



Département de Génie Mécanique

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

**Master**

**En Génie Mécanique**

**Option : Génie des Matériaux**

**Présenté par :**

**Bourouma Dawoud & Aichaoui Noureddine**

**Theme :**

***Etude de l'effet des cycles thermiques sur le  
superalliage à base Nickel INC 738 LC***

<b>NOM et Prénom :</b>	<b>Grade</b>	<b>Qualité</b>
BENARIOUA Younes	Professeur	Président
SAIB Cherif	MCB	Encadreur
BENKHERBECHE Houria	MCB	Examineur

*Année Universitaire : 2019 / 2020*

N° d'ordre : GM/...../2020



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

﴿ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ ﴾

الحديد: 25

[And we brought down the iron in it  
Bad and severe benefits]

(25 Al-hadid)

صدق الله العظيم

# Dédicace

*Je dédie cemémoire à :*

*La personne la plus chère du monde, la lumière de ma vie, la source de la tendresse, qui a sacrifié et souffert les meilleures années de sa vie jusqu'à ce qu'il me voie réussir mes études :*

♥♥ *Ma chère mère B. F* ♥♥

*Liebe dich Mama*

*Tu as toujours été pour moi un exemple du père respectueux, honnête, de la personne méticuleuse, je tiens à honorer l'homme que tu es*

*Te modeste travail est le fruit de tous les sacrifices que tu as déployés pour mon éducation et ma formation. B. Nouar*

♥♥ *mon cher père* ♥♥

*Surtout oncle B. Habassi, je vous suis très reconnaissant et je vous remercie assez pour votre gentillesse, votre générosité et votre aide précieuse.*

*À toutes la famille. "Bourouma"*

*À tous mes amis.*



**DAWOUD**



# Dédicace

*Je dédie ce mémoire à :*

*À ma chère mère, et mon cher père, je ne peux les remercier jamais assez de : leur aide, encouragements, soutiens, sacrifices et leur patience pendant la durée d'étude.*

*À tous les professeurs de "Génie Mécanique "*

*À toute la famille. "Aïchaoui"*

*À tous mes amis.*



*Noureddine*



# Remerciement

*Louange à Dieu que sa grâce soit juste*

*Tout d'abord, je remercie Dieu "Allah" de m'avoir donné la force, le courage et la volonté pour achever cette mémoire.*

*Je remercie Mon encadreur Dr.Saib.c m'avoir proposé ce sujet de mémoire.*

*Au vu de la situation exceptionnelle de l'épidémie de Covid-19 et de l'impossibilité de discuter du discours devant les membres du jury Je vous remercie.*

*Mes sincères remerciements et gratitudes à tous mes enseignants, du primaire aux études supérieures.*

*Et tous les enseignants Département de génie mécanique, de l'université de M'sila Concernant les professeurs Génie des matériaux.*

# Abréviations :

<b>INC</b>	International of Nickel Company of Canda
<b>Ni</b>	Nickel
<b>AAC= RAA</b>	Refroidissement par air accéléré
<b>WQ= TL</b>	trempe à l'eau
<b>TS</b>	Traitement en solution
<b><i>b</i></b>	norme du vecteur de burgers de la dislocation
<b><i>d</i></b>	la distance moyenne entre dislocations d'interface
<b>HS = HR</b>	High Strength« haute résistance »
<b>CR= RF</b>	Creep Resistant« résistance au fluage »
<b>TS</b>	La température T $\gamma'$ solvus
<b>ATD</b>	analyse thermique différentielle
<b>RA</b>	refroidissement à l'air
<b>TCP</b>	Topological compact phases
<b>GCP</b>	Geometrical compact phases
<b>TTT</b>	Température, Transformation, Temps

# Liste des tableaux :

**Page**

<b>Tableaux I.1</b>	Principales application des superalliages [4]	6
<b>Tableaux I.2</b>	Présente la composition chimique de l'Inconel 738 [7]	14
<b>Tableaux I.3</b>	Composition chimique de l'Inconel 738 LC [11]	14
<b>Tableaux I.4</b>	Composition massique mesurée par EDS d'un carbure MC IN737LC brut de fonderie [15]	28
<b>Tableaux I.5</b>	Composition massique d'un carbure MC mesurée par EDS IN738LC mis en solution[15].	30
<b>Tableaux II.1</b>	Températures de transformation de phase de l'alliage AM1 [13]	66
<b>Tableaux III.1</b>	Composition chimique de l'IN 738 LC (% en poids) [4]	78
<b>Tableaux III.2</b>	Effet des conditions de traitement thermique en solution sur la fraction volumique de l'Eu $\gamma'$ / $\gamma$ dans la microstructure coulée de l'alliage IN738LC [6]	83
<b>Tableaux III.3</b>	Fraction volumique de $\gamma'$ obtenue après traitement thermique en solution avec différents milieux de trempe [11]	99

