de solidification implique successivement le péritectique P et l'eutectique E [7].

5. 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 nikel

Précipitation

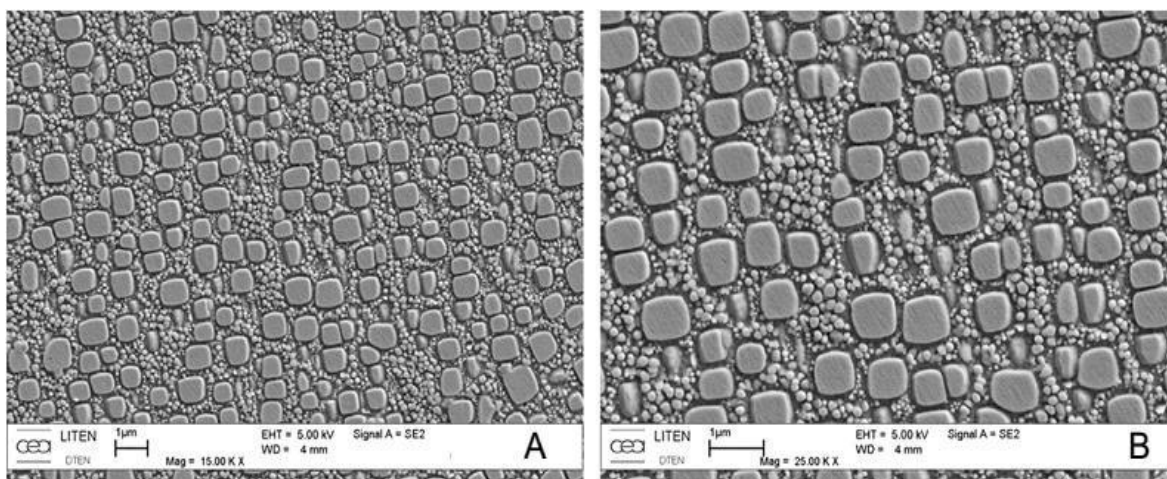
γ' La précipitation γ' a été observée au MET ainsi qu'au MEB FEG. Ces deux techniques permettent d'accéder à la précipitation tertiaire la plus fine. Pour réaliser une mesure des tailles et fractions volumiques des populations de γ' , l'analyse quantitative par Microscopie Electronique en Transmission 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.

6 . 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].



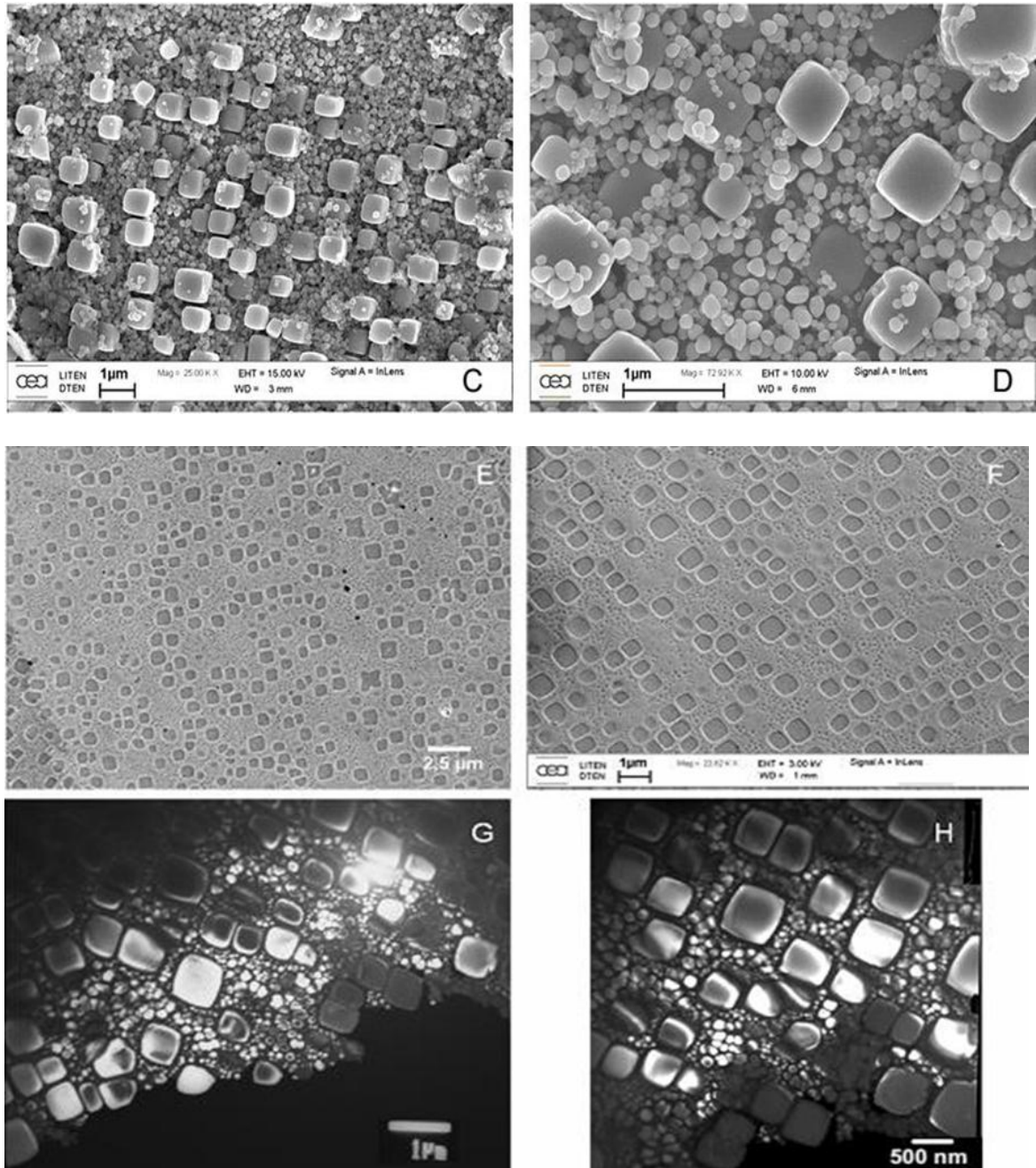


Figure 2.5: Observation de la précipitation γ' intragranulaire.[4]

CHAPITRE 3
PARTIE EXPERIMENTALE.

Chapitre 3

Partie Expérimentale

1. L'obtention des échantillons :

On a travaillé avec 8 échantillons sous forme carré découper par une trancauseuse avec jet d'eau de la cornière à l'aide d'une machine de cisailage des métaux. Le but est d'obtenir, après faire la cisaille, des éprouvettes obtenue d'une ailette de turbine à gaz de dmentions suivants :



Figure 3.1: machine coupement à froid Discotom-2.

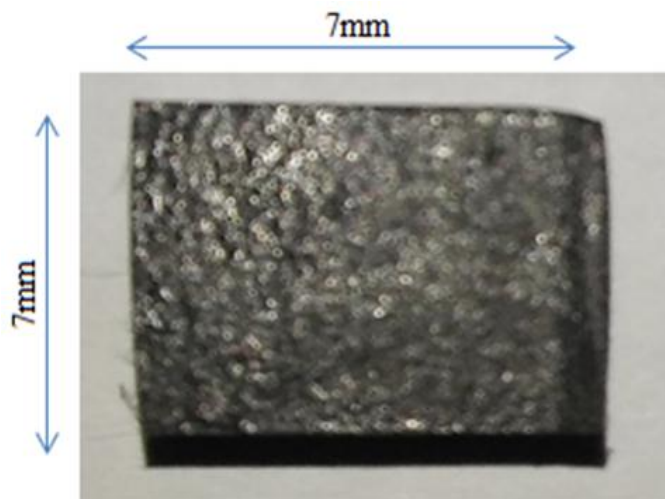


Figure 3.2: les échantillons.

2. Les cycles thermiques appliqués :

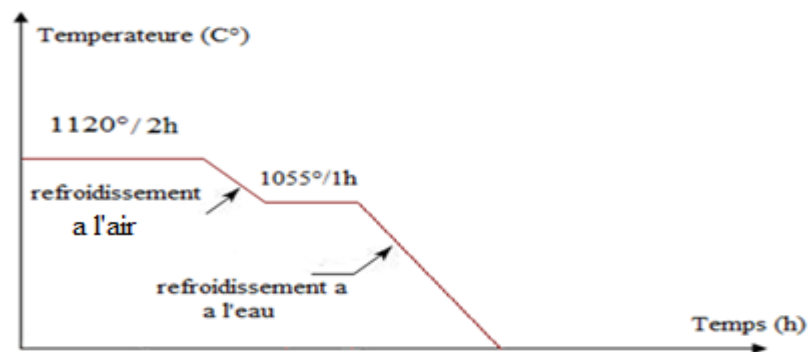
Les traitements thermiques ont été faites au niveau de labo mécanique de l'université dans un four de marque Nabertherm par des cycles thermiques suivants :



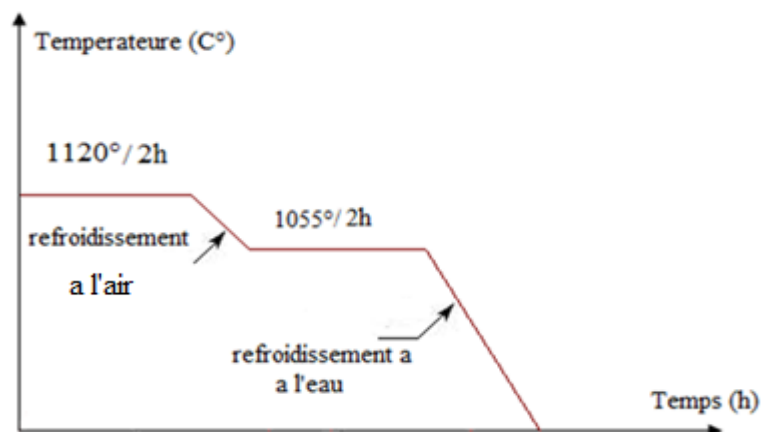
Figure 3.3: Le four nabertherm.

Echantillon 1 : c'est un échantillon brut il n'a pas subi aucun traitement.

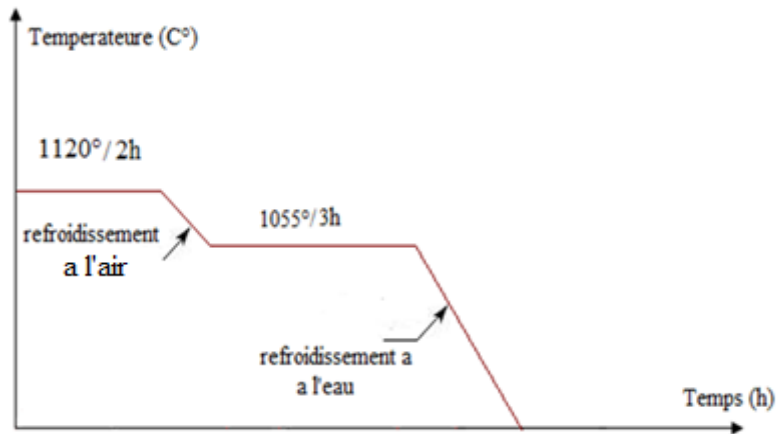
Echantillon 2 : il a subit à une température de 1120°C pendant de 2 heures et à 1055°C pendant 1 heures.



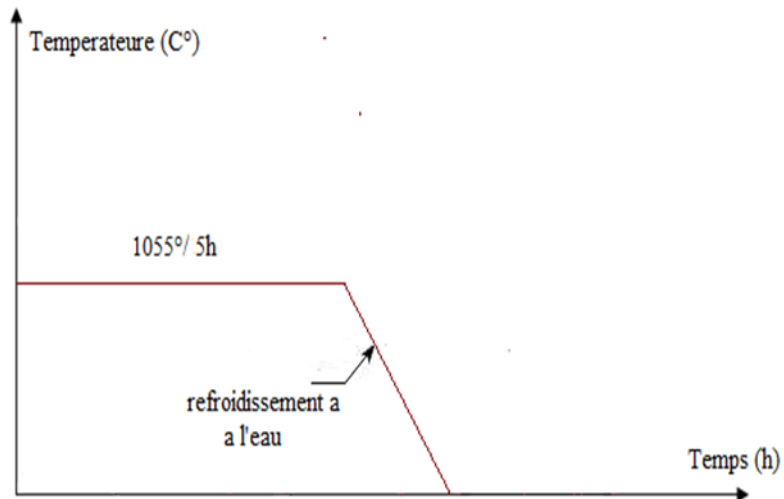
Echantillon 3 : il a subit à une température de 1120°C pendant 2 heures et à 1055°C pendant 2 heures.



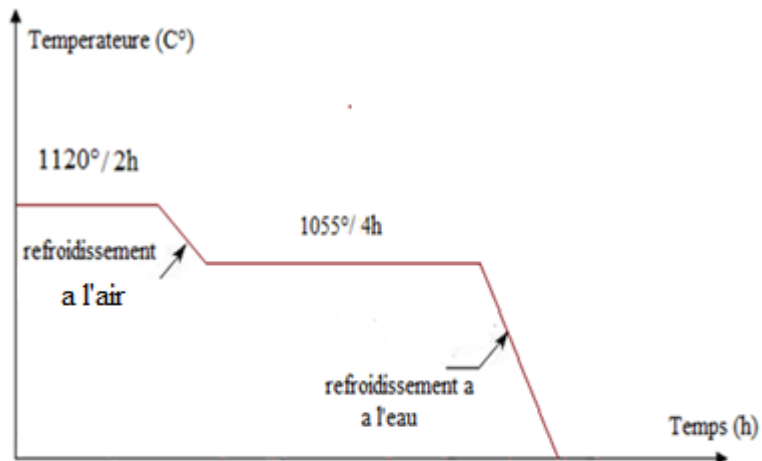
Echantillon 4 : il a subit à une température de 1120°C pendant 2 heures et à 1055°C pendant 3 heures.



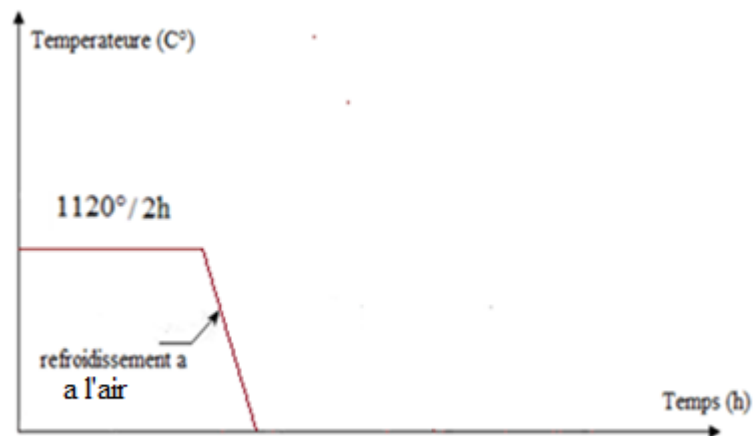
Echantillon 5 : il a subit à une température de 1055°C pendant 4 heures.



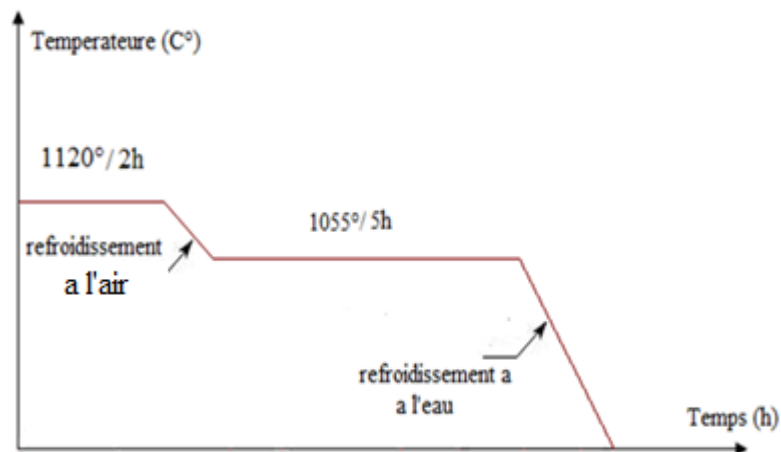
Echantillon 6 : il a subit à une température de 1120°C pendant 2 heures et à 1055°C pendant 4 heures.



Echantillon 7 : il a subit à une température de 1120°C pendant 2 heures.



Echantillon 8 : il a subit à une température de 1120°C pendant 2 heures et à 1055°C pendant 5 heures.



3. Observations microscopiques

3.1. Préparation des échantillons :

Après les cycle thermique les échantillons sont préparées sous forme cylindre par résine Figure 3.4 :



Figure 3.4 : disque de résine.

3.1.1. Le polissage mécanique

Pour effectuer des observations microscopiques optique les échantillons sont enrobés 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 ,600 ,1000,2000,2500,3000 et en fin 5000 puis on a utilisé le drap avec la pâte diamantée de dimensions 3micron et 1 micron.

- Tourner l'échantillon 90° en fur et à mesure de changement de papier (600-1000-1200-2000-2500-3000-5000).
- 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.

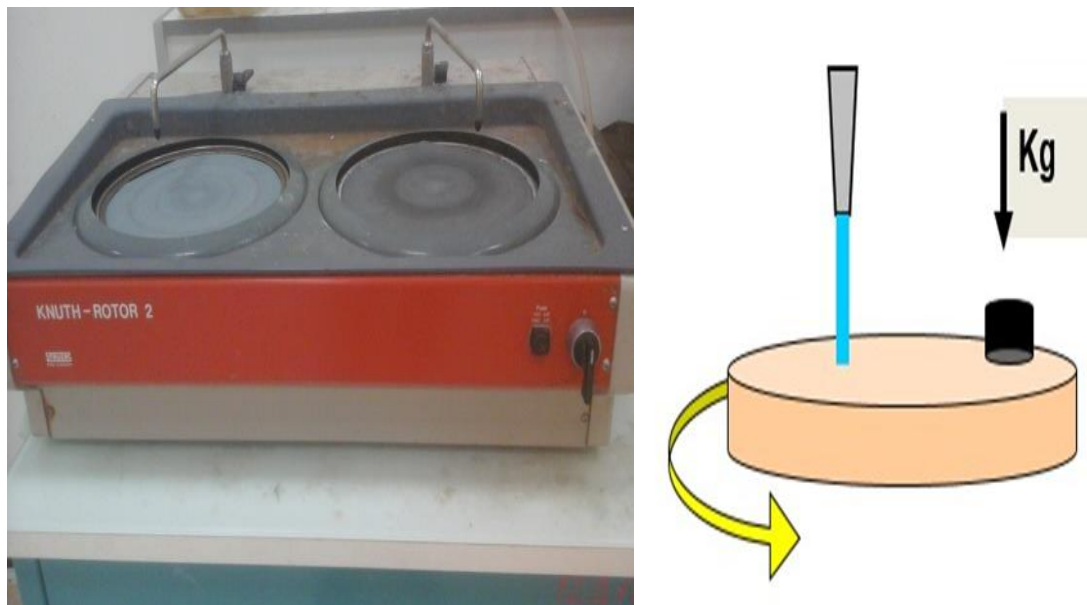


Figure 3.5 : Polissage.

3.1.1.1. Pré polissage

Consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce quelle neprésente aucune Rayure Susceptible de gêner l'examen ultérieur.

3.1.1.2. 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 3µm).



Figure 3.6 : Polisseuse Planopol-3.

3.1.1.3. *electropolissage*

Après le polissage de finition les échantillons ont subis un polissage de super finition un dispositif d'électro polissage à été utilisé au niveau de laboratoire de génie – électrique constitué d'un générateur plus un récipient contenant la solution acide préparé plus les échantillons pour une durée 5 – 10s.



Figure 3.7 : anode.



Figure 3.8 : cathode.

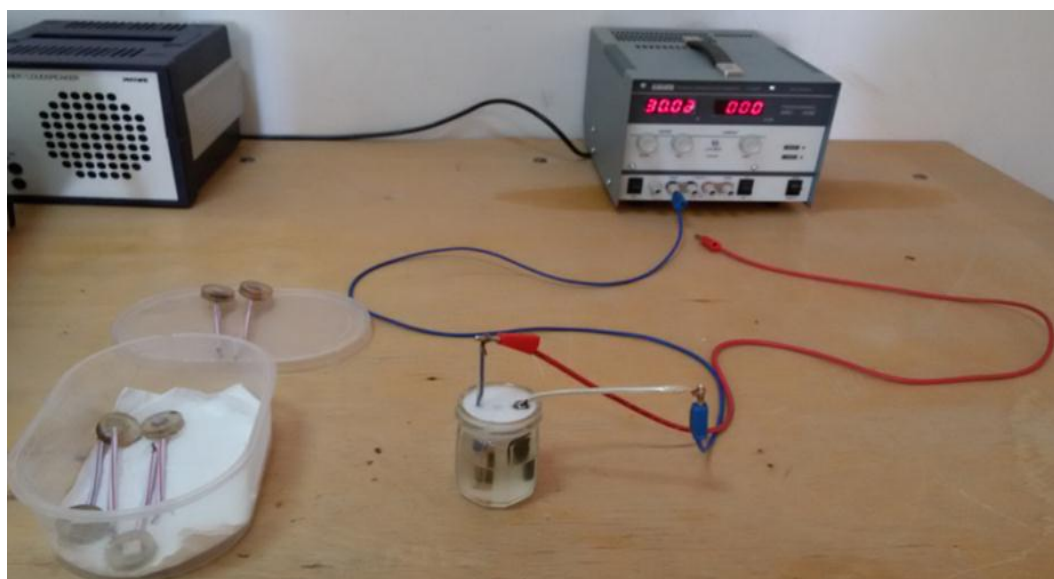


Figure 3.9 : l'installation le dispositif.