# Liste des figures :

**Page**

<b>Figure I.1</b>	évolution de la microstructure des superalliages[4].	11
<b>Figure I.2</b>	(a), structure cristallographie d'un précipité $Ni_3(Ti-Al)$ , (b)cohérence cristallographie des précipités $\gamma'$ dans la matrice $\gamma$ [4]	12
<b>Figure I.3</b>	Microstructure d'un superalliage montrant la précipitation de la phase $\gamma'$ . Précipité la phase $\gamma'$ dans la matrice $\gamma$ [39].	19
<b>Figure I.4</b>	Maille de $\gamma'$ - $Ni_3Al$ (en bleu les atomes de Nickel et en rose les atomes d'Aluminium)[18]	19
<b>Figure I.5</b>	Mailles cristallines des phases $\gamma$ , $\gamma'$ et $\gamma''$ [17]	20
<b>Figure I.6</b>	Maille de $\gamma'$ - $Ni_3Nb$ (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium)[18]	20
<b>Figure I.7</b>	Morphologie et distribution des phases durcissantes $\gamma'$ et $\gamma''$ dans l'alliage 738 par [micrographie MEB-FEG -J.M. Cloué][17].	21
<b>Figure I.8</b>	Maille de $\gamma''$ - $Ni_3Nb$ (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium)[18].	22
<b>Figure I.9</b>	(a). Phase $\delta$ précipitée aux joints de grains. (b). Phase $\delta$ globulaire et appauvrissement du durcissement structural. (c). Phase $\delta$ sous forme d'aiguilles[17]	23
<b>Figure I.10</b>	Co-précipitation de la phase $\sigma$ et $\eta$ dans l'alliage 725[17].	24
<b>Figure I.11</b>	maille de $\eta$ - $Ni_3Ti$ (en gris les atomes de Nickel et en noir les atomes de Titane)[36].	24
<b>Figure I.12</b>	Précipitation de la phase $\eta$ dans l'alliage MP3[18].	24
<b>Figure I.13</b>	diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Ti (a) à 1000°C et (b) à 750°C.[35].	25
<b>Figure I.14</b>	les compositions eutectiques $\gamma' / \gamma$ aux joints de grains[12].	25
<b>Figure I.15</b>	Précipité $\gamma'$ de sa forme la plus cohérente avec la matrice (à gauche) à sa forme la moins cohérente (à droite)[22].	26
<b>Figure I.16</b>	Précipitation $\gamma'$ IN738LC brut de fonderie[22]	26
<b>Figure I.17</b>	Eutectiques $\gamma-\gamma'$ IN738LC brut de fonderie[22]	27
<b>Figure I.18</b>	Carbures IN738LC brut de fonderie[13]	28
<b>Figure I.19</b>	Spectre EDS d'un carbure MC IN738LC brut de fonderie[13]	28

<b>Figure I.20</b>	Diagramme de phases d'équilibre de l'IN738LC [13]	29
<b>Figure I.21</b>	Position du carbure MC analysé IN738LC mis en solution[13].	30
<b>Figure I.22</b>	Spectre EDS d'un carbure MCIN738LC mis en solution[13]	30
<b>Figure I.23</b>	carbures de type M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> précipités le long d'un joint de grain [36].	31
<b>Figure I.24</b>	carbures de type M <sub>6</sub> C [36].	32
<b>Figure I.25</b>	les borures et les sulfocarbides dans le superalliage à base nickel [36].	33
<b>Figure I.26</b>	Micrographie MEB des phases $\sigma$ et $\mu$ dans l'alliage N18 après 1000h à 760°C[19].	33
<b>Figure I.27</b>	Micrographie MEB de la phase s dans l'alliage RR1000 vieilli[19]	34
<b>Figure I.28</b>	structure cristallines a/C14 et b/C15[21]	35
<b>Figure I.29</b>	(a) des précipités comme chaîne des M <sub>2</sub> (Cb, Ti) dans matrice $\gamma$ de la phase laves, b) phase de laves (les îles blanches) ont précipités dans les dendrites de matrice $\gamma$ [37].	35
<b>Figure I.30</b>	schéma décrivant le cliché d'axe de zone $\langle 100 \rangle_{\gamma}$ d'une matrice $\gamma$ et des précipités de phase $\gamma'$ et $\gamma''$ ( $\gamma''$ orientée selon ses trois variants) et clichés de diffraction réalisés sur les échantillons traités de façon isotherme à 940°C, 960°C, 980°C, 990°C et 1000°C puis trempés à l'huile (axe de zone $[100]_{\gamma}$ ) [23].	36
<b>Figure I.31</b>	Courbes de réponse du durcissement en vieillissement, pour trois superalliages, la réponse rapide à la précipitation de René 41 comparé à celle de l'INC 718 et FM 92[38]	37
<b>Figure I.32</b>	(a) Représentation d'un précipité cohérent $\gamma'$ dans une matrice $\gamma$ d'un superalliage à l'état initial et (b) avec une microstructure mise en radeaux contenant des dislocations aux interfaces. b le vecteur de Burgers et d la distance moyenne entre deux dislocations. n le nombre de pas du circuit de Burgers [28].	38
<b>Figure I.33</b>	Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase $\gamma'$ [29]	39
<b>Figure I.34</b>	Étapes du traitement thermique High Strength (HS), d'après RA refroidissement à l'air [32]	40
<b>Figure I.35</b>	Étapes du traitement thermique Creep Resistant (CR) d'après RA : refroidissement à l'air[32]	41
<b>Figure I.36</b>	la précipitation intra granulaire de phase $\gamma'$ (cuboïde) et secondaire phéroidale) [33]	42
<b>Figure I.37</b>	Carte des distances entre précipités obtenue par un algorithme de Danielson [31]	43

<b>Figure I.38</b>	Micrographies MEB de l'alliage 88-AA après un traitement (a) subsolvus ( $\varnothing=5\mu\text{m}$ ), (b) supersolvus ( $\varnothing=15\mu\text{m}$ ) [24]	44
<b>Figure I.39</b>	Évolution comparée de la fraction volumique des précipités $\gamma$ primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution de l'U720Li [24]	44
<b>Figure I.40</b>	Carte des iso-valeurs de vitesse de refroidissement, calculées pour une ébauche de disque en N18 [24]	45
<b>Figure. I.41</b>	Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution subsolvus sur la taille et la morphologie des $\gamma'$ secondaires du N18 [24]	46
<b>Figure. I.42</b>	Variation de la taille des précipités $\gamma'$ secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans différents superalliages [27]	46
<b>Figure I.43</b>	Variation de la taille des précipités $\gamma'$ secondaires et tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans le René88 [27]	47
<b>Figure I.44</b>	Evolution des précipités $\gamma$ primaires et secondaires lors d'un vieillissement à 845°C [38].	47
<b>Figure I.45</b>	Effet de vieillissement en service sur superalliage INC 738LC [26]	58
<b>Figure II.1</b>	Cycle thermique des étapes de réduction des solutions solides [4]	57
<b>Figure II.2</b>	(a) Chauffage par résistance, (b) Chauffage par induction [5].	58
<b>Figure II.3</b>	La Courbe de chauffage pour contour de la pièce [5]	59
<b>Figure II.4.</b>	Vitesse moyenne de refroidissement entre 400 et 290 °C [7]	61
<b>Figure II.5</b>	Microstructure de la phase perlite formée à 720 °C [8]	61
<b>Figure II.6</b>	Microstructure de la phase martensitique [8]	62
<b>Figure II.7</b>	Microstructures de mise en solution suivies d'une trempe à l'eau : (a) -1120°C, (b)-1200°C, (C)- 1220°C, (d) - 1240°C [37].	64
<b>Figure II.8</b>	Effet du vieillissement à 845 ° C pendant 48 h, AAC	64
<b>Figure II.9</b>	Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2ème génération) brut de coulée [13].	65
<b>Figure II.10</b>	Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2ème génération) après mise en solution [13].	66
<b>Figure II.11</b>	Diagramme Ni-Al (a) [10] et structures cristallines de la phase $\gamma$ (b) et $\gamma'$ (c) [13].	67
<b>Figure II.12</b>	Microstructure du superalliage CMSX2 à différentes vitesses de refroidissement après mise en solution à 1300°C pendant 30 minutes [13].	67
<b>Figure II.13</b>	Schéma de principe du traitement de revenu. 1) solution solide sursaturée, 2) zones de Guinier – Preston, 3) précipités $\theta''$ , 4) précipités $\theta'$ , puis $\theta$ (Al <sub>2</sub> Cu) [15]	70
<b>Figure II.14</b>	Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase $\gamma'$ [18]	72
<b>Figure III.1</b>	Microstructure de l'alliage IN738LC coulé [4]	79
<b>Figure III.2</b>	MC et M23C6 ainsi que / eutectique présents dans IN738LC coulé [6]	81

<b>Figure III.3</b>	Analyse EDS des carbures MC blocky dans l'alliage IN738LC tel que coulé[6]	81
<b>Figure III.4</b>	précipite dans les régions (A) dendritiques et (B) inter dendritiques[6]	82
<b>Figure III.5</b>	La microporosité est associée aux régions eutectiques de $\gamma' / \gamma$ [6]	82
<b>Figure III.6</b>	Microstructure du traitement en solution à (a) 1120 °C, (b) 1180 °C, (c) 1220 °C et (d) 1180 + 1220 °C avec AAC [6]	84
<b>Figure III.7</b>	Effet de la température de traitement en solution sur l'homogénéisation des éléments d'alliage Ti et Cr dans la matrice[6]	85
<b>Figure III.8</b>	Effet des conditions de traitement en solution sur les précipités [6]	86
<b>Figure III.9</b>	Effet du vieillissement à 845 ° C pendant 48 h après solution à 1120 ° C / 1,5 h : (a) AAC et (b) WQ [6]	87
<b>Figure III.10</b>	Effet du vieillissement à 845 ° C pendant 48 h après solution à 1180 ° C / 1,5 h : (a) WQ et (b) AAC[6]	89
<b>Figure III.11</b>	Effet du vieillissement à 845 ° C après solution à 1220 ° C / 1,5 h: (a) 24 h WQ, (b) 24 h AAC, (c) 48 h AAC[6]	90
<b>Figure III.12</b>	Effet du vieillissement à 845 °C après traitement en solution double à 1180 + 1220 °C pendant 3,5 h avec WQ : (a) 6 h et (b) 48 h[6]	91
<b>Figure III.13</b>	Effet du vieillissement à 845 °C après traitement en solution double à 1180 + 1220 °C pendant 3,5 h avec AAC : (a) 24 h et (b) 48 h[6]	91
<b>Figure III.14</b>	Image SEM de la microstructure IN738. Carbures le long frontière de grain et distribution de carbure de matrice de MC et M23C6, alliage tel que reçu[11].	93
<b>Figure III.15</b>	EDS du carbure de type MC [11].	94
<b>Figure III.16</b>	Distribution des $\gamma'$ primaire et secondaire dans la matrice [11].	95
<b>Figure III.17</b>	Spectres EDS des caractéristiques de la microstructure, indiquer $\gamma'$ (Ni3Al, Ti). [11].	95
<b>Figure III.18</b>	Morphologie de $\gamma'$ (a) tel que reçu et (b) secondaire et primaire $\gamma'$ [11].	96
<b>Figure III.19</b>	Microstructure de l'échantillon refroidi dans un environnement argon. [11].	97
<b>Figure III.20</b>	Microstructure de l'échantillon refroidi à l'azote Environnement [11].	99