Figure 3.10: Eltrosonic.

Pour finir, est dégraissé et nettoyé dans un bain à ultrasonique de l'acétone et enfin séché sous séchoir pour à éliminer toutes les traces d'eau qui peuvent gêner l'examine Microscopique.

3.1.2. 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 3.11 : Attaque chimique préparé.

3.1.3. 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 3.12: Séchoir.

3.2. Analyse au microscopique optique

3.2.1. Microscope métallurgique de NMM-820TRF

Notre microscope métallurgique de laboratoire premier, le NMM-820TRF est équipés 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 3.13: Microscope Optic.

3.3. 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 0.3 kgf (Hv0,3).

3.3.1. Essai de durté Vickers HV

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

3.3.2. 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.

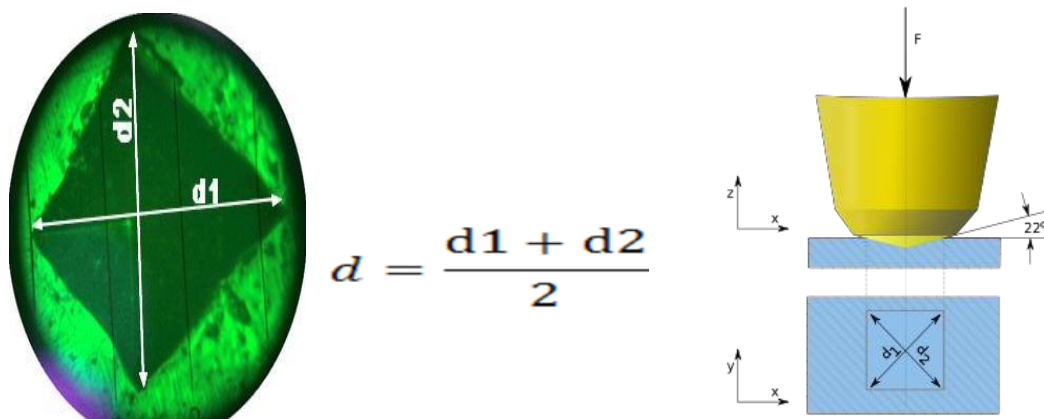


Figure 3.14 : Exemple typique d'une empreinte De notre alliage.

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.

$$HV \cong 0,1854 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV = Dureté Vickers
 F = Force appliquée [N]
 d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

HV = Dureté Vickers
 F = Force appliquée [N]
 d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]
 g = 9.80665

Le degré de dureté, noté Hv, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; Il y a un abaque par force. [12].

3.3.3. Condition de l'essai de dureté Vickers

- appareil micro-duromètre leco M.400.H
- Indenter HV diamant pyramide angle De pointe : $136^\circ 0' \pm 30$
- Charge 300 g
- Vitesse charge 15-75 μ m/s
- Temps de charge 10-15s.

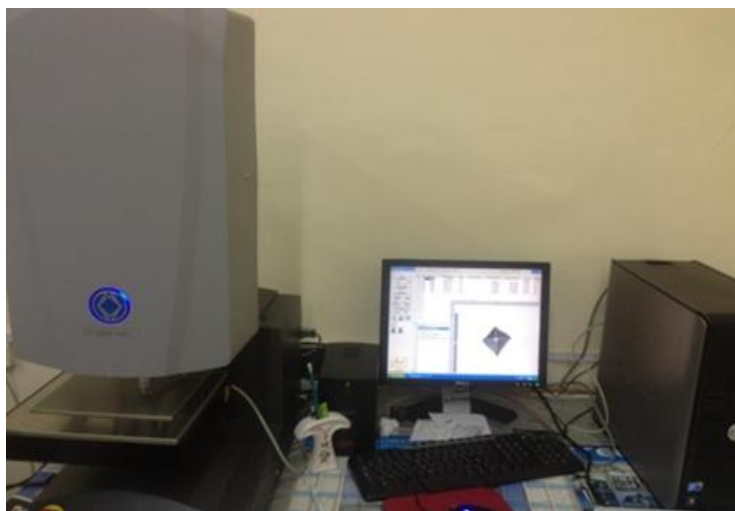


Figure 3.15: Durometre Wilson VH3300

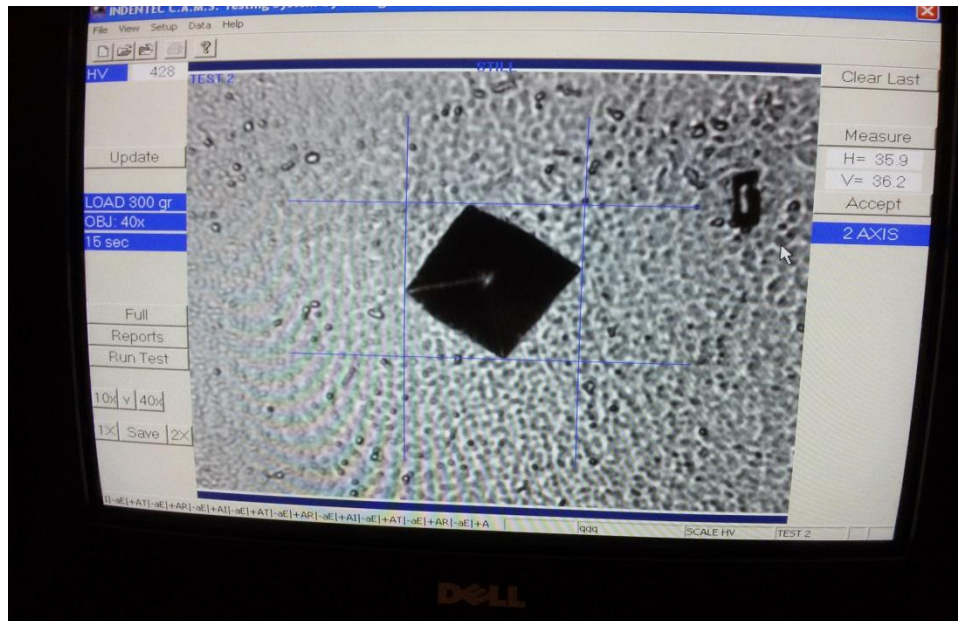


Figure 3.16 : une empreinte.

3.4. Analyse d'image :

L'appréciation de la taille et la distribution des particules été rendue possible grâce à l'analyse d'image à l'aide du logiciel image J sur des microstructures sans attaque. Le schéma montre un exemple classique de chaîne de traitement.

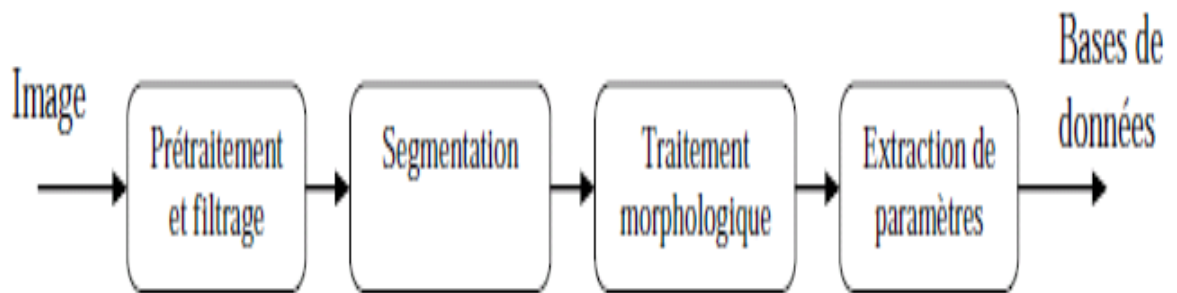
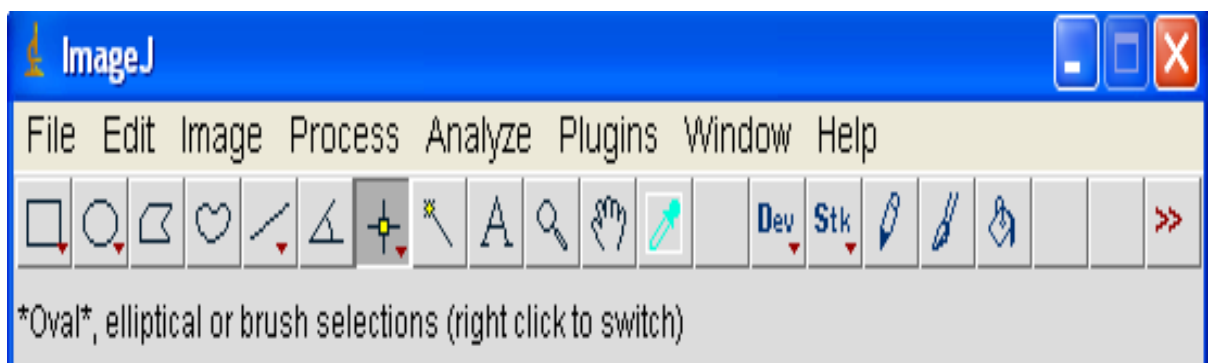


Figure 3.17 : Protocole de traitement et analyse des images



L'algorithme se compose de quatre opérations principales. La première est un prétraitement/filtrage qui a pour but de mettre en forme l'image et d'améliorer sa qualité. Cela est nécessaire au bon fonctionnement de l'algorithme et conditionne la qualité des résultats.

L'opération suivante est la segmentation. Elle consiste à extraire les objets d'intérêt en les séparant du fond de l'image. A partir de ce moment, l'image est binarisée donc composée seulement de noir et blanc, alors que les images de départ peuvent être monochrome ou couleur. Le traitement morphologique consiste à filtrer les objets afin de permettre leur analyse. Enfin, la dernière étape consiste à analyser les objets extraits, afin de les décrire par des paramètres quantitatifs ou faire de la reconnaissance de forme. Les informations obtenues alimentent ensuite une base de données. L'ensemble de ce traitement est réalisé de manière automatique.

Le logiciel d'analyse d'images image J a été utilisé afin de quantifier la proportion des particules.

A partir d'une image provenant de microscopie optique, nous avons déterminé le contour de la zone à étudier de façon à ne pas prendre en compte le bord de l'échantillon. Les images obtenues sont des images en noir et blanc avec 256 niveaux de gris (le niveau de gris 255 étant le noir et 0 le blanc). Le logiciel image J permet d'obtenir l'histogramme de la répartition des niveaux de gris que nous allons pouvoir utiliser pour l'opération de seuillage. Cette opération consiste à choisir une valeur seuil en dessous de laquelle la couleur du pixel est noire et est blanche quand la valeur du niveau de gris est supérieure à la valeur seuil. . Une fois la valeur seuil choisie nous allons pouvoir transformer définitivement l'image en 256 niveaux de gris en une image binaire noire et blanche. Il est parfois possible qu'il reste un pixel isolé. Une opération de despeckle est systématiquement appliquée afin de supprimer ces pixels résiduels (bruit)

CHAPITRE 4
INTERPRETATION DES
RESULTATS.

Chapitre 4

Interprétation des résultats

1. Interprétation des résultats microscope optique :

Les traitements thermiques appliqués ont pour but de modifier la microstructure du superalliage en agissant sur la précipitation des phases et des carbures susceptibles d'apparaître. Ainsi, avec des paramètres de traitement thermique (température, temps, milieu de refroidissement, ...) bien choisis, les traitements thermiques permettent d'obtenir une microstructure avec une distribution des phases homogène et des grains de taille convenable, prévue pour optimiser les propriétés mécaniques des alliages traités.

Dans notre cas, la gamme des traitements thermiques appliquée à l'inconel 738 consiste en un traitement de remise en solution. Le traitement de remise en solution est appliqué à une température comprise entre 1120°C et 1050°C, ce qui permet de dissoudre les précipités de phase durcissante, et les carbures autres que les carbures primaires de type MC.

L'observation de La structure des échantillons (ECH2, ECH3, ECH4, ECH6 et ECh8) réalisée après chaque étape du traitement thermique a révélé la présence de phase durcissantes et de carbures primaires de type MC. En outre, on note une précipitation des carbures secondaires de type M₆C et M₂₃C₆ au niveau de joint de grains.

Pour les échantillons (ECH5 et ECH7), les traitements thermiques appliqués ont favorisé une précipitation importante de phase de type γ' (Ni₃Al) et des carbures. Il est à noté que la microstructure de l'échantillon 7 contient une fraction importante de particules comparativement à celle de l'échantillon 5.

Echantillon 1 :

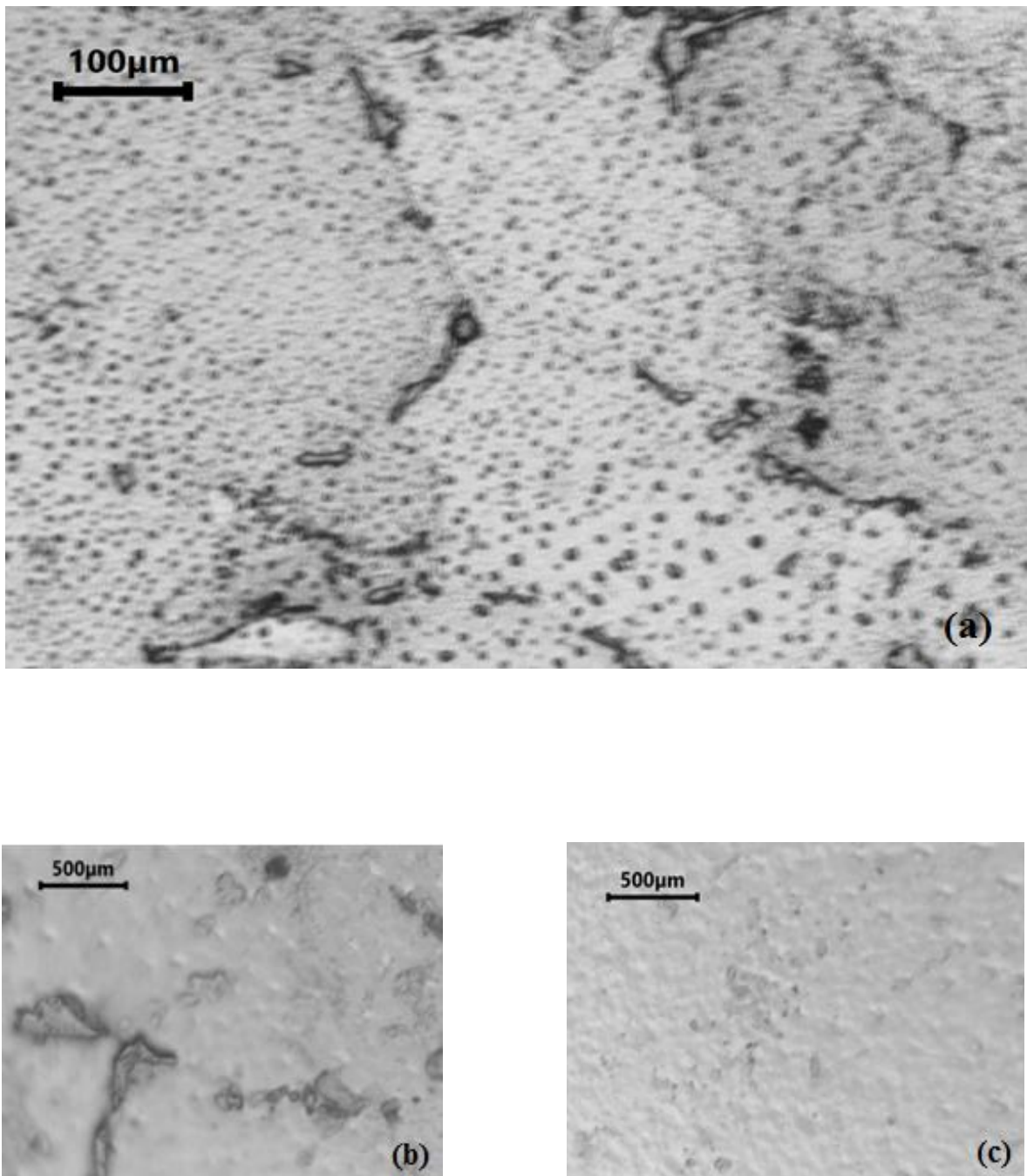


Figure 4.1: une micrographie de l'échantillon 1 après attaque.

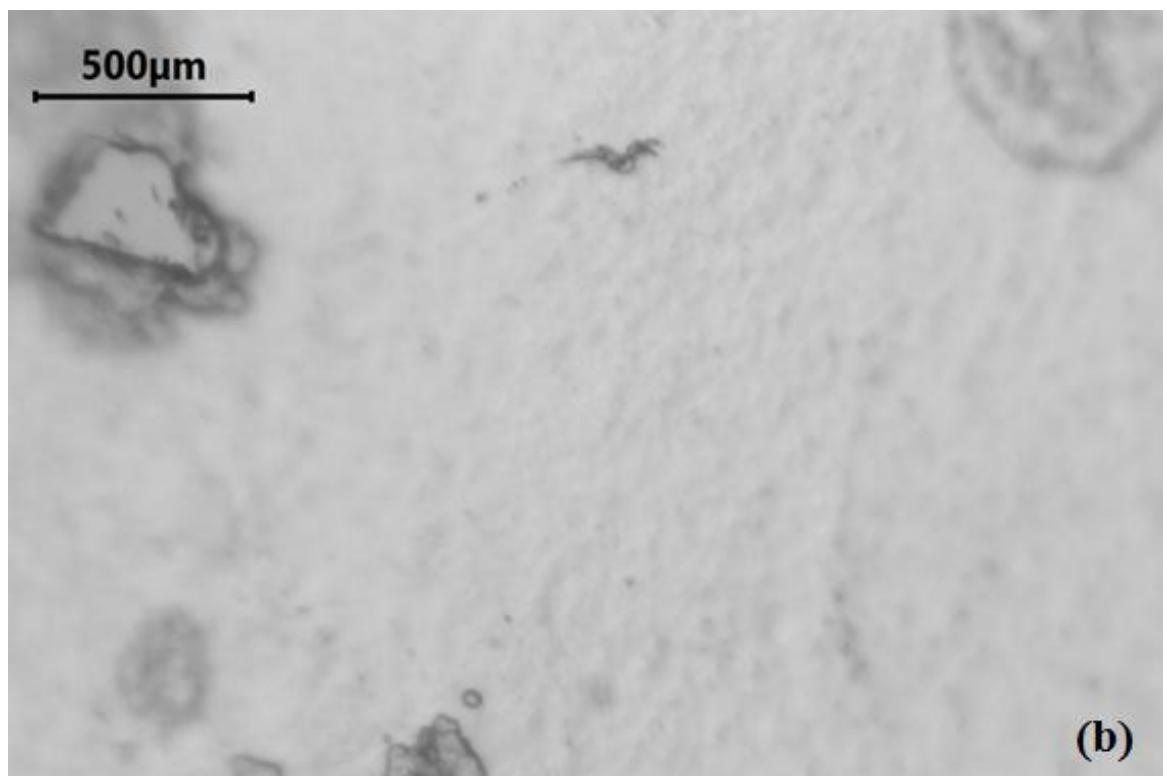
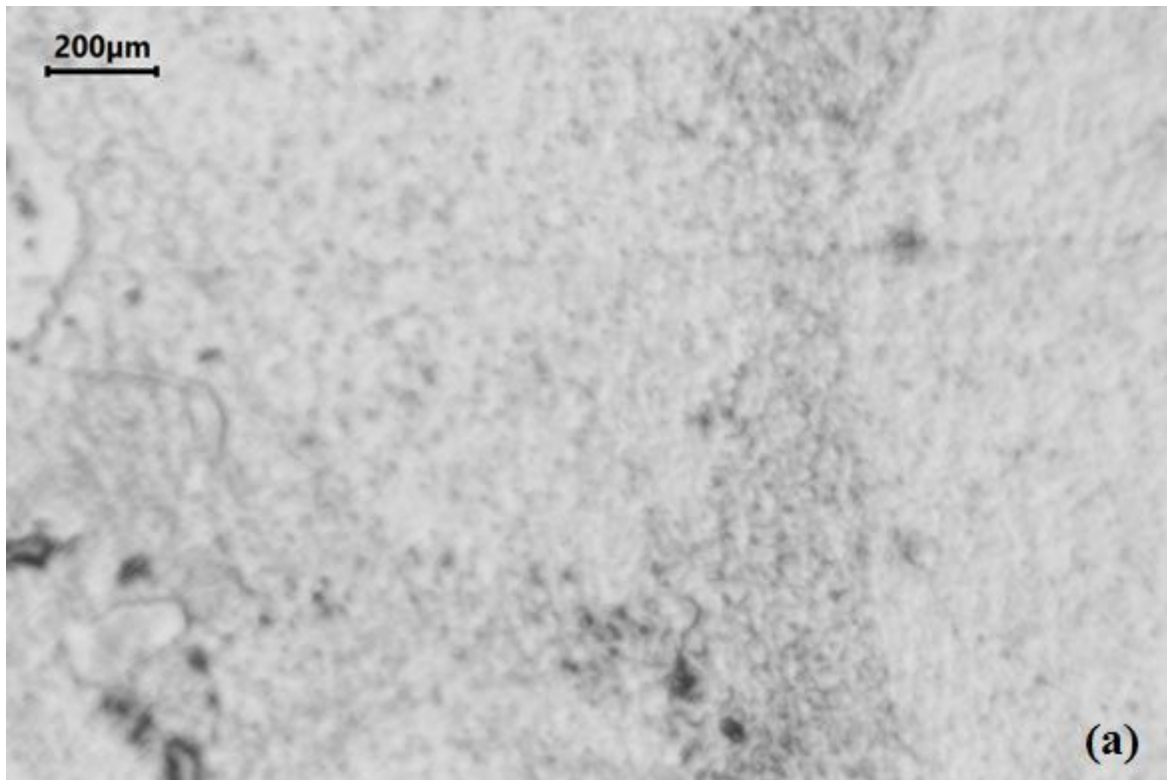


Figure 4.2: une micrographie de l'échantillon 1 avant attaque.