# **Sommaire**

# Sommaire :

<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Introduction général.....</b>	<b>2</b>
<b>Chapitre I : Généralités sur les superalliages à base de Nickel</b>	
<b>I.1 Introduction.....</b>	<b>5</b>
<b>I.2. le superalliage à base Nickel.....</b>	<b>5</b>
<b>I. 3. Les applications des superalliages à base nickel.....</b>	<b>5</b>
I. 3.1. Nickel et alliages nickel-cuivre (Monel).....	5
I. 3.2. Superalliages.....	6
<b>I. 3.2.1. Superalliages utilisés pour leur résistance à la corrosion.....</b>	<b>6</b>
I. 3.2.1.1 Alliages à base fer-nickel-chrome (Incoloy).....	6
I. 3.2.1.2 Alliages à base nickel-chrome (Inconel).....	7
I. 3.2.1.3 Alliages super réfractaires.....	8
<b>I. 3.2.2. Superalliages utilisés pour leur résistance à chaud.....</b>	<b>8</b>
I. 3.2.2.1 Alliages réfractaires à base de nickel.....	8
I. 3.2.2.2 Alliages super réfractaires.....	8
I. 3.2.2.3 Alliages présentant des caractéristiques physiques spéciales.....	9
<b>I. 4. Les différents des groupes des superalliages à base de Ni .....</b>	<b>10</b>
I. 4.1 Les alliages Ni-Cr ou « Inconel ».....	10
I. 4.2. Les alliages Ni-Cu ou « Monel ».....	10
I. 4.3. Les alliages Ni-Cr-Mo-Fe ou « Hastelloy ».....	10
I. 4.4. Les alliages Ni-Fer-Cr ou « Incoloy ».....	10
<b>I. 5. des superalliages dans les turbomoteurs.....</b>	<b>10</b>
<b>I. 6. pourquoi le superalliage INC 738 LC.....</b>	<b>12</b>
I. 6.1. Le superalliage INC 738 LC.....	12
I. 6.2. Présentation du matériau de l'Inconel 738.....	13
I. 6.3. Composition de l'Inconel 738.....	14
<b>I. 7. Métallurgie physique de INC 738LC.....</b>	<b>15</b>
<b>I. 8. Les différentes classes d'alliage de nickel.....</b>	<b>16</b>
1. la résistance à la corrosion.....	16
2. le mode d'élaboration.....	16

3. possibilités de durcissement.....	16
I. 8.1. Alliages et superalliages résistant à la corrosion humide.....	16
I. 8.2. Alliages et superalliages résistant à la corrosion sèche (haute température).....	17
Dits réfractaires et super réfractaires	
<b>I. 9. Etude détaillée des phases existantes dans les superalliages INC 738 lc.....</b>	<b>18</b>
<b>I. 9.1. Les phases qui forment la microstructure du superalliage à base de Nickel.....</b>	<b>18</b>
<b>INC 738 LC</b>	
<b>I. 9.1.1. les phases Géométriquement Compactes (GCP).....</b>	<b>18</b>
<b>I. 9.1.1.1 Précipités durcissants majeures(<math>\gamma'</math>-Ni<sub>3</sub>Al).....</b>	<b>18</b>
1/a. phase $\gamma'$ (Ni <sub>3</sub> Al).....	19
1/b. La phase $\gamma''$ (Ni <sub>3</sub> Nb).....	20
1/c. La phase $\delta$ (Ni <sub>3</sub> Nb).....	21
1/d. La phase $\eta$ (Ni <sub>3</sub> Ti).....	23
1/e. Les composés eutectique.....	25
<b>I. 9.3.1.2 Les Précipités durcissants mineurs.....</b>	<b>27</b>
1. Les carbures.....	27
1/a. Carbures MC(carbures primaires).....	39
1/b. Les carbures M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (carbures secondaires).....	30
1/c. Les carbures M <sub>6</sub> C(carbures secondaires).....	31
2. les sulfocarbides.....	32
3. Les borures.....	32
<b>I. 9.1.2. Les Phases Topologiquement Compactes (TCP).....</b>	<b>33</b>
1/a. Phase $\sigma$ .....	33
1/b. Les phases de Laves.....	34
<b>I. 10. Paramètres intrinsèques liés à la définition de la phase durcissant principale <math>\gamma'</math>.....</b>	<b>35</b>
I. 10.1. La température de $\gamma'$ solvus ( $\gamma'$ -Ni <sub>3</sub> (Al,Ti,Nb).....	35
I. 10.2. La vitesse de précipitation de la phase durcissants $\gamma'$ .....	37
I. 10.3. La fraction volumique, densité, population, répartition, distribution.....	37
, Des précipités $\gamma'$	
I. 10.4. Le désaccord paramétrique (Lattice misfit) $\delta_{\perp}$ .....	37
I. 10.5. Types et tailles des précipités $\gamma'$ .....	38
1. Traitement thermique HS.....	39
2. Traitement thermique CR.....	40

I. 10.6. La distance inter précipités, couloir, espacement inter précipités $\gamma$ .....	42
I. 10.7. Evolution des fractions volumiques des types de la phase durcissant $\gamma'$ .....	43
(Primaires et secondaires) dans le cas d'un traitement thermique	
I. 10.7.1 En fonction température de mise en solution.....	43
1. Letraitement subsolvus.....	43
2. Le traitement supersolvus.....	43
I. 10.7.2. En fonction de la vitesse de refroidissement.....	45
I. 10.7.3. Au cours de vieillissement.....	47

## Chapitre II : Les traitements thermiques de durcissement structural

<b>II. 1. Introduction.....</b>	<b>55</b>
<b>II. 2. Définition.....</b>	<b>55</b>
<b>II. 3. Mécanisme (modes) de durcissement.....</b>	<b>56</b>
II. 3.1. Durcissement par précipitation de phase ordonnée relativement stable $\gamma'$ ou $\gamma$ .....	56
II. 3.2. Précipitation des carbures et borures.....	56
II. 3.3. Durcissement par effet de solution solide.....	56
<b>II. 4. Définitions et procédés des traitements thermiques.....</b>	<b>57</b>
II. 4.1 Chauffage des pièces.....	57
a. Par transmission de la chaleur.....	57
a/1. Par conductibilité.....	57
a/2. Par convection.....	57
a/3. Par rayonnement.....	57
b. Par production de la chaleur dans la pièce.....	57
b/1. Durée de préchauffage.....	58
b/2. Durée de chauffage de pénétration ou d'égalisation.....	58
b/3. Durée de maintien.....	59
c. Conditions de chauffage des pièces en traitements thermiques.....	59
II. 4.2. Types de fours et leurs atmosphères.....	59
II. 4.2.1 Fours à sole.....	59
II. 4.2.2 Fours à bain de sels.....	59
Neutres.....	60
Carburants.....	62
Oxydants.....	60
II. 4.2.3. Fours électriques.....	60
II. 4.2.4. Atmosphères.....	60

II. 4.3. Refroidissement des pièces.....	60
II. 4.3.1. Transformations de phases.....	61
II. 4.3.2. Transformations par diffusion.....	61
II. 4.3.3. Transformations sans diffusion.....	62
<b>II. 5 Grandes classes de traitements thermiques des superalliages à base nickel.....</b>	<b>62</b>
<b>II. 5.1. Traitements thermiques de masse des superalliages de nickel.....</b>	<b>62</b>
1. Trempe.....	62
1/a. Les différentes trempes sont fondées sur les principes suivants.....	62
1/b. Les trempes sont effectuées dans les buts suivants.....	63
1.1. Trempe à l'eau.....	63
1.2. Trempe à l'air.....	64
<b>II.5.2. Traitement de mise en solution et de précipitation primaire et de.....</b>	<b>65</b>
<b>Précipitation secondaire</b>	
II. 5.2.1 Traitement de mise en solution.....	65
a) Mise en solution de la phase $\gamma'$ .....	68
b) Revenu ou vieillissement de la phase $\gamma'$ .....	69
II.5.2.2 Traitement précipitation primaire et de précipitation secondaire.....	69
II.5.2.2.1 Traitement de précipitation (Revenu).....	69
a) Traitement de 1 <sup>er</sup> revenu.....	69
b) Traitement de 2 <sup>ème</sup> revenu(ou traitement de vieillissement).....	70
II.5.2.2.2 Traitements de précipitation (revenus).....	71
1. Précipitation $\gamma'$ .....	71
2. Précipitation des carbures/borures aux joints de grains.....	71
<b>II. 6. Types de traitements thermiques.....</b>	<b>72</b>
II. 6.1. traitements de durcissement structural en deux.....	72
<b>II. 7. Conclusion.....</b>	<b>73</b>
<b>Chapitre III : Des travaux de recherche sur les traitements thermiques superalliage à base Nickel INC 738 LC</b>	
<b>III. 1. Introduction.....</b>	<b>77</b>
<b>III. 2. Les travaux de recherche effectués sont subdivisés en deux grandes catégories.....</b>	<b>77</b>
III. 2.1. Les travaux de recherche réalisés dans le domaine terrestre.....	77
III. 2.2. Les travaux de recherche dans le domaine aéronautique.....	78
<b>III. 3. Effet de diverses conditions de traitement thermique sur la microstructure de.....</b>	<b>79</b>