Echantillon 2 :

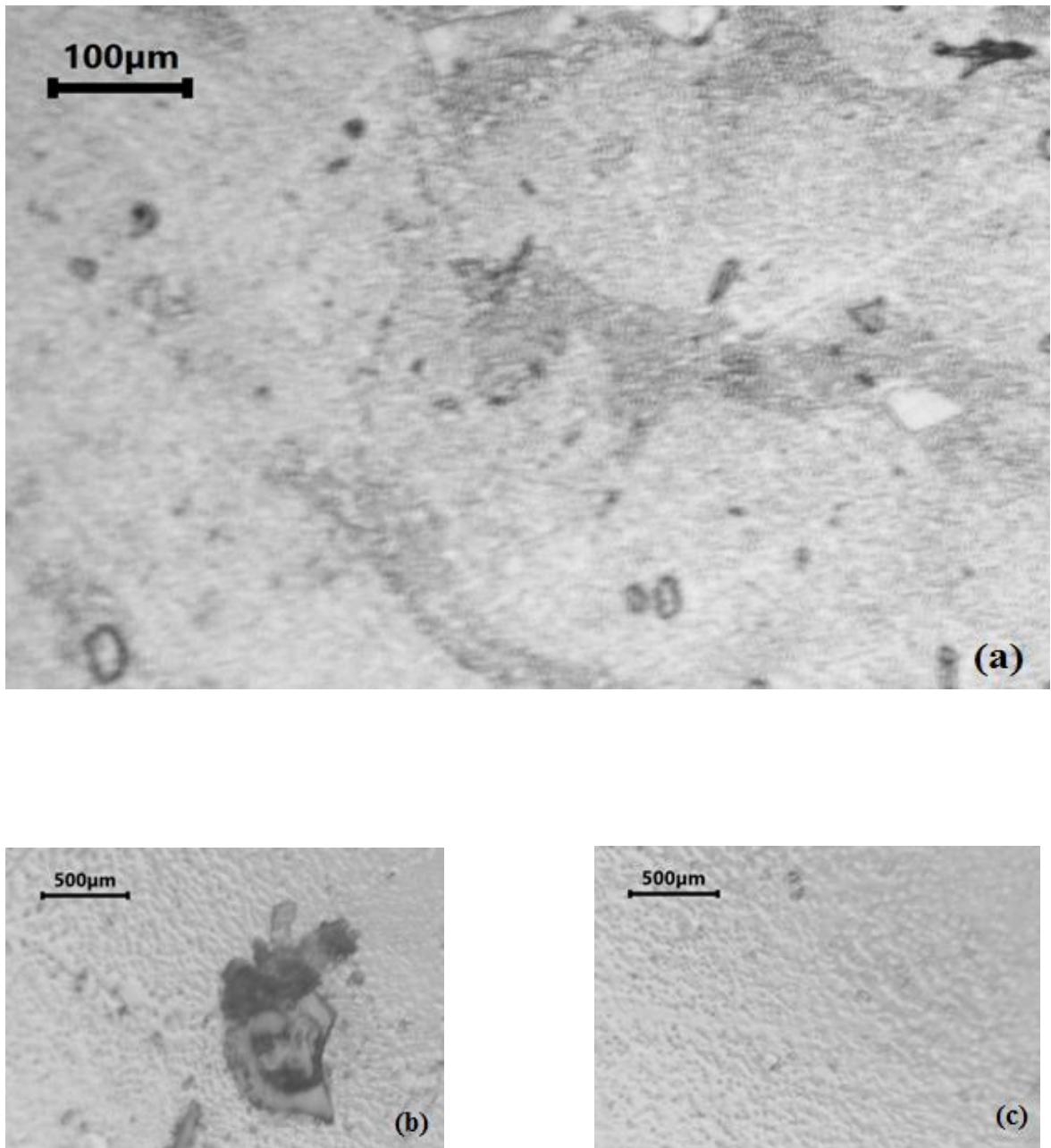


Figure 4.3: une micrographie de l'échantillon 2 après attaque.

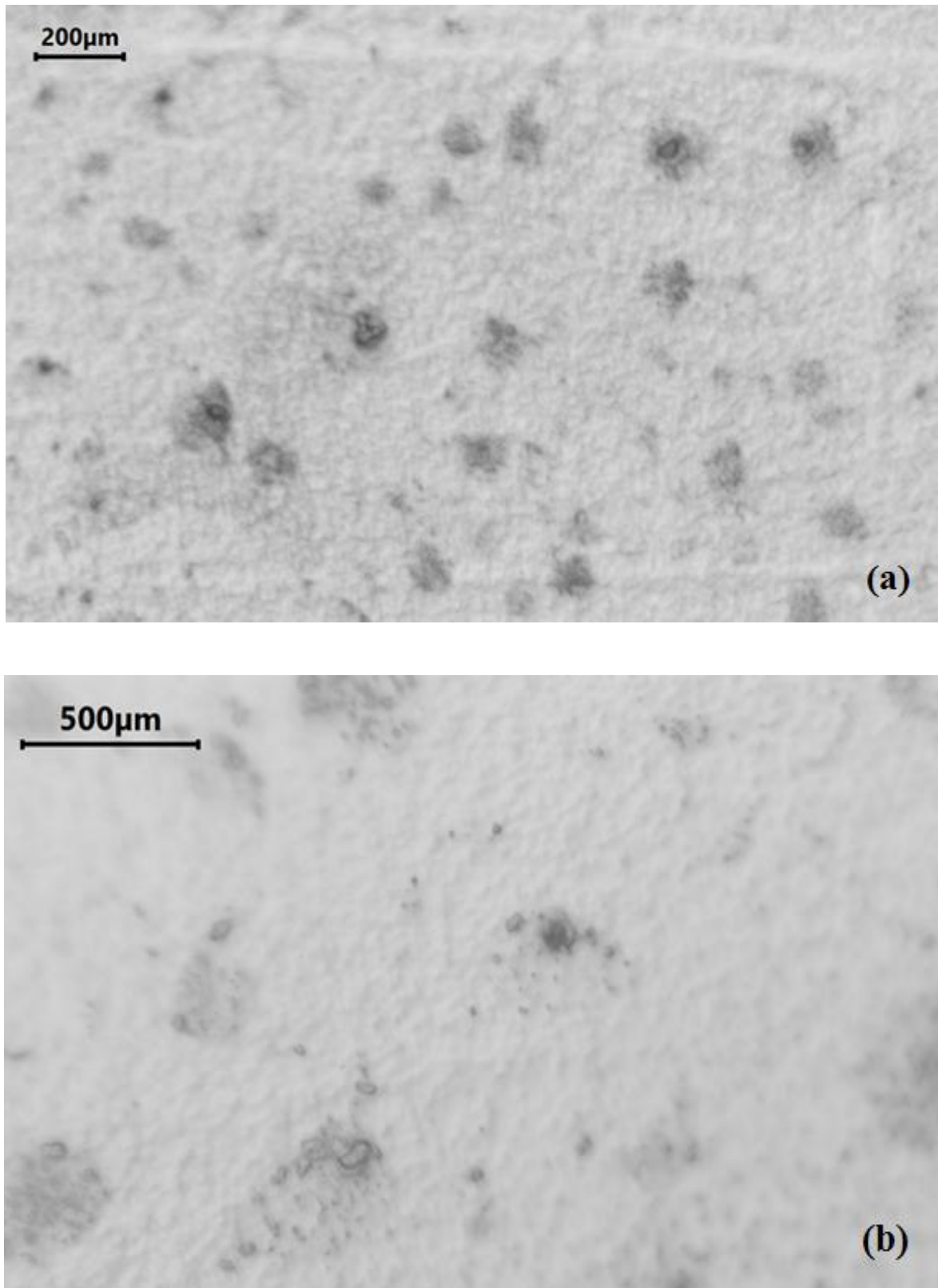


Figure 4.4: une micrographie de l'échantillon 2 avant attaque

Echantillon 3 :

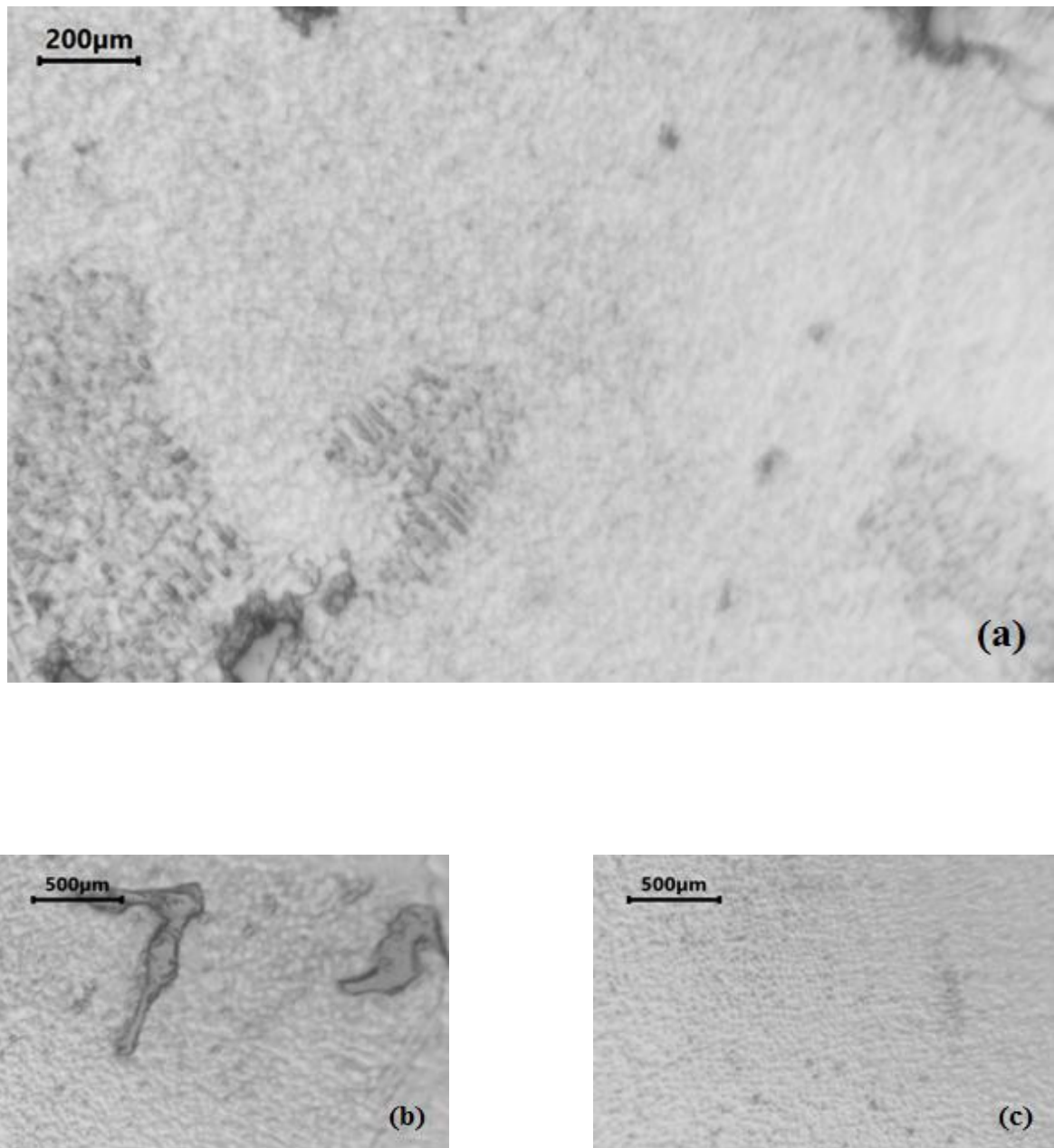


Figure 4.5: une micrographie de l'échantillon 3 après attaque.

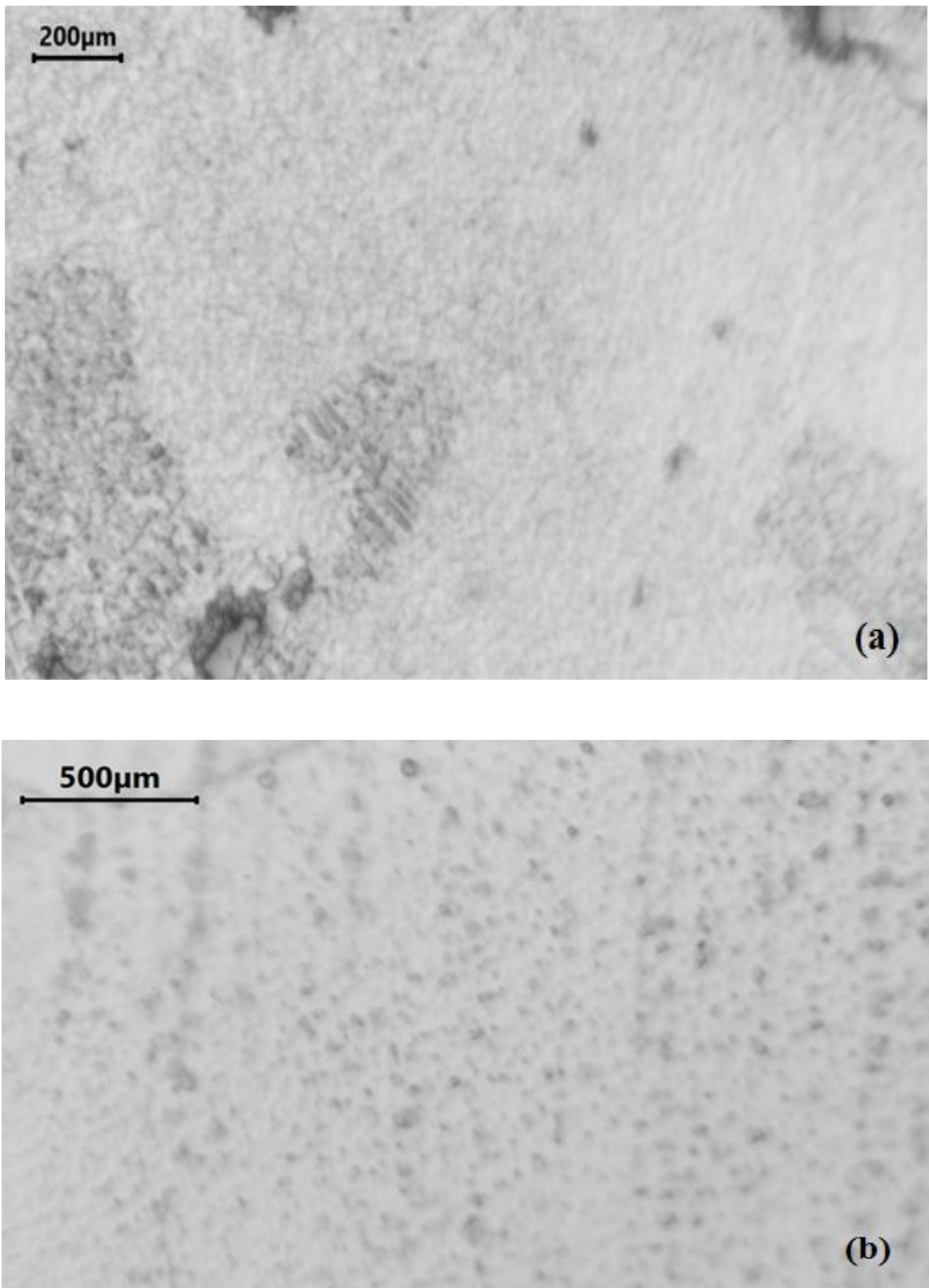


Figure 4.6: une micrographie de l'échantillon 3 avant attaque.

Echantillon 4 :

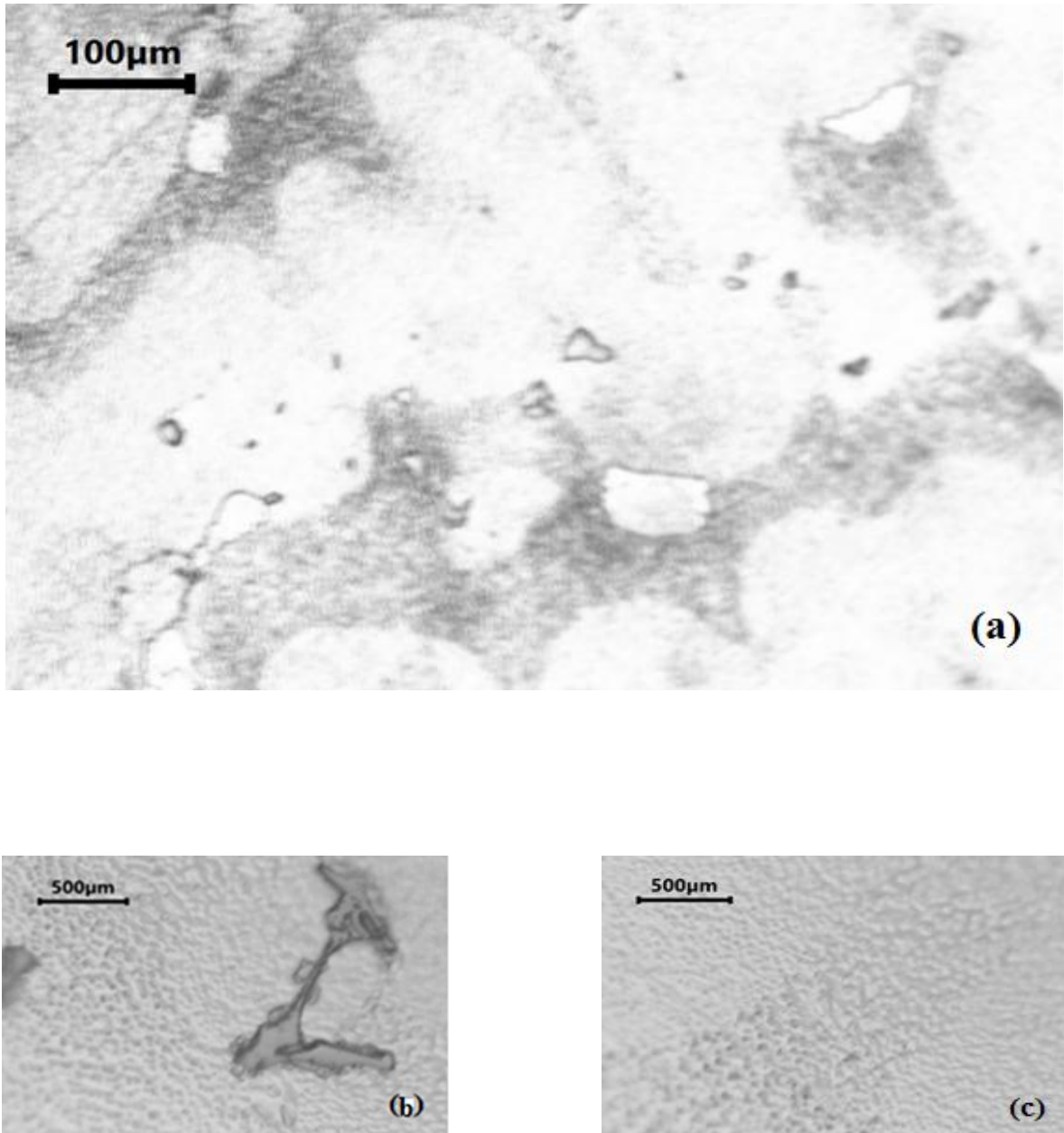


Figure 4.7: une micrographie de l'échantillon 4 après attaque.

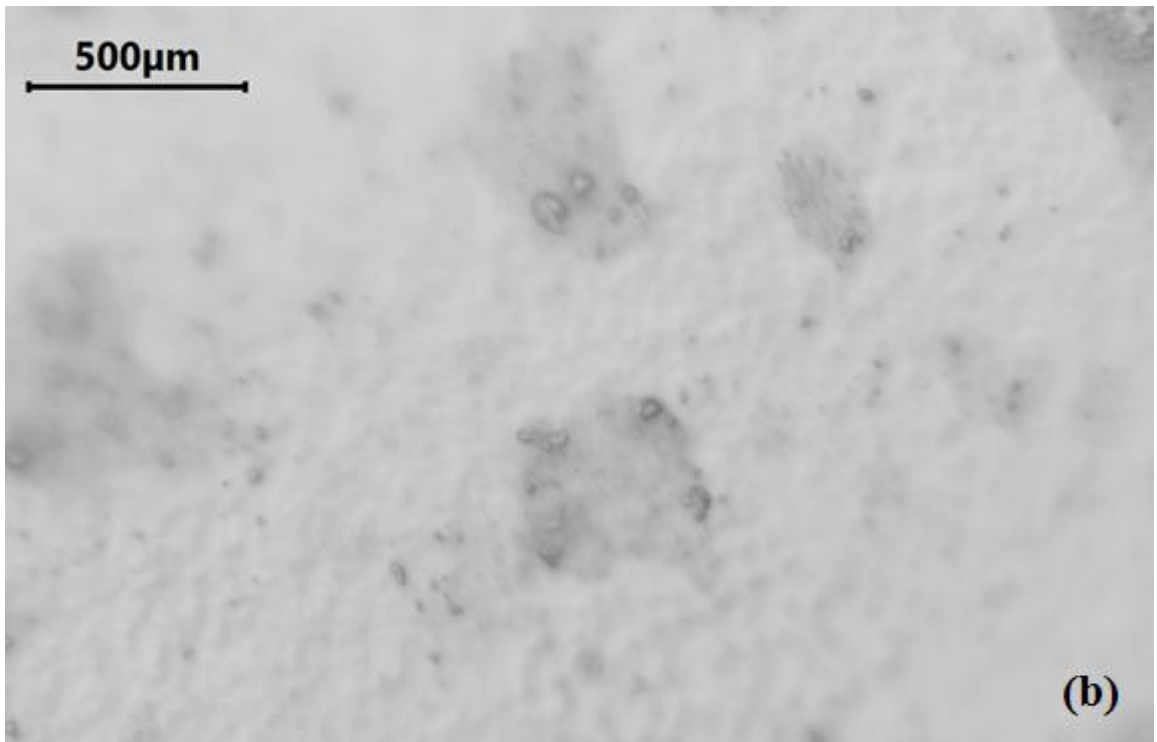
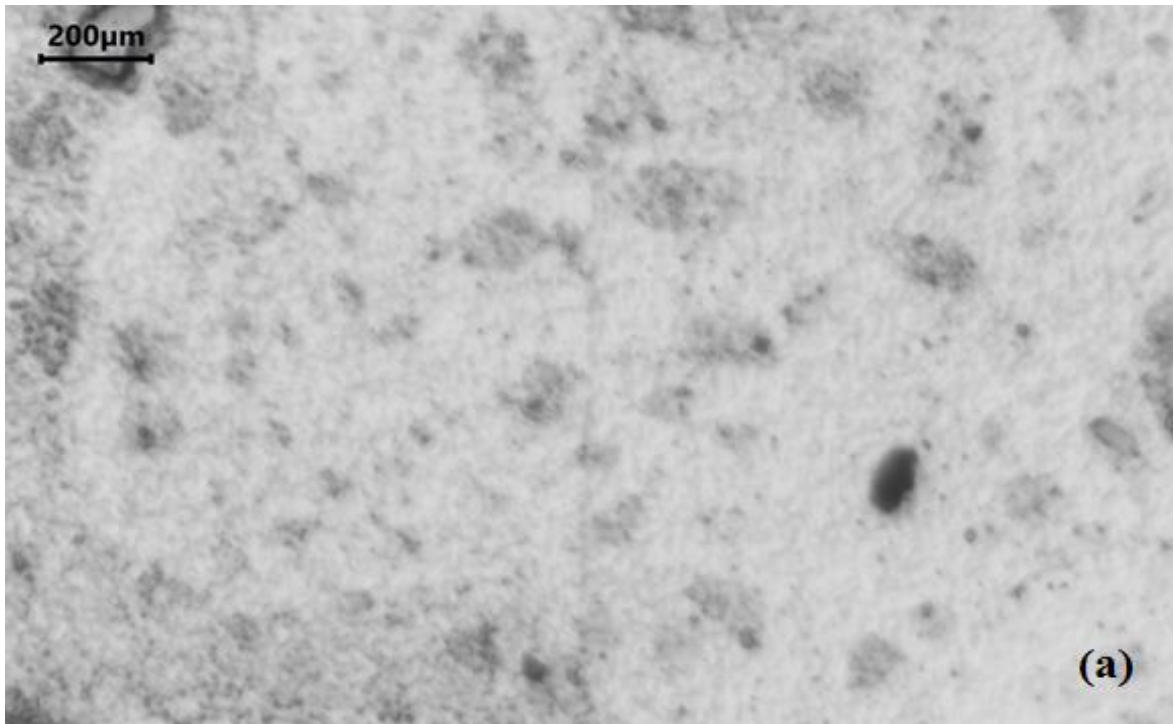


Figure 4.8: une micrographie de l'échantillon 4 avant attaque

Echantillon 5 :

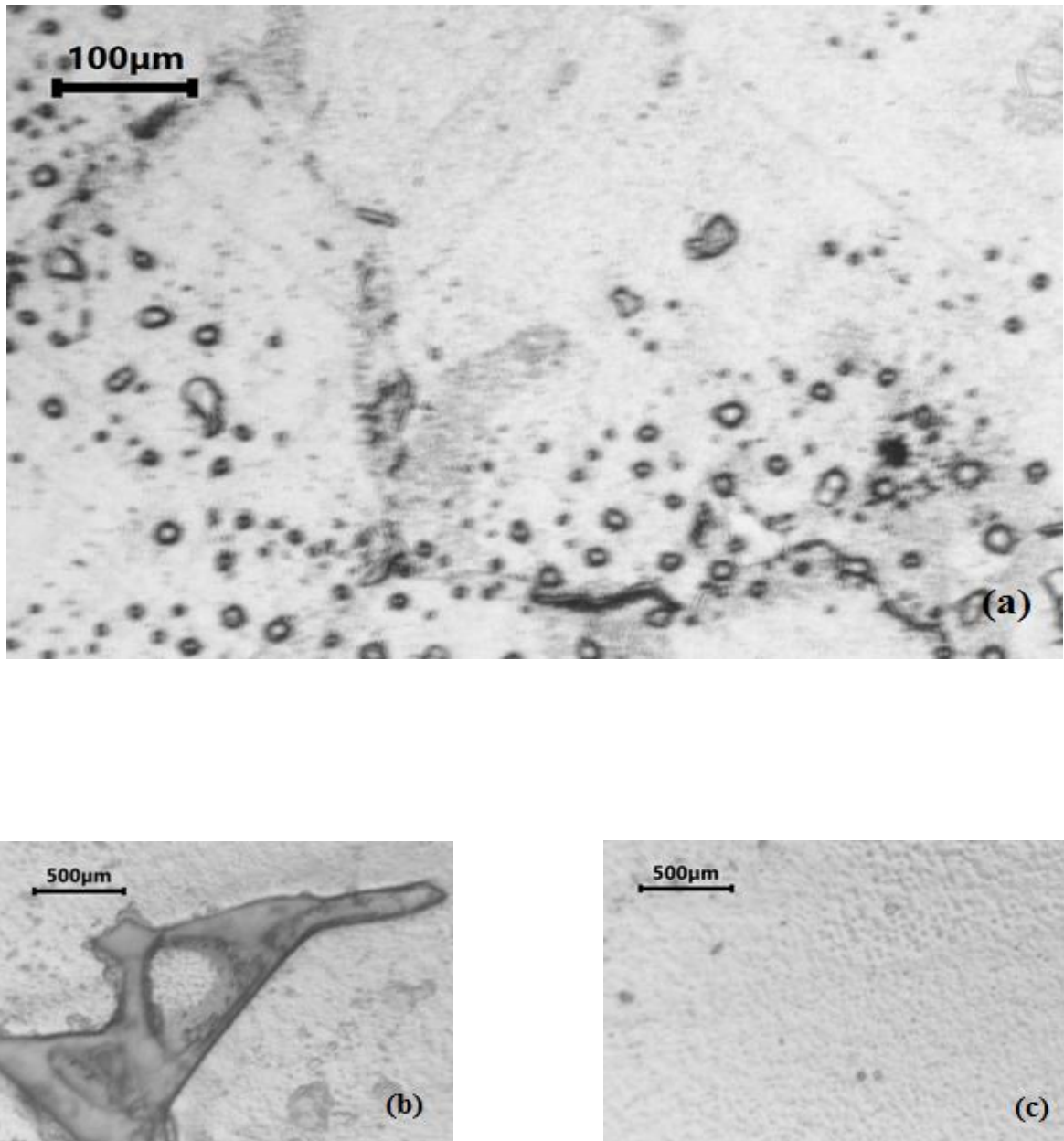


Figure 4.9 : une micrographie de l'échantillon 5 après attaque.

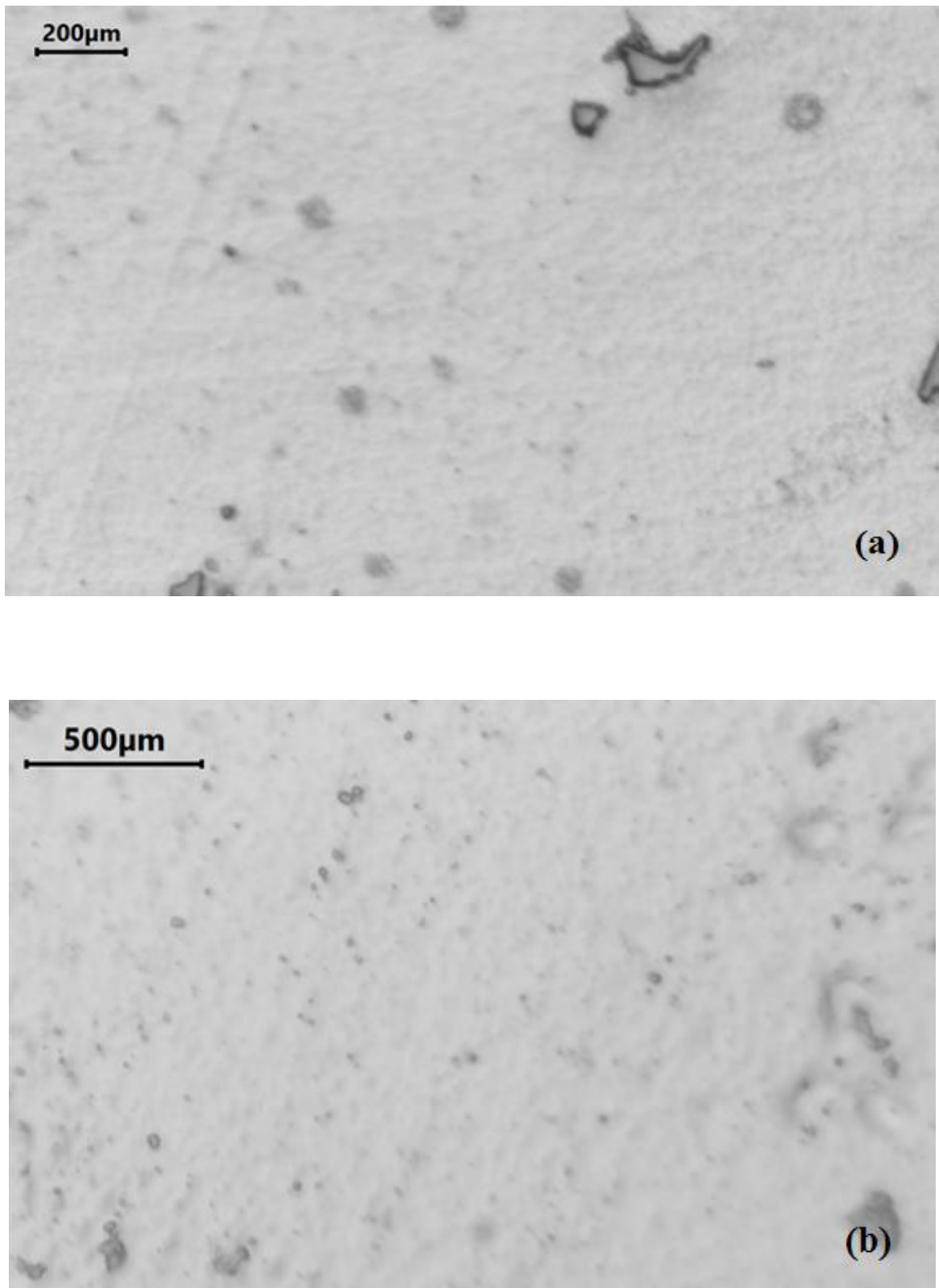


Figure 4.10 : une micrographie de l'échantillon 5 avant attaque.

Echantillon 6 :

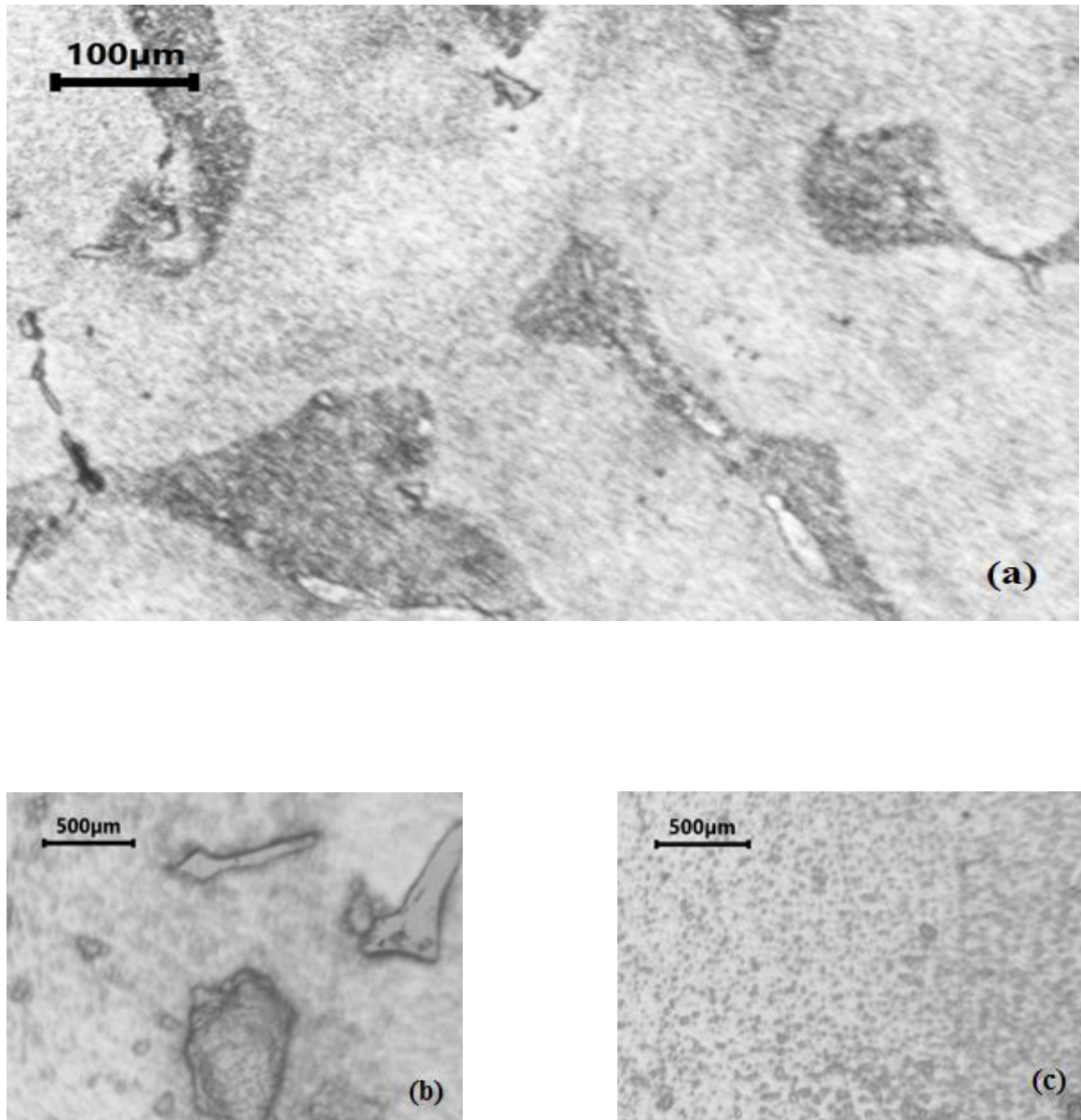


Figure 4.11: une micrographie de l'échantillon 6 après attaque.

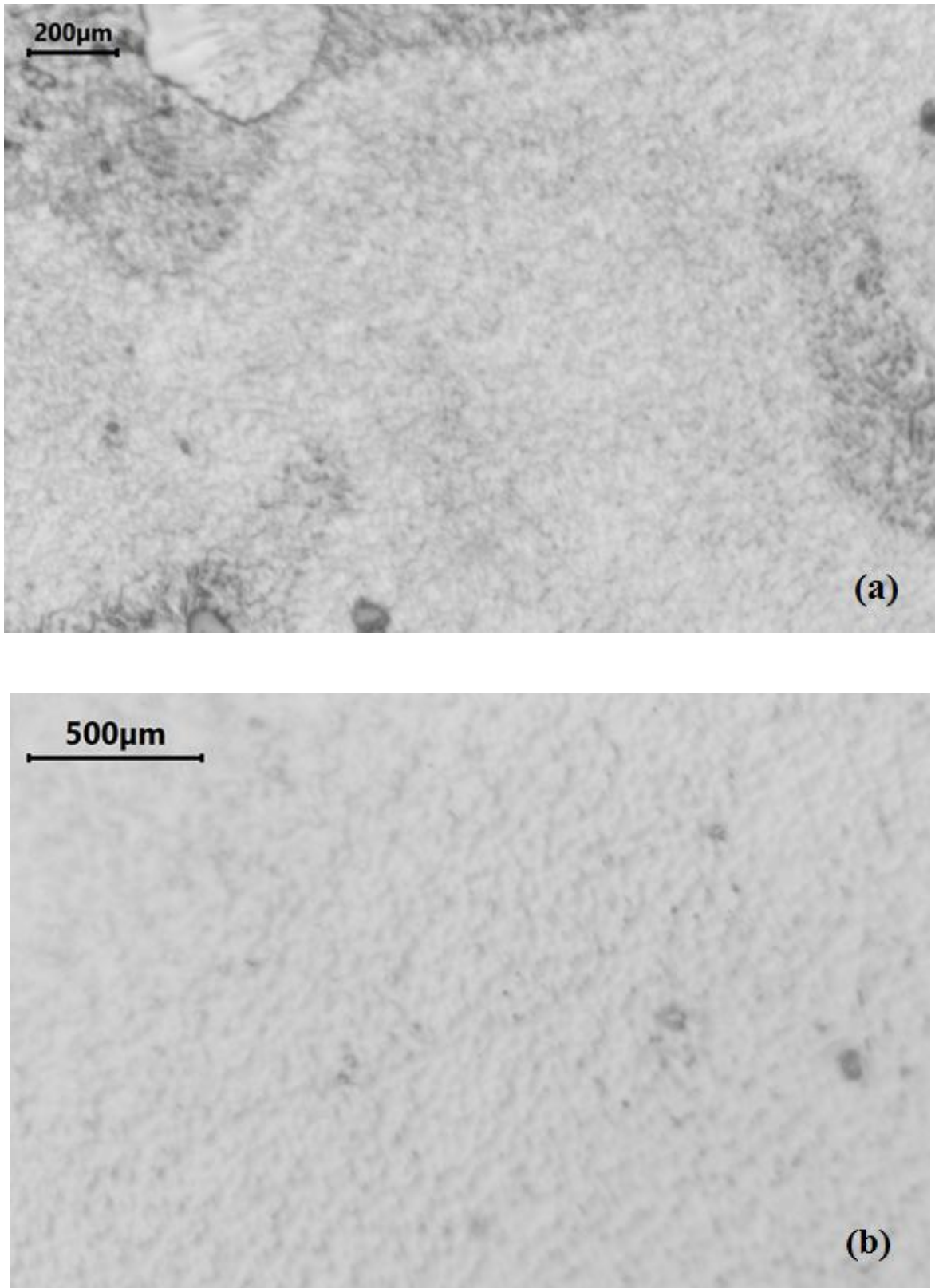


Figure 4.12 : une micrographie de l'échantillon 6 avant attaque.