## L'alliage poly cristallin IN738LC coulé

III. 3.1. Procédures expérimentale.....	79
III. 3.2. Résultats et discussion.....	80
III. 3.2.1 Structure des échantillons tels que coulés.....	80
III. 3.2.2 Effet du traitement thermique et de la vitesse de refroidissement sur.....	82
Microstructure de l'alliage IN738LC coulé	
1. Effet du traitement en solution sur $\gamma'$ / $\gamma$ eutectique.....	83
2. Effet du traitement en solution sur l'homogénéisation de éléments.....	84
D'alliage	
3. Effet de la température de la solution sur $\gamma'$ précipite.....	85
4. Effet du traitement du vieillissement sur $\gamma'$ précipite.....	87
<b>III. 4. Effet de la solution de traitement thermique sur la taille et la distribution du Gamma.....</b>	<b>92</b>
<b>Prime (<math>\gamma'</math>) du superalliage INC 738</b>	
III. 4.1. Résultats et discussion.....	92
III. 4.1.1. Condition A: Alliage tel que reçu sur-vieilli.....	92
III. 4.1.2. Condition B: Traitement thermique en solution à 1120 C et 2 h en.....	96
Utilisant de l'argon comme milieu de trempe	
III. 4.1.3. Condition C: Traitement thermique en solution à 1120 C et 2 h.....	97
Avec de l'azote comme agent de trempe	
<b>III. 5. Partie I.....</b>	<b>100</b>
<b>III. 6. Partie II.....</b>	<b>101</b>
<b>III. 7. Conclusions.....</b>	<b>101</b>
<b>Conclusions générales.....</b>	<b>106</b>
<b>Résumé.....</b>	<b>110</b>

# **Introduction générale**

### Introduction générale :

Le terme « superalliage » a d'abord été utilisé pour décrire un groupe d'alliages mis au point pour les moteurs à turbine et les turbocompresseurs dans les années 1930. Ces alliages sont basés sur des éléments du groupe 8B et se composent généralement de diverses combinaisons de Fe, Ni, Co et Cr, ainsi que de quantités moindres de W, Mo, Ta, Nb, Ti et Al. Les trois principales classes de superalliages sont le fer, le cobalt et le nickel.

Les superalliages à base de Ni ont des performances exceptionnelles à des températures élevées qui combinent généralement haute résistance (fluage, traction, fatigue), ténacité, ductilité et résistance à la corrosion. En raison de ces propriétés caractéristiques, les superalliages à base de Ni sont fortement utilisés dans la production d'aubes et de disques de turbine à gaz à des températures, entre 650 ° C et 1 150 ° C.

Les superalliages à base de Ni sont généralement des alliages multi-composants et multi phases qui ont des microstructures très complexes. Ils constituent plus de dix éléments et ces éléments forment un certain nombre de phases telles que les phases gamma ( $\gamma$ ),  $\gamma'$ , des carbures (MC, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>6</sub>C et M<sub>7</sub>C) et les phases topologiquement compactes (TCP). L'ensemble de ces phases et éléments d'alliage influencent les propriétés mécaniques du superalliage.

Les superalliages à base nickel sont des alliages à durcissement structural. Ils sont composés d'un système biphasé nickel/aluminium : une matrice de type austénitique cfc ( $\gamma$  - Ni) renforcée par des éléments en solution solide de substitution  $\alpha$  (Co, Cr, W, Mo). La concentration en éléments durcissants doit être établie en accord avec leur limite de solubilité dans la matrice. Dans le but de renforcer cette matrice, des éléments comme Al, Ti ou Ta sont ajoutés. Ils permettent une précipitation cohérente de la phase  $\gamma'$  (Ni<sub>3</sub>X avec X = Al, Ti ou Ta). Cette phase possède une structure L1<sub>2</sub> ordonnée, dérivée de la structure cfc.

Les superalliages à base de cobalt sont renforcés par un durcissement en solution solide et un renforcement aux carbures.

Les alliages « Inconels » sont une famille de produits des superalliages à base de nickel non magnétiques. L'alliage Inconel 738 dont le nom commercial est « INC 738 », il se compose en masse de 60% de nickel, 16% de chrome et 8,5% de cobalt et d'autres métaux tels que l'aluminium ou le titane ou le tungstène à des concentrations plus faibles.

Dans la famille des superalliages à base de nickel on s'intéresse beaucoup au superalliage, L'Inconel 738 (IN738LC) qui est un superalliage base nickel (NiCr16CoAlTi) utilisé en particulier dans les parties chaudes des turbomoteurs, soumises à des températures pouvant varier entre 900 et 1200°C. L'INC 738 LC est constitué en majorité d'une matrice austénitique base nickel appelée phase  $\gamma$ , dans laquelle est présente une fraction importante de précipités intermétalliques de type  $Ni_3(Ti-Al)$  appelés phase  $\gamma'$ .

L'INC738 LC est un superalliage polycristallin à base de nickel, utilisé dans des environnements agressifs à haute température. La résistance requise est fournie par le renforcement des précipités.