Echantillon 7 :

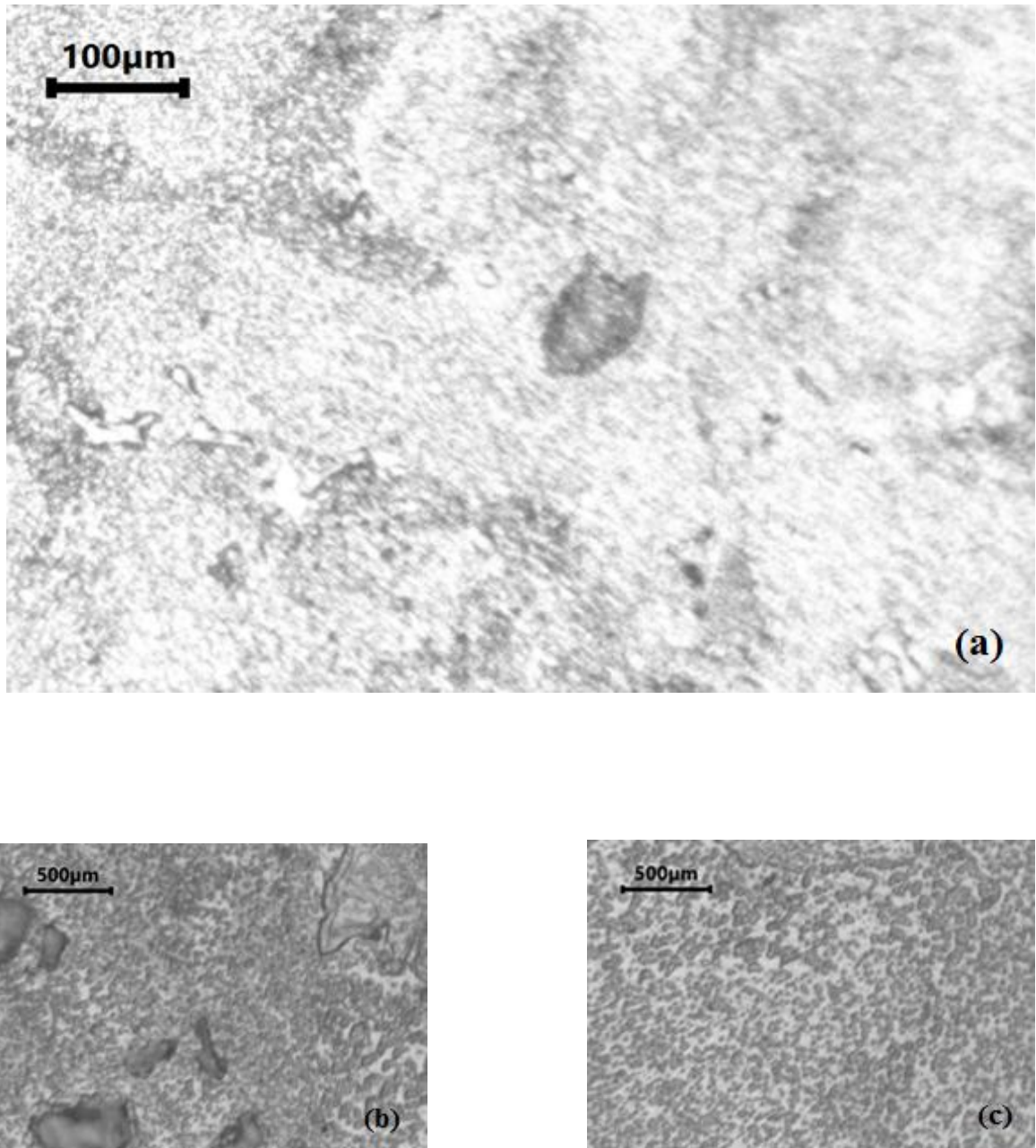


Figure 4.13: une micrographie de l'échantillon 7 après attaque.

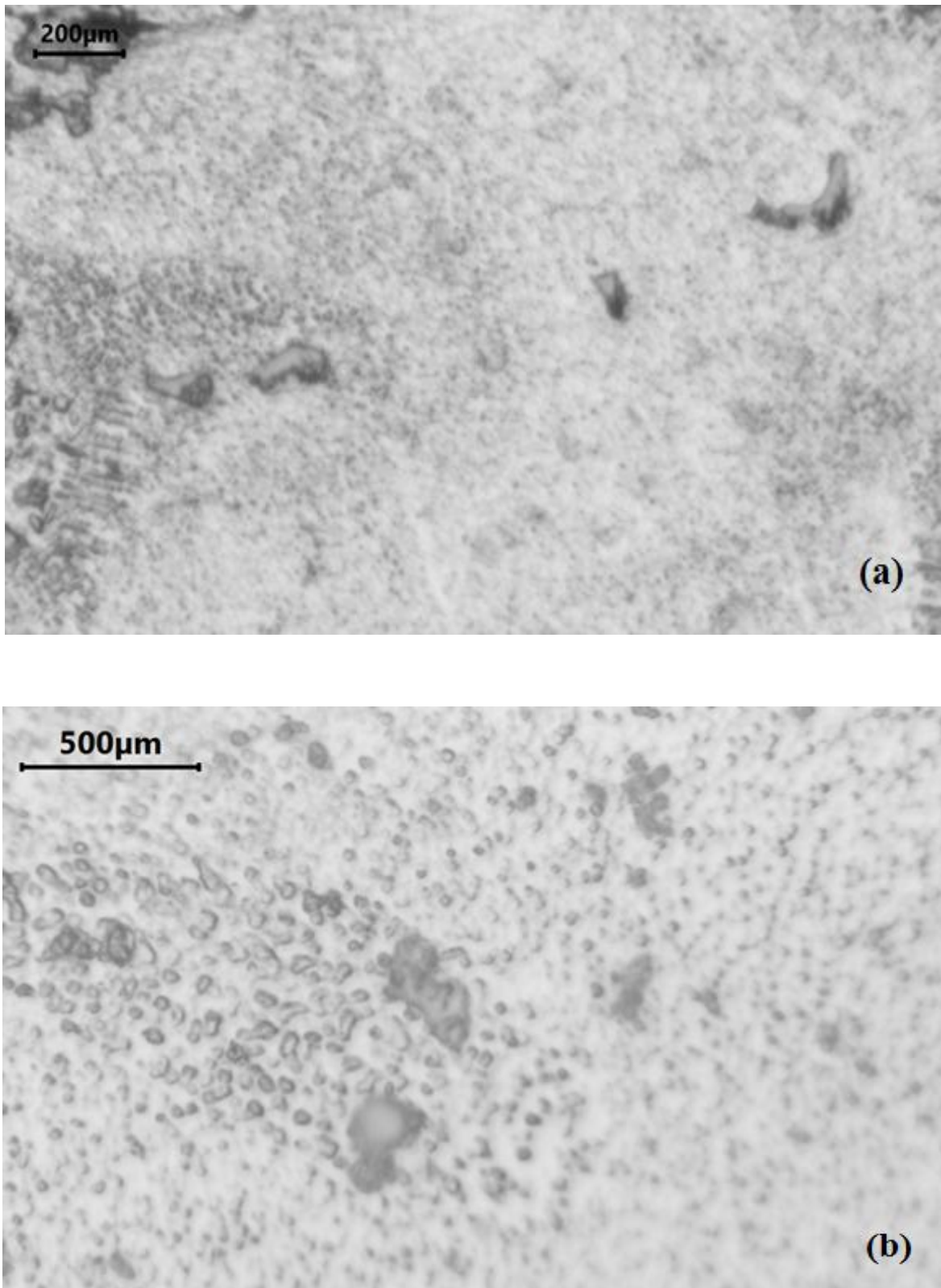


Figure 4.14 : une micrographe de l'échantillon 7 avant attaque.

Echantillon 8 :

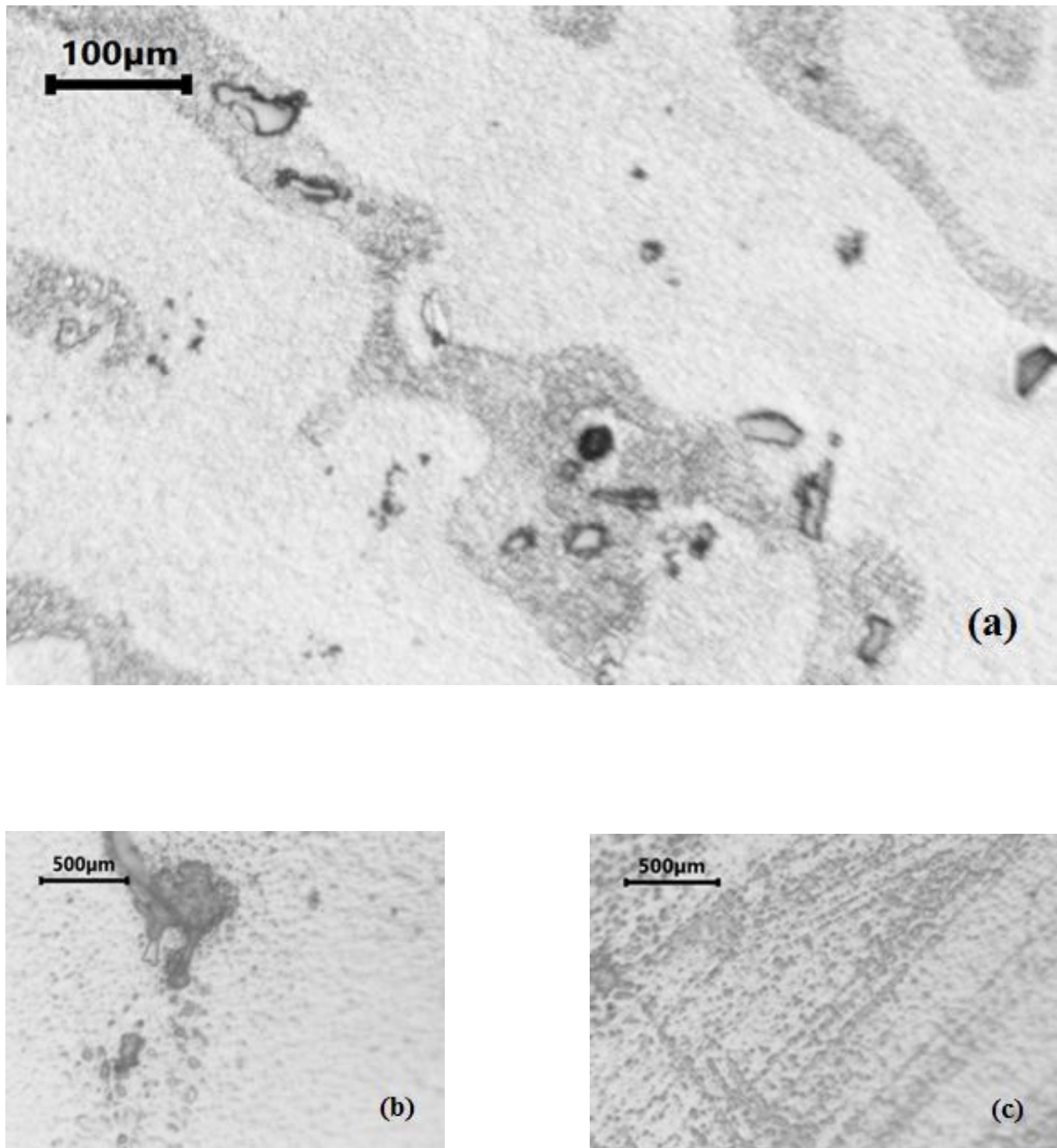


Figure 4.15 : une micrographie de l'échantillon 8 après attaque.

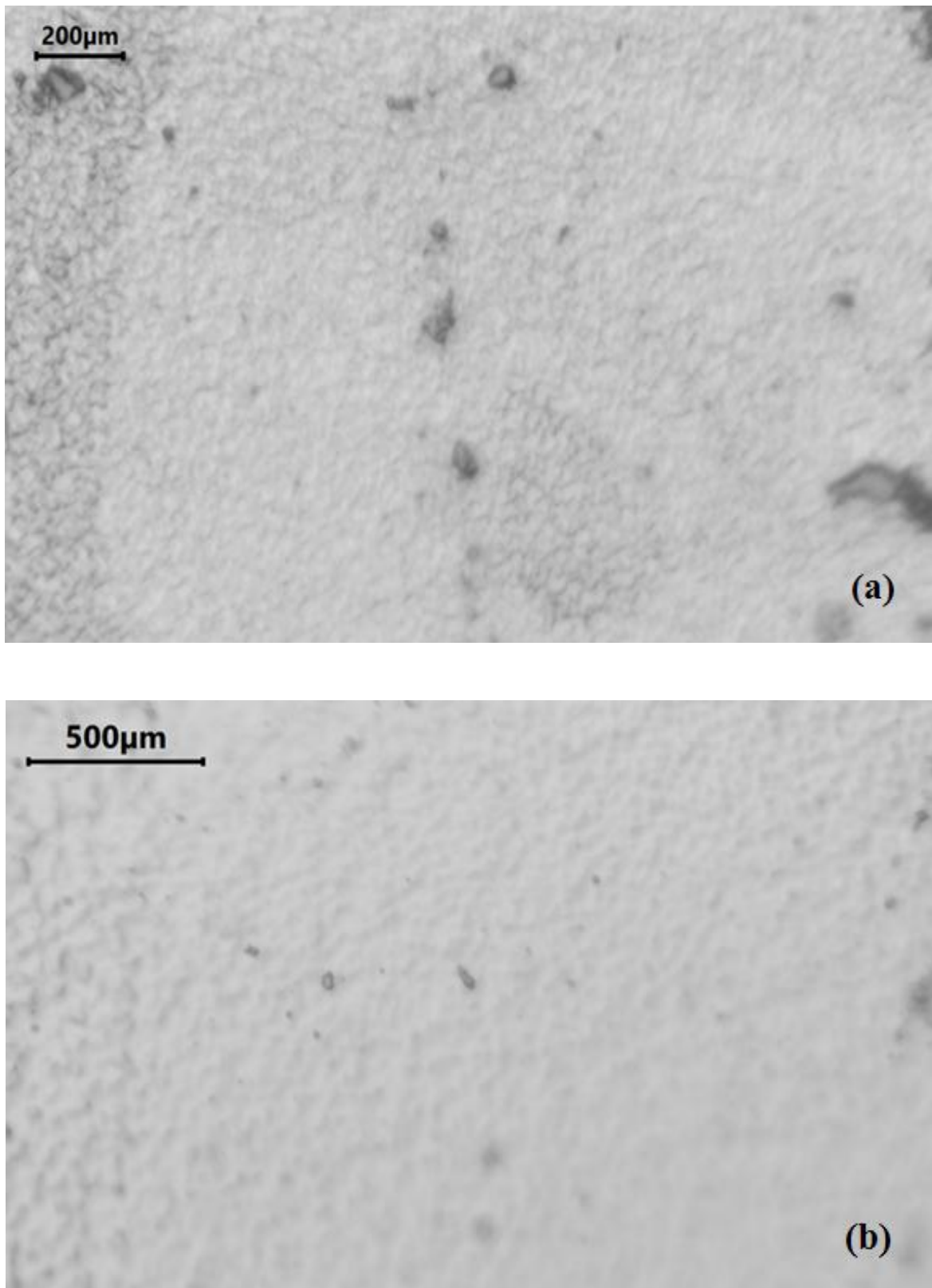


Figure 4.16 : une micrographie de l'échantillon 8 avant attaque

2. Analyse d'image :

On a utilisé le logiciel de traitement d'image j pour avoir des informations sur le pourcentage de particules.

La figure 4.17 présente la distribution de grandeurs des particules en fonction de leur pourcentage. Nous constatons que les tailles des particules ont la distribution continue dans l'intervalle considéré.

L'allure générale des distributions des grandeurs des particules sont semblables. En analysant ces distributions, certaines remarques peuvent être soulignées. La présence d'un pourcentage important des petites particules (aire $< 0,007 \mu\text{m}^2$) dont la forme est proche de la sphère. On note aussi la présence des particules de forme irrégulière mais avec un faible pourcentage. Cependant des différences évidentes dans la distribution des grandeurs des particules sont enregistrées.

Echantillons 01 :

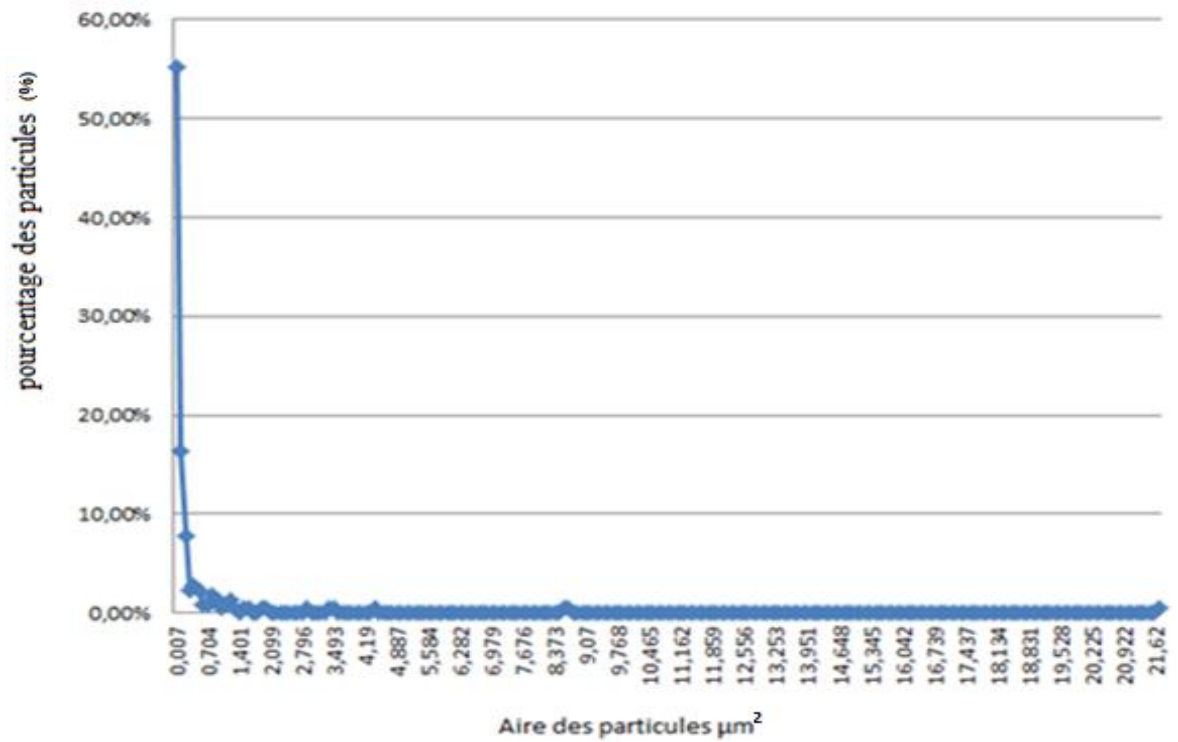
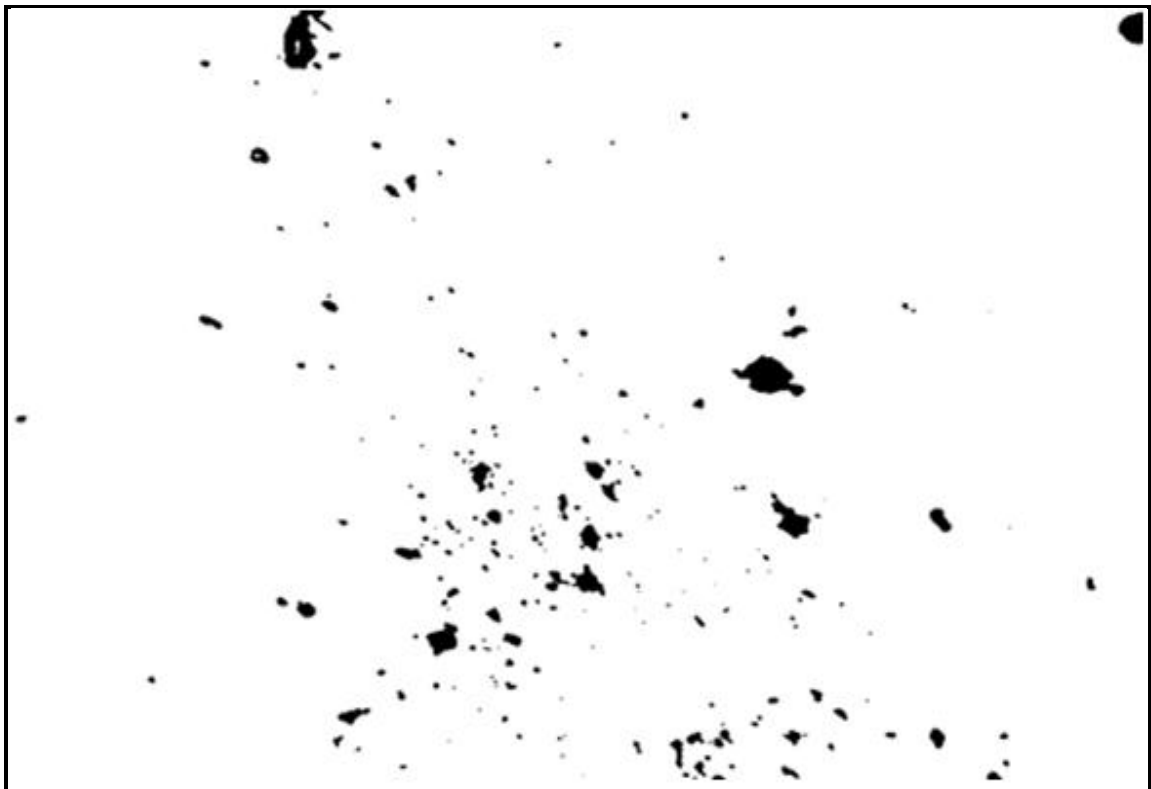


Figure 4.17: distribution des aires des particules Echantillons 01 .

Echantillons 02 :

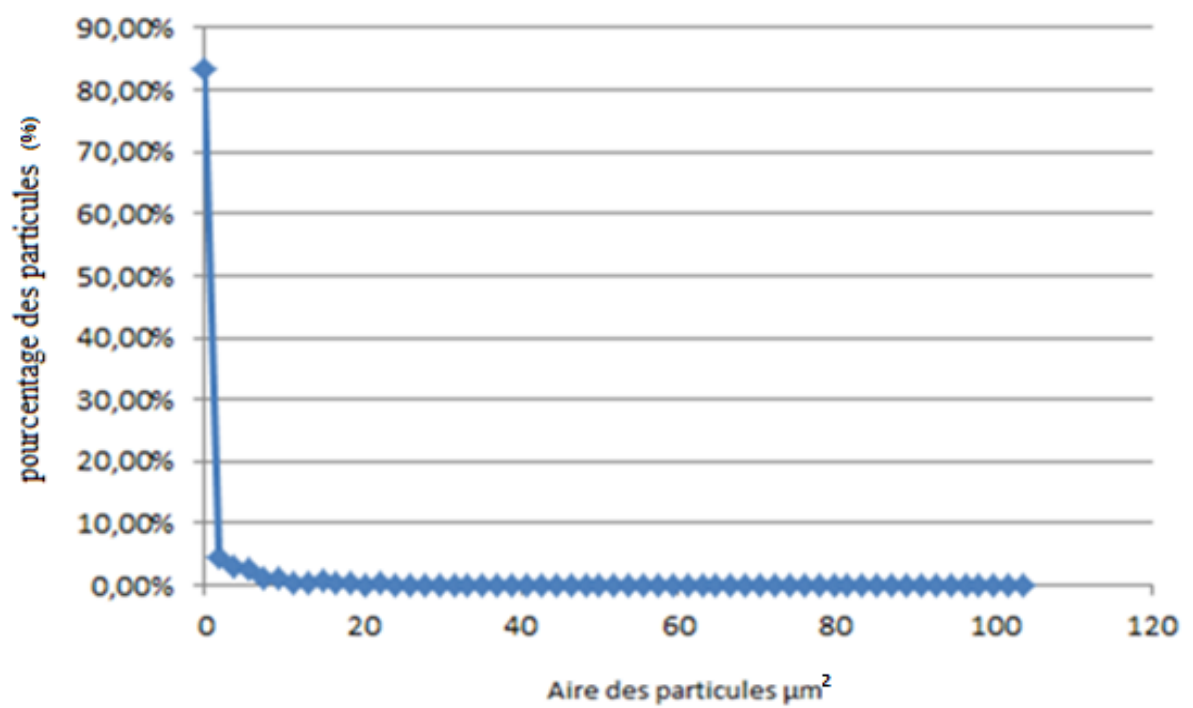
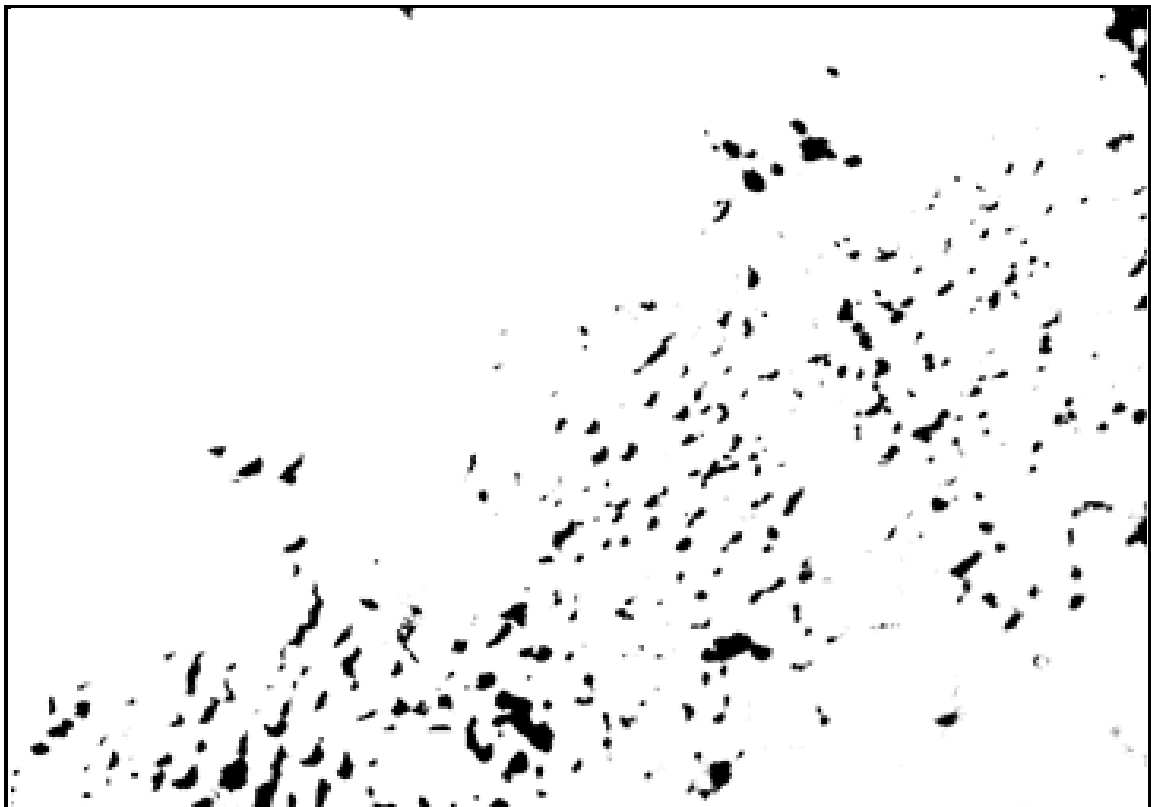


Figure 4.18 : distribution des aires des particules Echantillons 02.

Echantillons 03 :

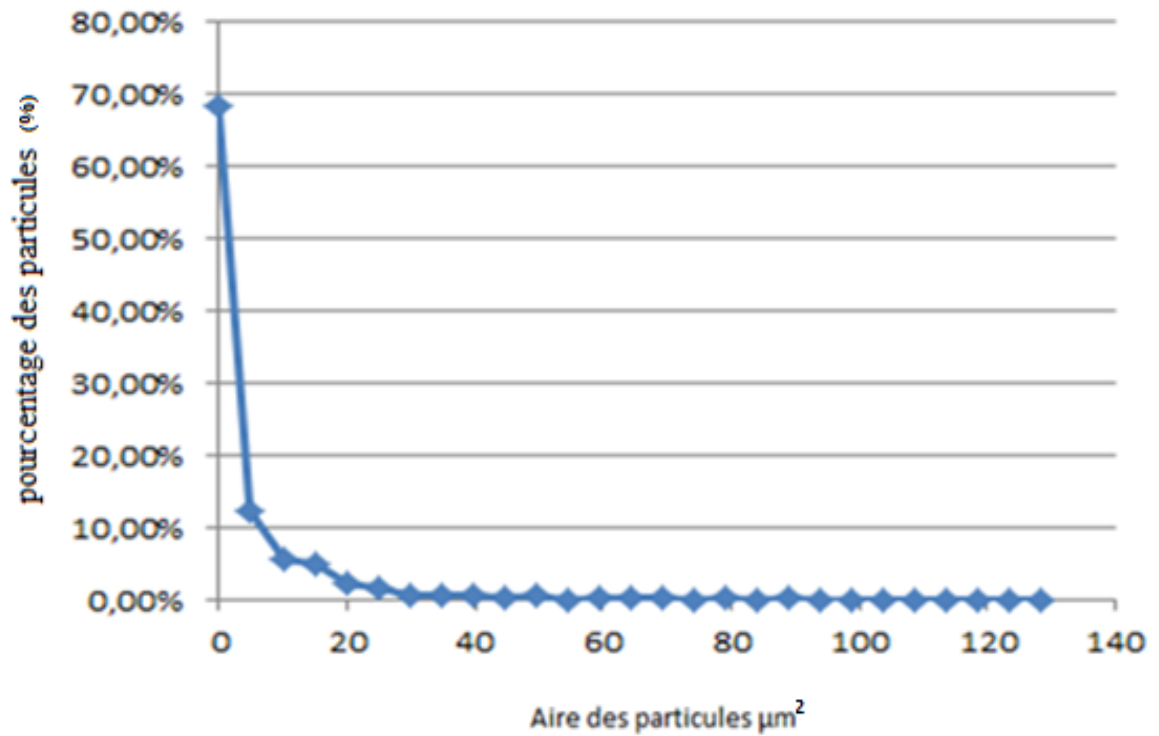
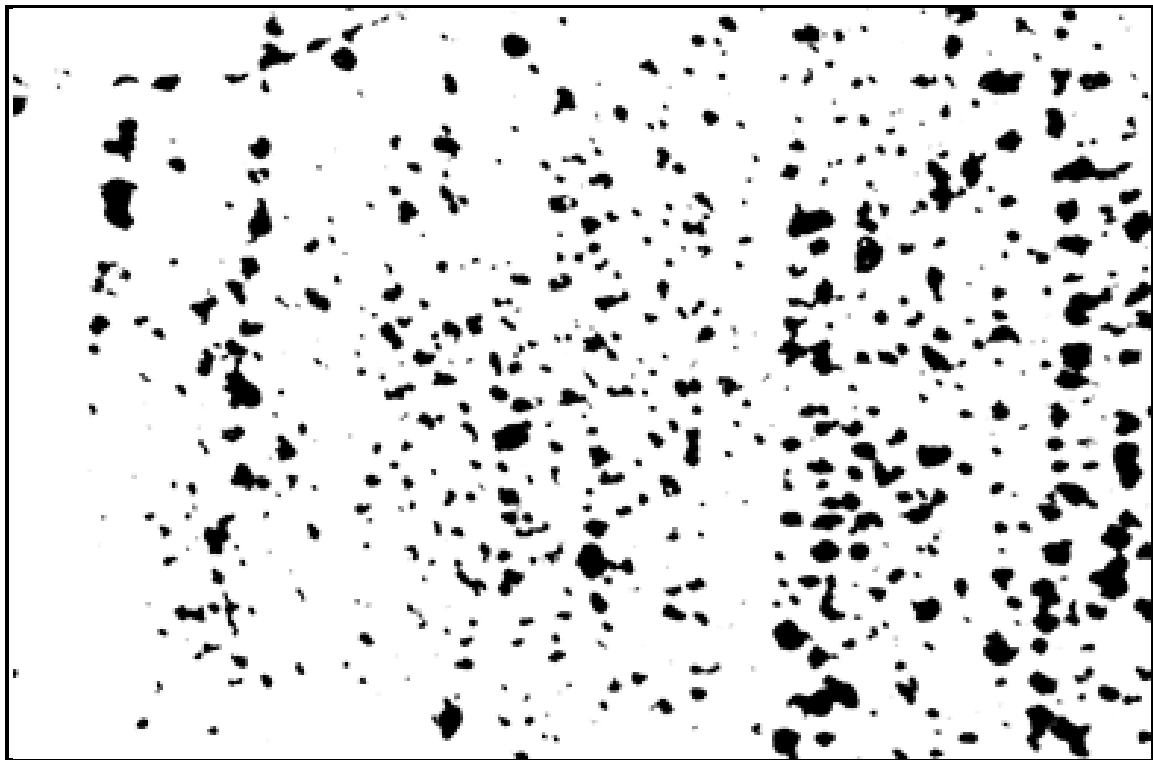


Figure 4.19 : distribution des aires des particules Echantillons 03.

Echantillons 04 :

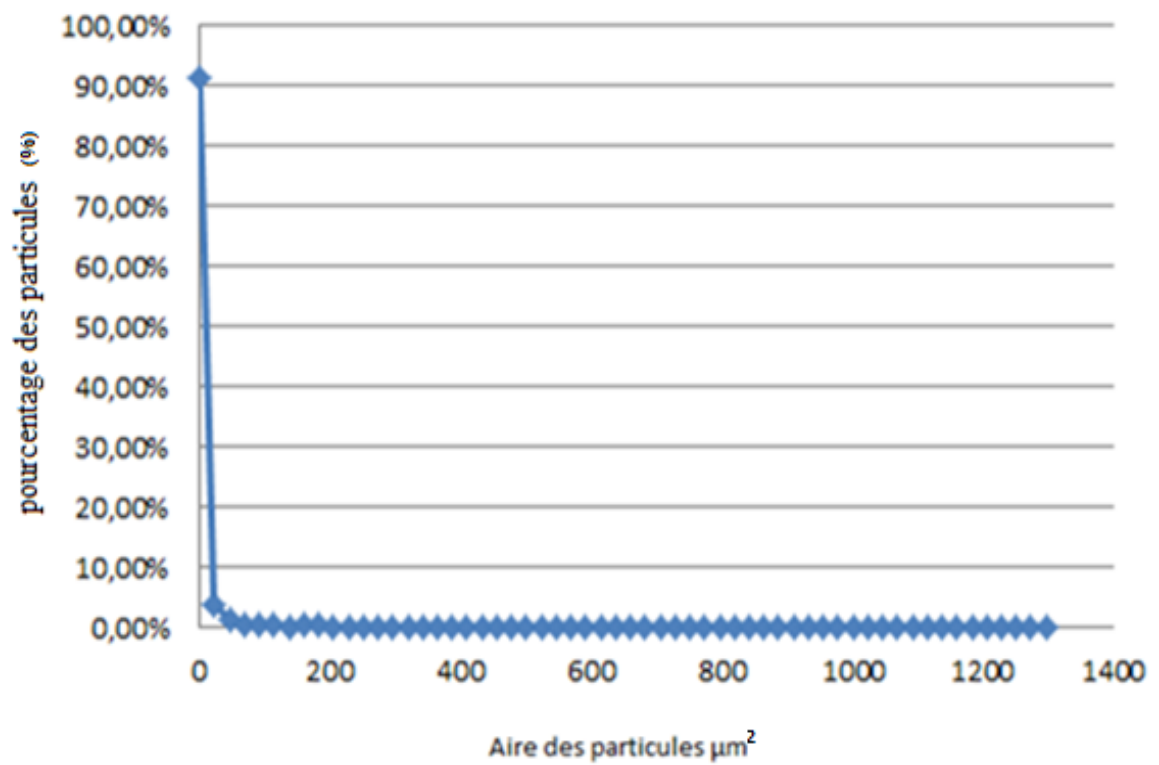
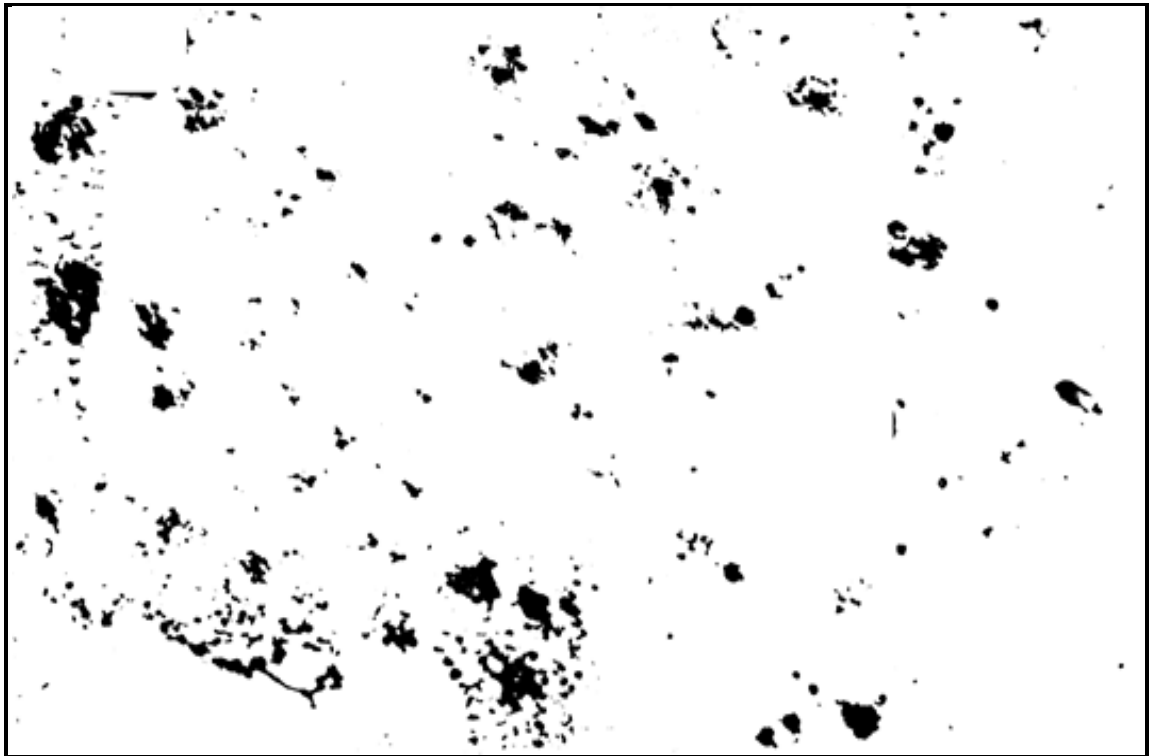


Figure 4.20 : distribution des aires des particules Echantillons 04.

Echantillons 05 :

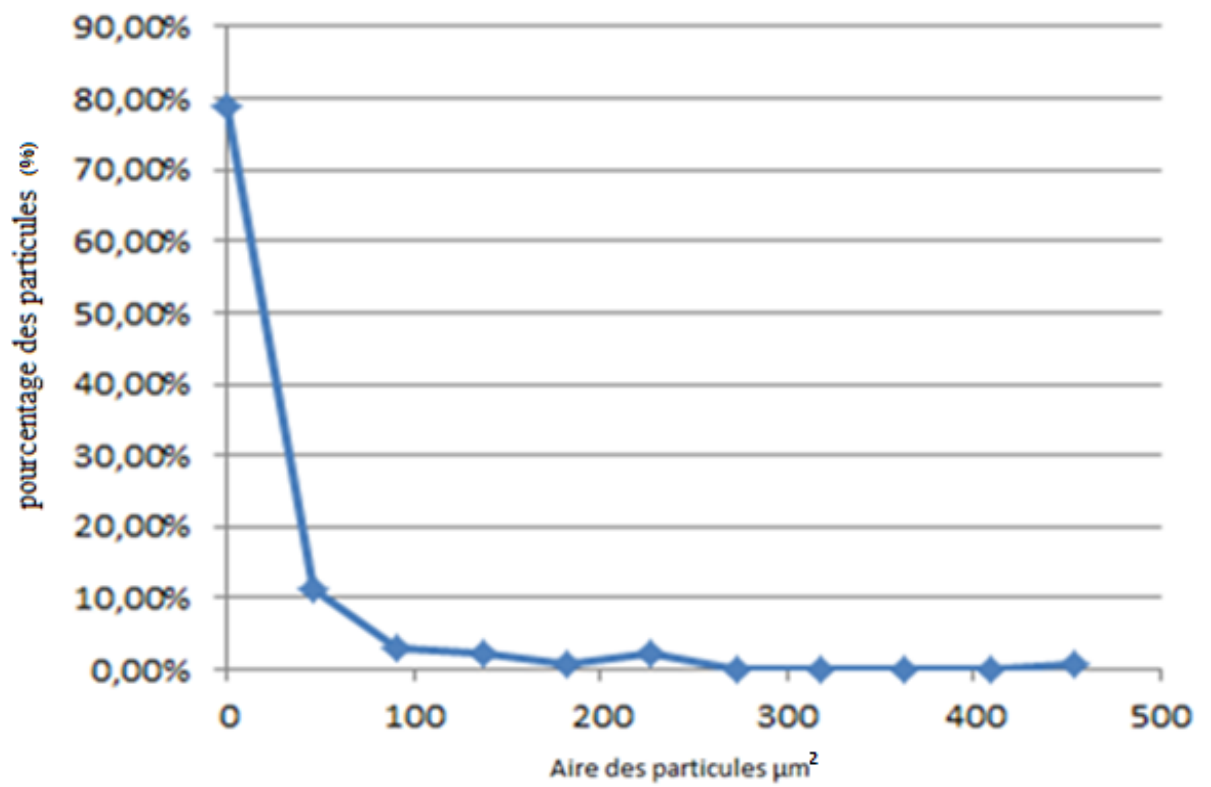


Figure 4.21 : distribution des aires des particules Echantillons 05.