Mais ce superalliage rencontre un problème de fissuration due à la corrosion et à l'oxydation après une longue durée d'exposition aux hautes températures et contraintes pendant le service. Le remplacement d'une ailette fissurée dans une turbine à gaz par une nouvelle est une opération onéreuse et coûteuse, donc l'utilité de les réparer par soudage mais cela pose un problème de la soudabilité de ce superalliage par risque de fissuration à chaud. Selon plusieurs chercheurs ce problème ne peut être résolu que par la bonne compréhension de l'historique des traitements thermiques dont le superalliage a été exposé dès son élaboration jusqu'à la fin de service.

Pour faire des éclaircissements sur le sujet des traitements thermiques de ce superalliage, notre mémoire est subdivisé aux trois chapitres suivants :

Des généralités sur les superalliages à base de Nickel feront l'objet du **premier chapitre**.

**Le deuxième chapitre** est consacré aux traitements thermiques durcissement structural.

Et Enfin, nous discutons des résultats, une comparaison des travaux des chercheurs sur les traitements thermiques des superalliages à base de nickel de l'INC 738 LC. Dans un **troisième chapitre**.

# **Chapitre I**

## **Généralités sur les Superaliages à base de Nickel**

## **I.1.Introduction :**

Les superalliages à base de nickel sont largement utilisés dans la fabrication des turbines à gaz, particulièrement dans la fabrication des aubes qui sont en contact direct avec les gaz chauds, lors de leur exploitation. De ce fait, ces aubes sont soumises à des températures élevées, à des contraintes statiques et dynamiques importantes et à une érosion et/ou une corrosion à chaud pouvant être très sévères.

Les aubes sont généralement fabriquées dans des alliages de nickel durcis par précipitation d'une phase cohérente riche en nickel et en titane qui les rend sensibles à la fissuration à chaud lors du soudage.

## **I.2.le superalliage à base Nickel :**

Le superalliage à base nickel est un composé de plus de dix éléments chimiques, ils ont tous une base commune le Ni et d'autres éléments, (de Cr entre 10 à 20%, d'Al et Ti jusqu'à 8%, de Co de 5 à 10%, et des faibles quantités de B, C et Zr (pourcentage massiques). Parmi les éléments classiques ajoutés, on peut citer le Mo, le W, le Fe, le Nb, le Ta [1].

Les conditions de performance des superalliages à base nickel (Ni) sont :

1. Une bonne tenue au fluage.
2. Une bonne ductilité.
3. Une meilleure résistance mécanique à haute température.
4. La densité est proche de celle des aciers inoxydables.
5. Une excellente résistance à la corrosion, l'oxydation et à la sulfuration.
6. Le coefficient de dilatation qui varie de (+5 $\mu$ m/C) dans la plage de (500-1200C).

## **I.3.Les applications des superalliages à base nickel :**

Les superalliages à base de nickel sont largement utilisés dans la fabrication des turbines à gaz, particulièrement dans la fabrication des aubes qui sont en contact direct avec les gaz chauds, lors de leur exploitation. De ce fait, ces aubes sont soumises à des températures élevées, à des contraintes statiques et dynamiques importantes et à une érosion et/ou une corrosion à chaud pouvant être très sévères [2].

### **I.3.1.Nickel et alliages nickel-cuivre : (Monel)[2]**

1. Le nickel non allié est utilisé dans les industries alimentaires. Il est employé dans les matériels de fabrication et de manipulation du fluor et du brome.

Il résiste à l'acide fluorhydrique anhydre jusqu'à 600 °C. Dans les solutions aqueuses décent acide, il peut être utilisé jusqu'à 100 °C. Aux températures plus élevées, on lui préfère l'alliage NiCu30. Il est enfin très résistant à la soude caustique.

Pour les emplois à plus de 300 °C, on utilise la nuance à bas carbone pour éviter une fragilisation par précipitation de carbone aux joints de grains du métal.

2. L'alliage NiCu30 est utilisé dans les ambiances marines et l'industrie chimique. Il est employé pour la manipulation de l'acide sulfurique en conditions réductrices et pour celle de l'acide fluorhydrique. Il est aussi utilisé en contact avec l'eau de mer en mouvement et en particulier sur les plates-formes off-shore. Bien que moins résistant que le nickel non allié, il est aussi employé en contact avec les solutions alcalines.
3. L'alliage au soufre – Monel R-405 de l'Inco – est une nuance à usinabilité améliorée réservée à la fabrication de visserie.
4. La nuance NiCu30Al3Ti est utilisée pour des pièces fortement sollicitées. Elle est, par exemple, employée pour des arbres de pompe en service marin et aussi dans le matériel de forage pétrolier.

### I. 3.2. Superalliages :

Les superalliages sont principalement utilisés dans les industries chimiques et pétrochimiques et dans la construction des turboréacteurs aéronautiques et des turbines à gaz. Le tableau I.1 donne une répartition de leurs principales familles d'applications [2].