Echantillons 06 :

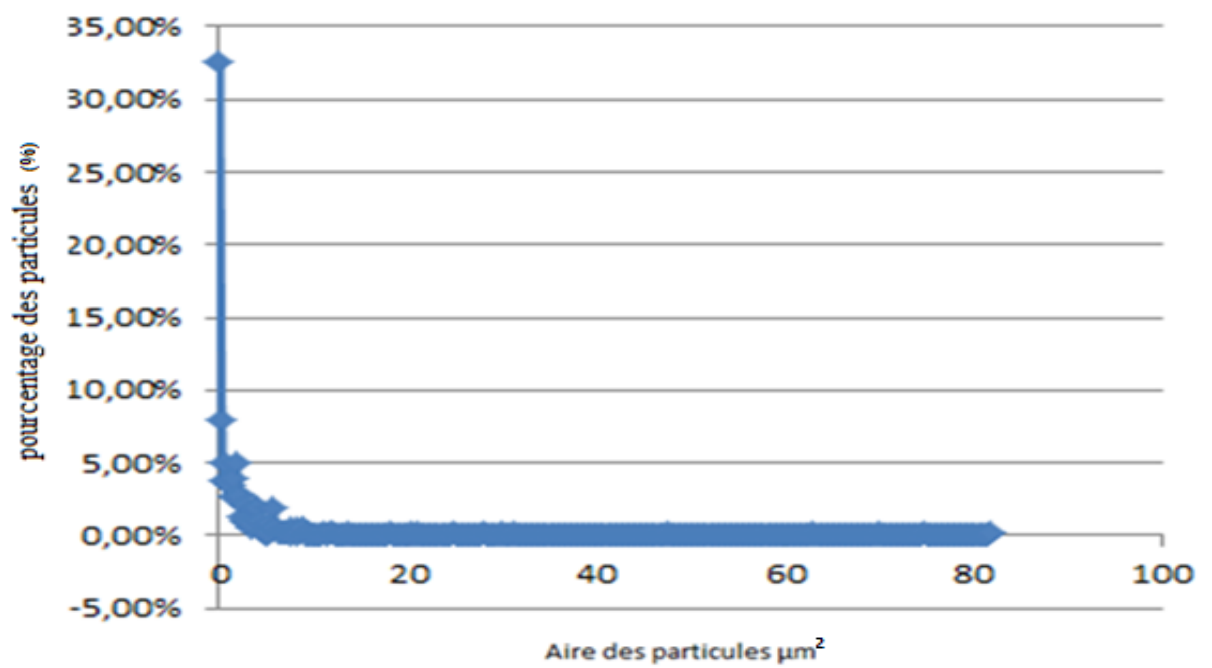
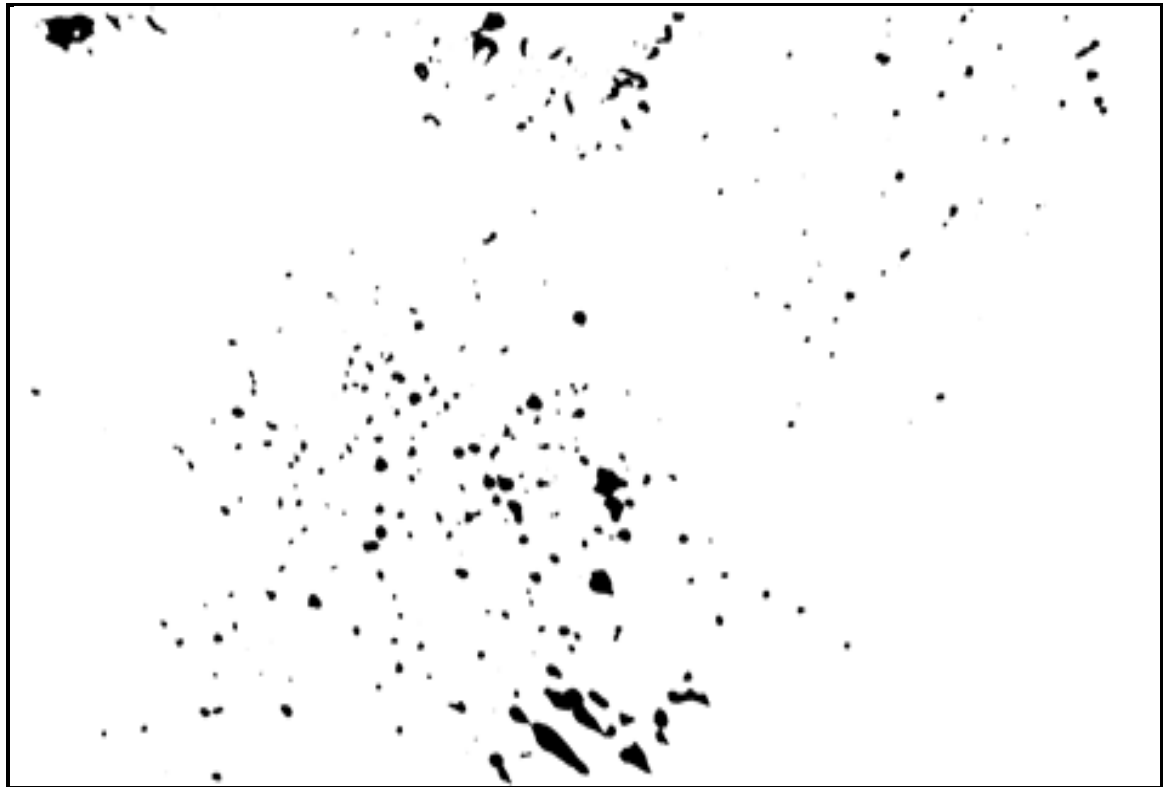


Figure 4.22 : distribution des aires des particules Echantillons 06.

Echantillons 07 :

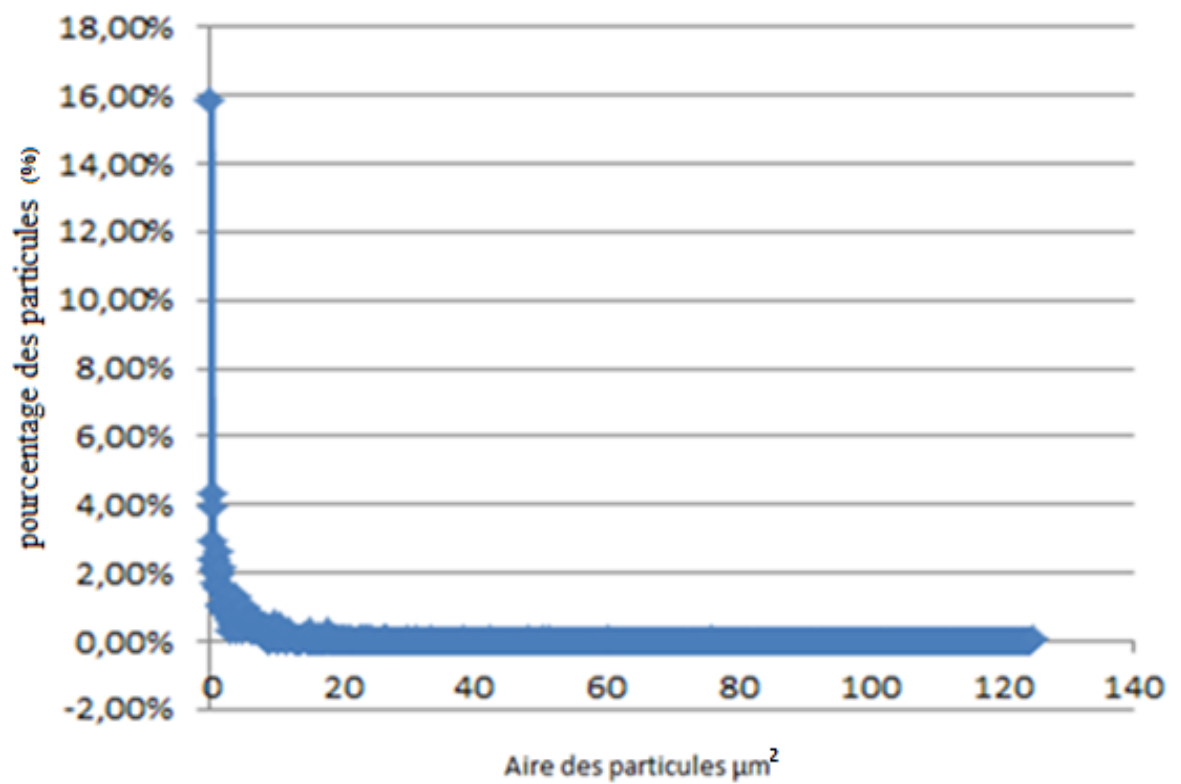
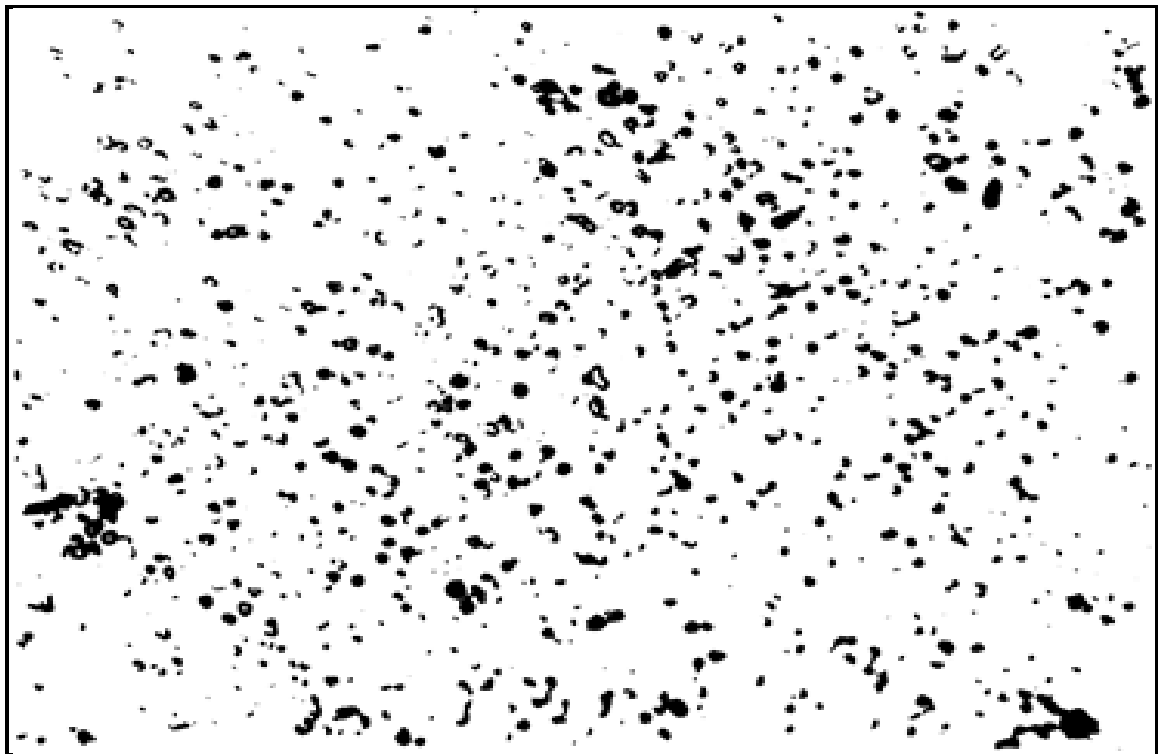


Figure 4.23 : distribution des aires des particules Echantillons 07 .

Echantillons 08 :

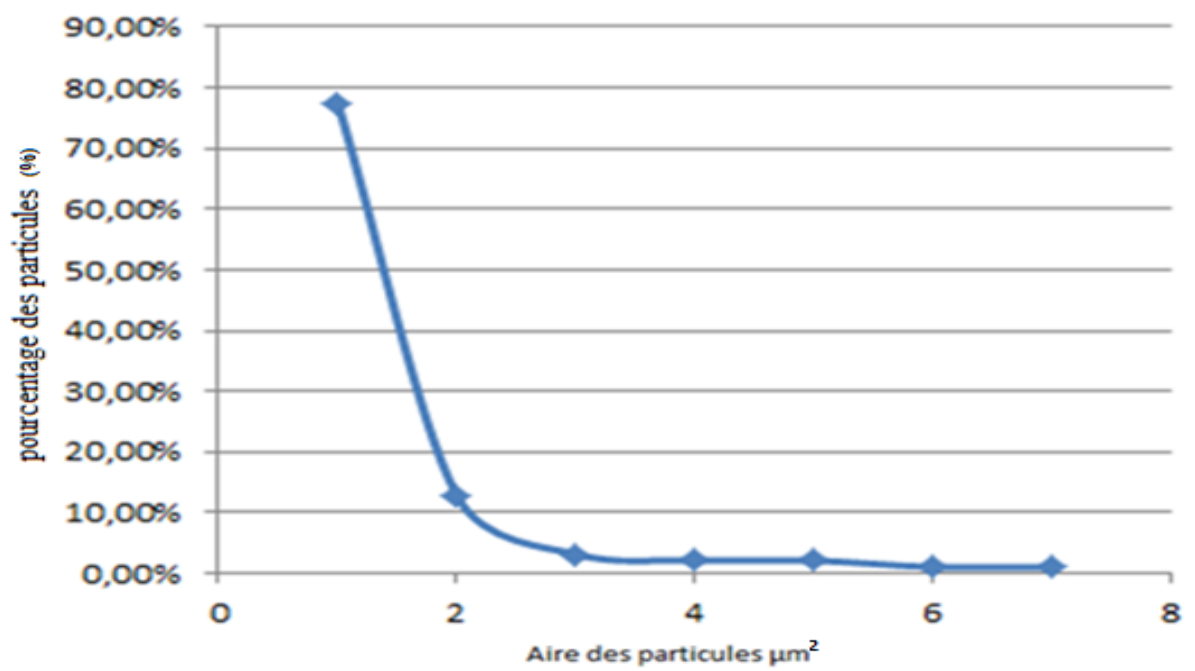
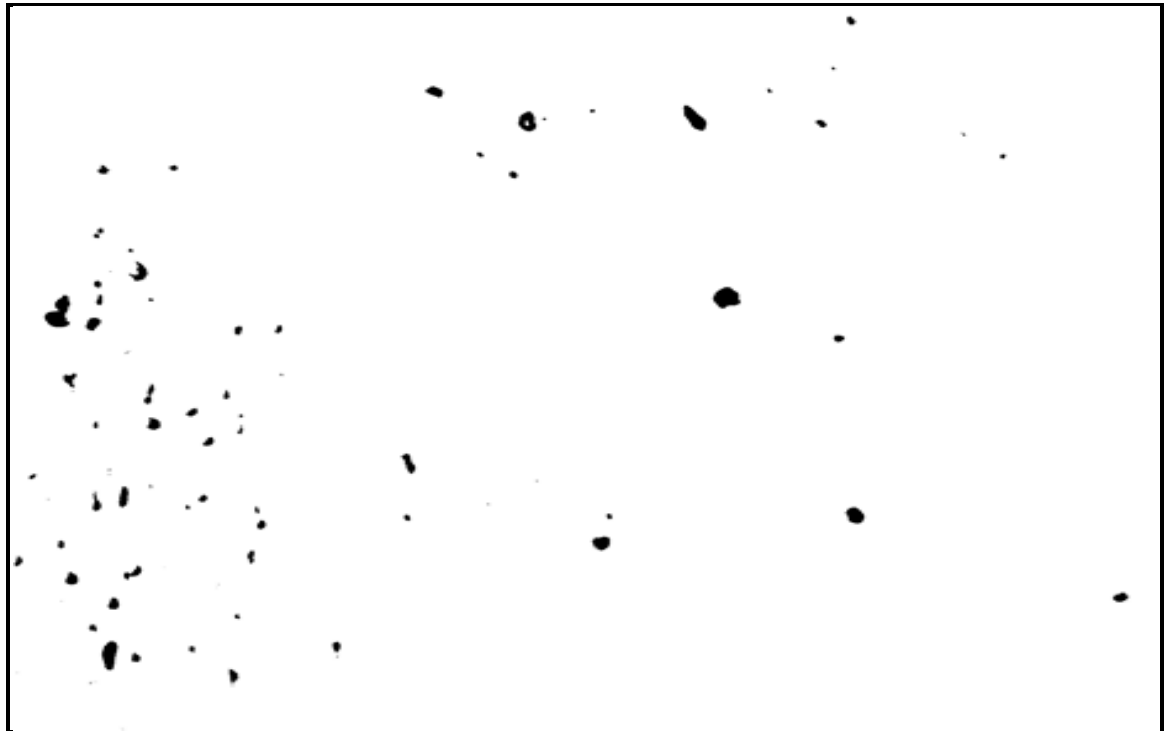


Figure 4.24 : distribution des aires des particules Echantillons 08.

3. Les résultats de la microdurté obtenus :

Echantillons 01 : Hv0.3=moy418.4 (brut).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	394 Hv 0.3	0	37.4	38.1
Point B	385 Hv 0.3	0.5	37.9	38.2
Point C	415 Hv 0.3	1	36.5	36.7
Point D	467 Hv 0.3	1.5	35.5	35.6
Point E	431 Hv 0.3	2	36.0	35.3

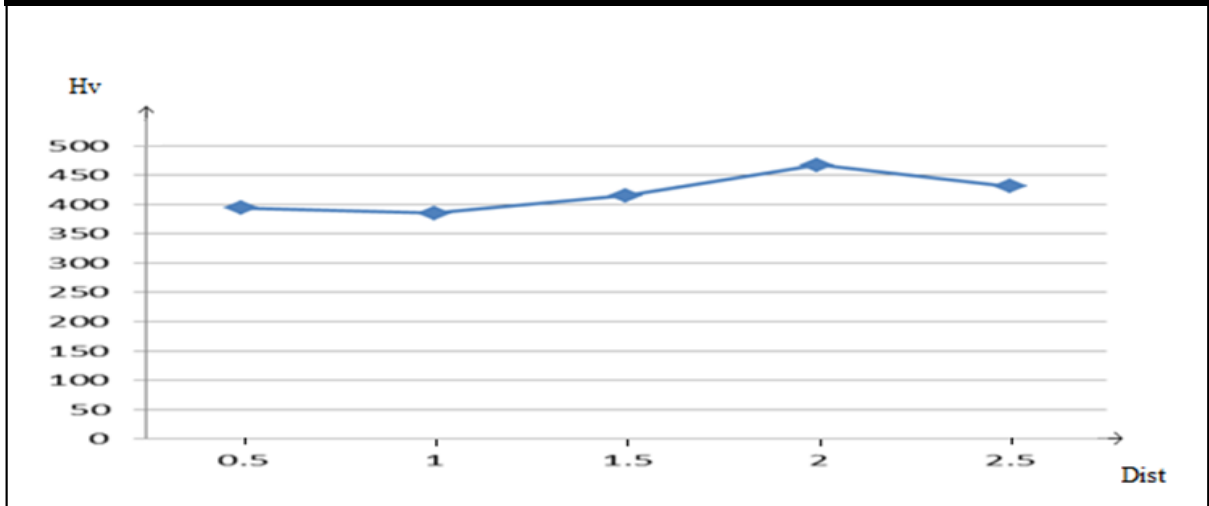


Figure 4.25: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 1

Echantillons 02 : Hv0.3=moy389 (1120°C/2h à l'air + 1055°C/1h à l'eau).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	361 Hv 0.3	0	38.5	40.0
Point B	389 Hv 0.3	0.5	37.3	38.3
Point C	393 Hv 0.3	1	37.1	38.2
Point D	389 Hv 0.3	1.5	37.7	37.9
Point E	413 Hv 0.3	2	36.3	37.1

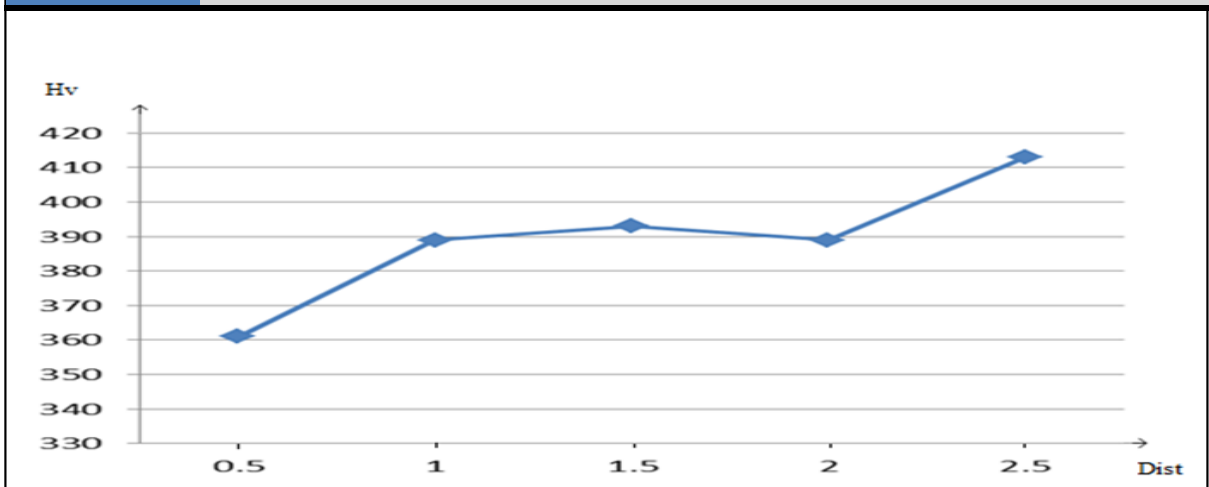


Figure 4.18: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 2.

Echantillons 03 : Hv0.3=moy422.4 (1120°C/2h à l'air + 1055°C/2h à l'eau).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	432 Hv 0.3	0	34.9	36.9
Point B	433 Hv 0.3	0.5	35.7	36.0
Point C	413 Hv 0.3	1	36.8	36.7
Point D	396 Hv 0.3	1.5	36.8	38.2
Point E	438 Hv 0.3	2	35.2	36.0

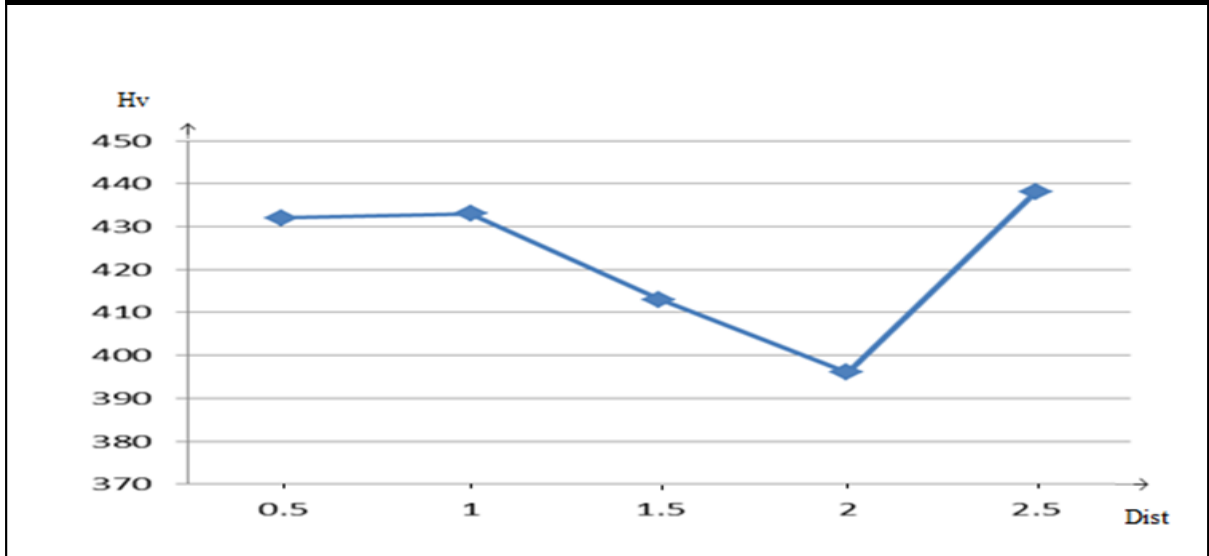


Figure 4.26: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 3

Echantillons 04 : Hv0.3=moy421 (1120°C/2h à l'air + 1055°C/3h à l'eau).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	420 Hv 0.3	0	35.9	36.9
Point B	425 Hv 0.3	0.5	36.2	36.2
Point C	413 Hv 0.3	1	36.8	36.7
Point D	436 Hv 0.3	1.5	36.5	34.9
Point E	413 Hv 0.3	2	36.5	36.9

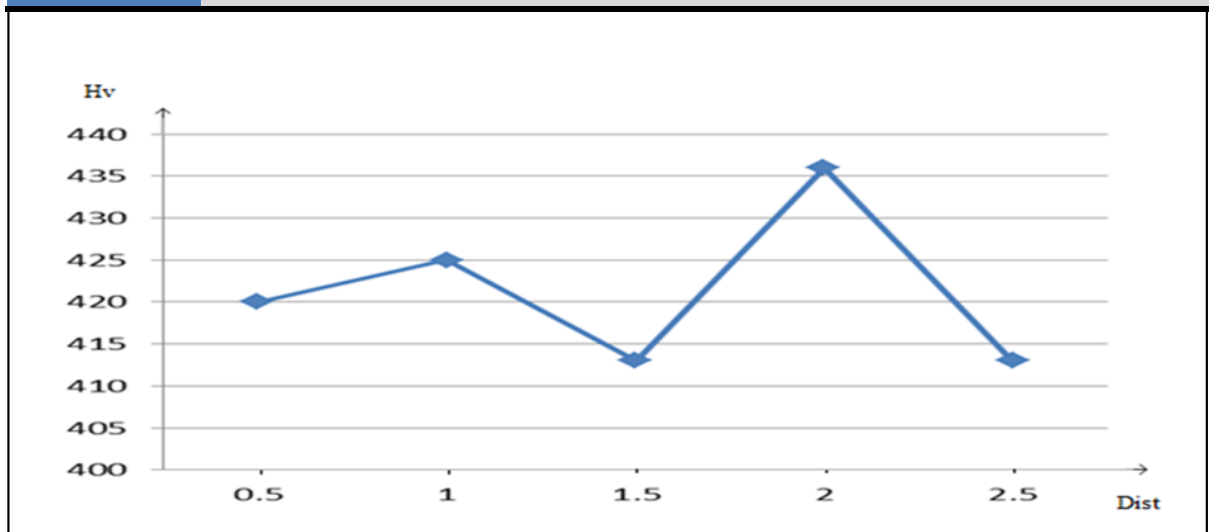


Figure 4.27: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 4

Echantillons 05 : Hv0.3=moy380.4 (1055°C/4h à l'eau).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	360 Hv 0.3	0	38.8	39.8
Point B	354 Hv 0.3	0.5	39.3	40.0
Point C	419 Hv 0.3	1	35.6	37.8
Point D	377 Hv 0.3	1.5	38.2	38.6
Point E	392 Hv 0.3	2	36.8	38.6

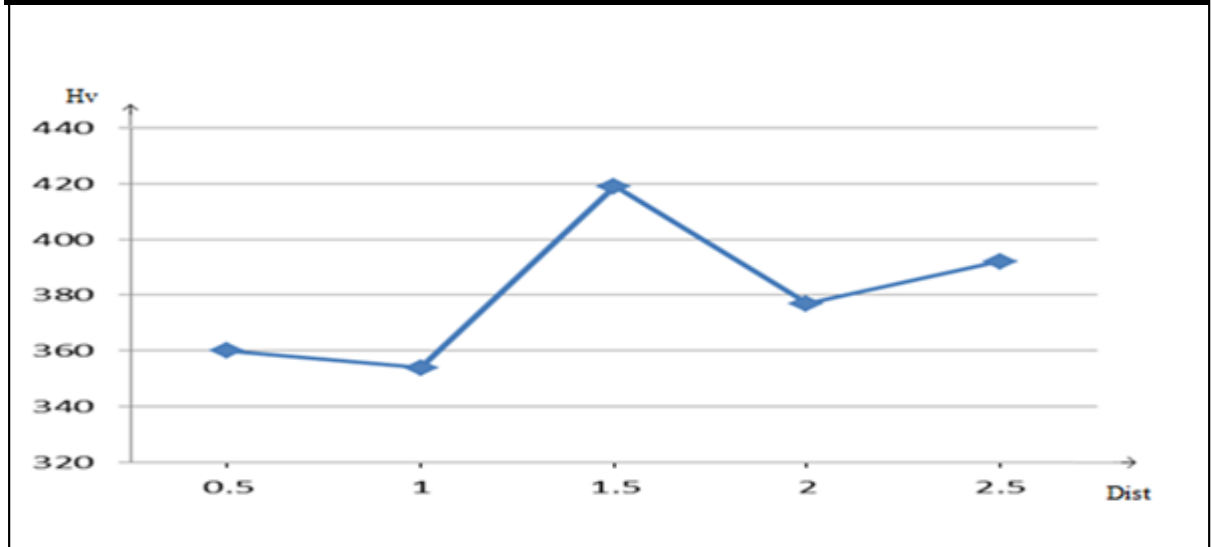


Figure 4.28: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 5

Echantillons 06 : Hv0.3=moy377.4 (1120°C/2h à l'air + 1055°C/4h à l'eau).

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	381 Hv 0.3	0	38.1	38.4
Point B	385 Hv 0.3	0.5	38.1	38.0
Point C	372 Hv 0.3	1	38.3	39.0
Point D	381 Hv 0.3	1.5	36.8	39.7
Point E	368 Hv 0.3	2	38.5	39.3

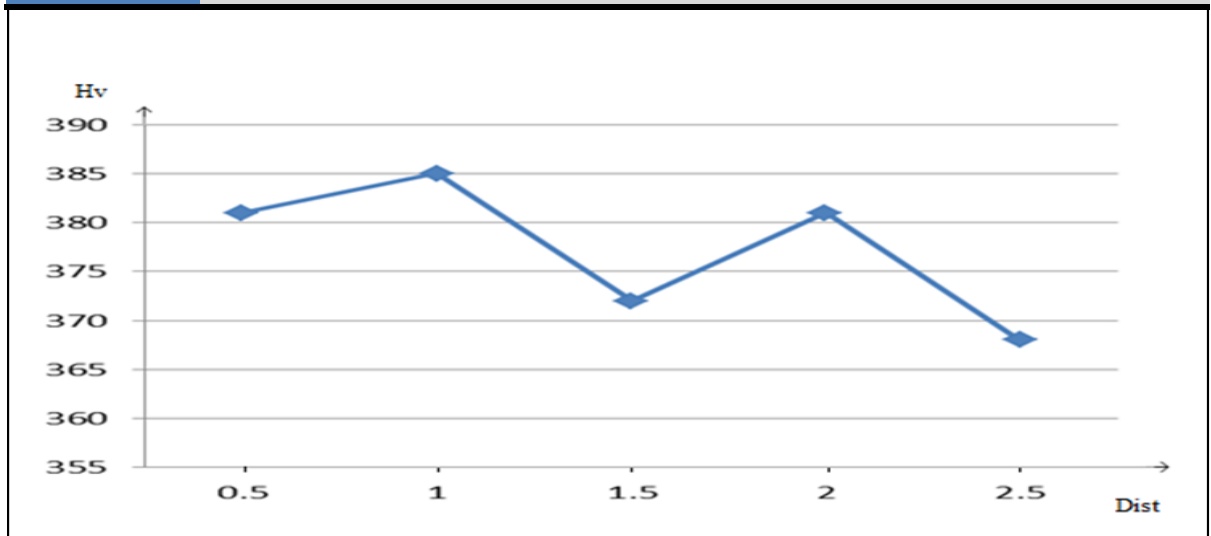


Figure 4.29: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 6

Echantillons 07 : Hv0.3=moy443.2 (1120°C/2h à l'air)

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	436 Hv 0.3	0	35.9	35.6
Point B	389 Hv 0.3	0.5	38.7	36.9
Point C	476 Hv 0.3	1	33.3	35.1
Point D	430 Hv 0.3	1.5	36.3	35.6
Point E	485 Hv 0.3	2	33.7	34.1

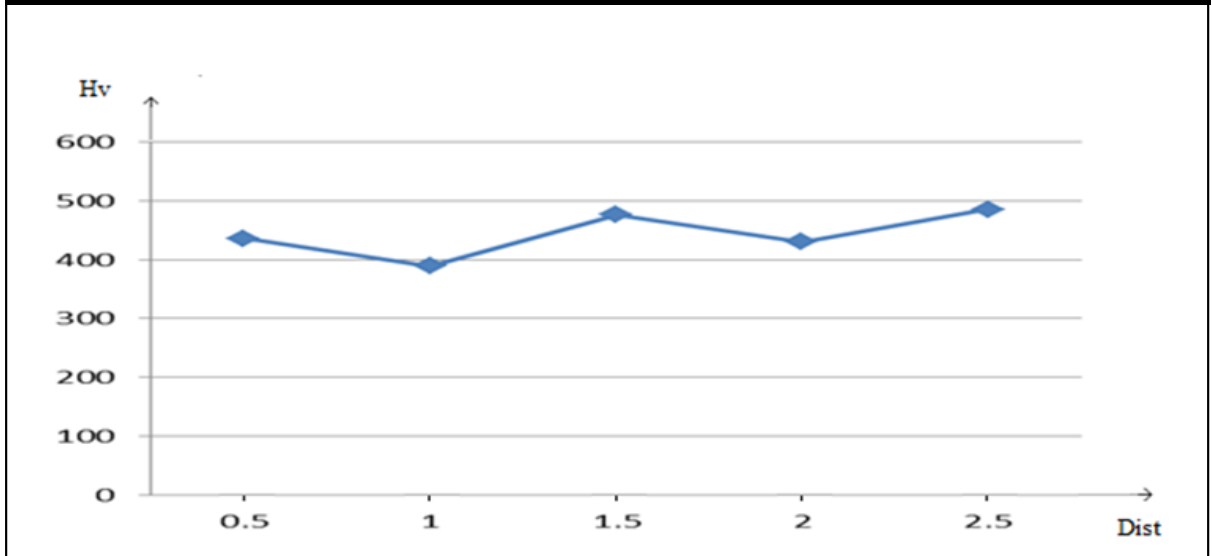


Figure 4.30: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 7

Echantillons 08 : Hv0.3=moy396.4 (1120°C/2h à l'air + 1055°C/5h à l'eau)

Ville	Hardness	Distance(mm)	d 1	d 2
Point A	428 Hv 0.3	0	34.8	37.3
Point B	392 Hv 0.3	0.5	37.4	38.0
Point C	394 Hv 0.3	1	37.4	37.7
Point D	362 Hv 0.3	1.5	39.2	39.3
Point E	406 Hv 0.3	2	37.2	36.9

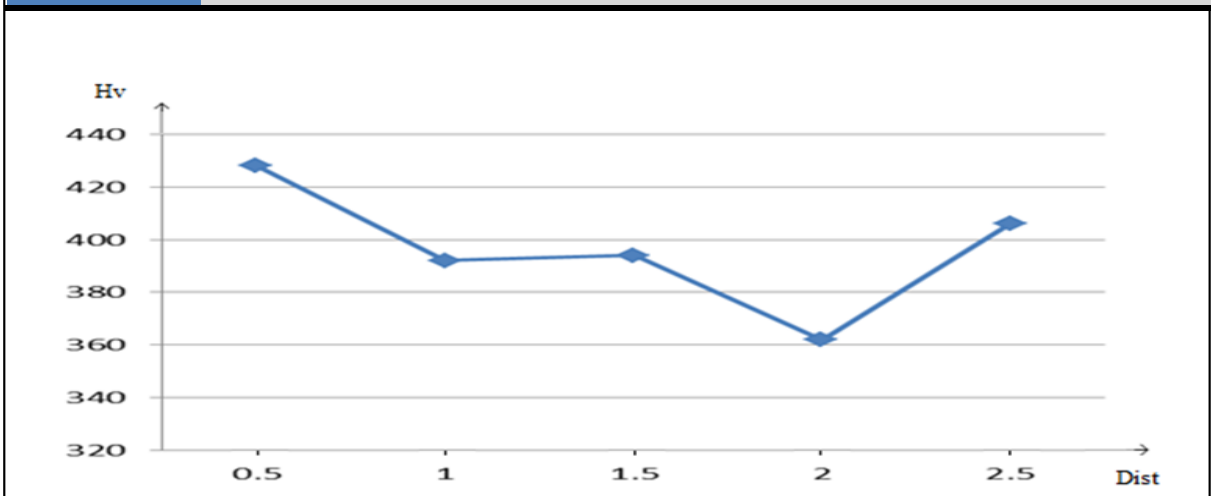


Figure 4.31: Les résultats de la microdurté d'échantillon n 8.

4. Interprétation des résultats de la microdureté :

L'échantillon	Traitement Thermique	Hv moyenne
01	Brut	418.4
02	1120°C/2h à l'air + 1055°C/1h à l'eau	389
03	1120°C/2h à l'air + 1055°C/2h à l'eau	422.4
04	1120°C/2h à l'air + 1055°C/3h à l'eau	421.4
05	1055°C/4h à l'eau	380.4
06	1120°C/2h à l'air + 1055°C/4h à l'eau	377.4
07	1120°C/2h à l'air	443.2
08	1120°C/2h à l'air + 1055°C/5h à l'eau	396.4

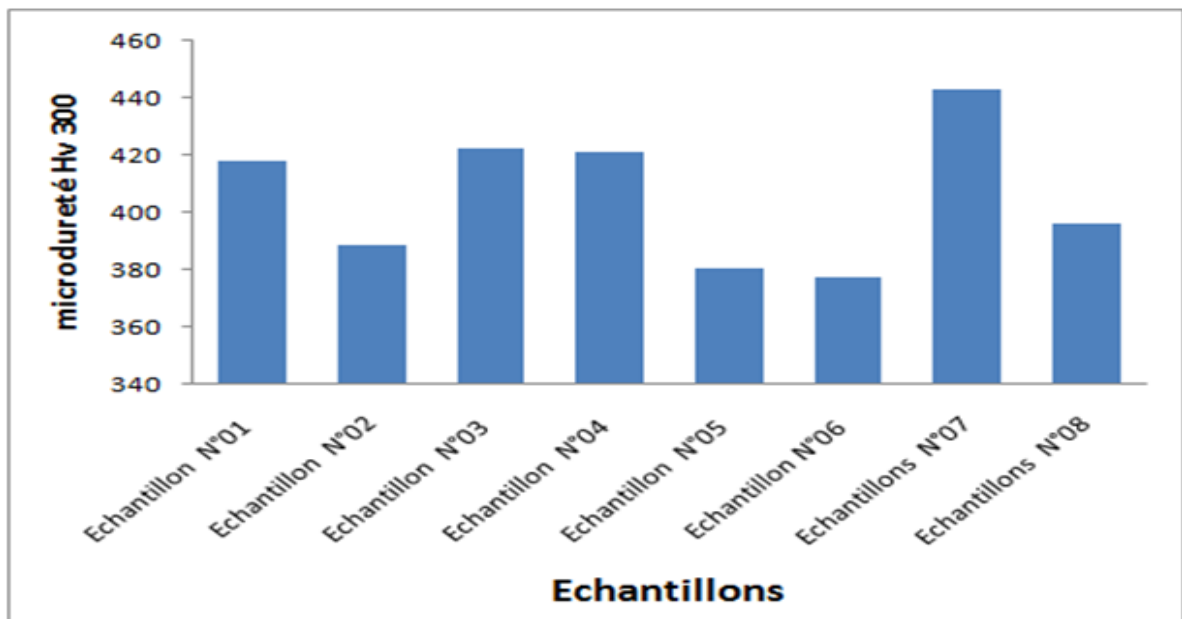


Figure 4.32 : Histogrammes comparatifs illustrant La microdureté.

Les tests de microdureté Vickers appliqués sur le superalliage traité thermiquement sont présentés par la figure 4.32. L'échantillon 7 ayant subi un traitement thermique de trempe de 1120°C avec maintien de 02 heures suivi d'un refroidissement à l'eau présente la dureté de Vickers la plus élevée avec une valeur moyenne de 443 Hv. Cela peut être expliqué par la microstructure du superalliage d'où on enregistre une distribution homogène des particules avec un pourcentage important de particule comparativement aux autres échantillons

CONCLUSION GENERALE.

Conclusion générale :

L'étude bibliographique sur le superalliage INC 738 LC, nous a permis de connaître les différentes phases et microstructure existant ainsi que l'influence des traitements thermiques envisagés à appliquer sur les différents échantillons ,

après des observations métallographiques de la microstructure,

les caractéristiques mécaniques tels la résistance mécanique acquise par le superalliage après chaque cycle thermique a été révéler par des mesures de la microdureté ,

la microstructure a été influencer par chaque cycle thermique ceci est démontré par le calcul du pourcentage des précipités à l'aide du logiciel *Image J* pour chaque échantillon, une variation des pourcentage des précipités entre les différents cycles thermiques a été signalée.

Notre étude nous a permis de conclure que la résistance mécanique a chuté ($H_v=377,4$) pour l'échantillon 06 qui a subi un traitement de mise en solution à $1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ / refroidi à l'air suivi d'un traitement de précipitation à $1055^{\circ}\text{C}/4\text{h}$ / refroidi à l'eau.

et que la résistance mécanique a atteint une valeur max ($H_v=443,2$) pour l'échantillon 07 qui a subi un traitement de mise en solution à $1120^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ / refroidi à l'air ceci est dû à la régénération de la phase durcissante γ' (qui prouve la fraction volumique max par une précipitation max des précipités γ').

BIBLIOGRAPHIE.

Bibliographie :

- [1] Charles Hays, Size and Shape Effects for Gamma Prime in Alloy 738, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol 17(2), 254-259 (April 2008)
- [2] Sophie Dubiez-Le Goff. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud 2003 Paris .France
- [3] Anuragh Thakur, *Microstructural responses of a nickel-base cast In-738 superalloy to a variety of pre-weld heat-treatments*, Manitoba : The University of Manitoba, 135 p., (1997)
- [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] H. C. Kim, *et al.*, Microstructure Evolution with Solidification Rates in IN 738LC Superalloy, *Materials Science Forum* Vols 510-511, 450-453, (2006)
- [6] R.S. Moshtaghin, S. Asgari, *Growth kinetics of γ_9 precipitates in superalloy IN-738LC during long term aging*, *Materials and Design* 24, 325–330, (2003)
- [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] Yann Danis, *Étude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'Inconel 738*, Thèse Matériaux, Spécialité Mécanique et Ingénierie, Bordeaux : Ecole Doctorale des Sciences Physiques pour l'Ingénieur, 193 p., (2008)
- [10] Yomei Yoshioka *et al.*, *Service temperature estimation for heavy duty gas turbine buckets based on microstructure change*, *Proceeding of Superalloys 1996*, The Mineral Metal and Materials Society, p. 173-179, (1996)
- [11] R.A. Stevens, P.E. Flewitt, *The Effects of γ' Precipitate Coarsening During Isothermal Aging and Creep of the Nickel-Base Superalloy IN-738*, *Materials Science and Engineering*, 37, 237-247, (1979)
- [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).

ملخص :

الإنكونال 738، هو خليط سبيكة فائقة ذات قاعدة نيكل مصلدة بالترسب استعملت بنجاح لصناعة أجنحة توربينات الغاز لعدة سنوات تحتوي على مقاومة جيدة للزحفان، واتزان جيد في درجات حرارة عالية .
العديد من الابحاث العلمية اجريت لفهم ووضع علاقات تربط بين المقاومة الميكانيكية، والتغيير في البنية لمختلف الاطوار في هذا العمل قمنا بإنجاز اطوار حرارية محددة على عينات من سبيكة الإنكونال 738، ثم تحديد الخصائص المجهرية بالملاحظة البنيوية وقياسات الصلابة وحساب النسبة المئوية للعيينات. هذه الدراسة سمحت بمعرفة قيم الصلابة الميكانيكية القصوى والدنيا للسبيكة من اجل معالجة محددة.

كلمات المفاتيح: الإنكونال 738, معالجات حرارية, ترسبات, صلادة

Résumé :

L'inconel 738, est un superalliage à base de Nickel durci par précipitation, a été utilisé avec succès pour la fabrication des ailettes de turbines à gaz pendant des années. il possède une bonne résistance au fluage et une bonne stabilité à haute température.

Plusieurs travaux scientifiques ont été menés pour comprendre et faire des relations de corrélation entre la résistance mécanique avec les changements microstructuraux des différentes phases qui interagissent .

Dans ce travail, nous avons effectué des cycle thermiques bien définis sur des échantillons en INC 738 LC ensuite une caractérisation métallographique par observations optiques , des mesures de la microdureté ainsi que le calcul des pourcentage des tailles des précipités ont été menés.

Cette étude nous a permit de connaitre les valeurs de la résistance mécanique max et min du superalliage INC 738 LC, pour des traitements thermiques bien définies.

Mots clés: Superalliage, INC 738 LC, Traitements Thermiques, Précipités, Microdureté.