Applications	Production des alliages (tonnes)	Consommation nette (tonnes)
Turboréacteurs	29 000	7 000
Chimie, pétrochimie	24 000	18 000
Turbines à gaz	4 500	2 300
Traitement du charbon	1 600	1 100
Autres	2 400	1 800

**Tableaux I.1.** Principales applications des superalliages [2].

#### I. 3.2.1. Superalliages utilisés pour leur résistance à la corrosion :

##### I. 3.2.1.1. Alliages à base fer-nickel-chrome : (Incoloy)

Ces alliages sont utilisés dans les milieux sulfuriques ou phosphoriques pollués ou non par des chlorures. Ils sont aussi utilisés dans les milieux chlorurés comme l'eau de mer et

Les puits de forage pétroliers acides. Les nuances dont le PRE est supérieur à 40 peuvent être utilisées pour la fabrication des produits en contact avec le corps humain : lunettes et bracelets montres [2].

### I. 3.2.1.2. Alliages à base nickel-chrome : (Inconel)[2]

L'alliage *NiMo28* est à part puisqu'il ne contient pas de chrome. Il résiste à l'acide chlorhydrique toutes concentrations et à toutes températures ainsi qu'aux milieux fortement réducteurs.

Les autres alliages à base nickel-chrome ont une très bonne résistance en milieu chloruré. Nous allons voir plus en détail leurs différentes applications :

- L'alliage *NiCr22Mo7Nb2Cu* est insensible à la corrosion sous tension et à la corrosion intergranulaire. Dans les milieux chlorurés, il résiste à la corrosion par piqûre. Il est aussi utilisé pour sa très bonne tenue à la corrosion en milieux sulfurique et phosphorique chauds.
- Les alliages *NiCr16Mo16W4* et *NiCr16Mo15Ti*, outre leur résistance à la corrosion humide, ont une bonne résistance à l'oxydation jusque vers 1 000 °C. Leur teneur élevée en molybdène les rend impropres à une utilisation dans l'acide nitrique qui est fortement oxydant. Ils ont une excellente résistance à l'acide phosphorique en toutes concentrations jusqu'à 110 °C. Au-dessus de cette température, et pour des concentrations supérieures à 70 %, la vitesse d'attaque reste inférieure à 0,6 mm par an. Leur résistance aux acides acétiques et formique est excellente. Ils résistent aussi à l'acide fluorhydrique dont l'action agressive est accrue par la présence d'agents oxydants.

Leur résistance aux piqûres, aux crevasses et à la corrosion sous tension dans l'eau de mer est excellente et cela pour des températures atteignant 100 °C. Il en résulte qu'ils sont employés dans les forages pétroliers acides de grande profondeur.

Ils ont enfin une très bonne résistance aux hypochlorites et au chlore libre et sont employés dans l'industrie de la pâte à papier et le transport du chlore sec ou humide.

- L'alliage *NiCr21Fe31Mo3TiCu* résiste particulièrement bien à l'acide sulfurique. Quelle que soit la concentration de cet acide, sa vitesse d'attaque est inférieure à 0,1 mm par an jusqu'à 50 °C et à 0,5 mm par an jusqu'à 65 °C.

Il résiste bien à l'acide phosphorique jusqu'à 125 °C pour des concentrations inférieures à 80 % et jusqu'à l'ébullition pour des concentrations inférieures à 70 %. Il résiste à toutes températures aux solutions d'acide nitrique de concentrations inférieures à 65 %. Il est particulièrement adapté au cas où ces solutions contiennent des acides sulfuriques ou

Phosphorique ou des chlorures. Il en résulte qu'il est utilisé pour la réalisation de bacs de décapage. Il a une bonne résistance à la corrosion dans la plupart des acides organiques.

Il est enfin utilisé dans les puits de pétrole et de gaz acide. Dans ce cas, il peut être utilisé l'état écroui lorsqu'on cherche une limite élastique élevée et que l'écrouissage est possible comme pour les tubes. Quant aux pièces dont la forme rend l'écrouissage impossible, on le remplace par son dérivé durci au titane : *NiCr21Fe30Mo3Ti2Cu*.

- L'alliage *NiCr22Mo9Nb* a une résistance particulièrement élevée à la corrosion intergranulaire. Il a aussi une résistance très élevée à l'eau de mer et aux eaux saumâtres.

Dans une solution de chlorure de sodium à 5 %, le potentiel de piqûre de l'alliage est peu abaissé par une élévation de la température à 80 °C, alors qu'il est fortement abaissé pour des aciers inoxydables duplex comme le X2 CrNiMoN22-5-3. En fatigue (corrosion dans l'eau de mer) la limite d'endurance dépasse 40 % de la résistance à la rupture. Il a une très bonne résistance à la corrosion sous tension en présence de chlorures, de CO<sub>2</sub> et de H<sub>2</sub>S. Il est pour cela utilisé dans les forages de gaz acides et pour la fabrication de lignes de mesure dans ces forages.

Il a enfin une bonne résistance à la corrosion dans les acides organiques à toutes concentrations et à toutes températures. Par ailleurs, cet alliage a une bonne résistance à l'oxydation jusque vers 1 000 °C.

### **I. 3.2.2. Superalliages utilisés pour leur résistance à chaud :[2]**

#### **I. 3.2.2.1. Alliages réfractaires à base de nickel :**

Considérons les applications de ces alliages :

1. L'alliage NiCr23FeSiTi est utilisé sous forme de fil pour les tapis de four à cause de sa bonne résistance à l'écaillage.
2. L'alliage NiCr15Fe est utilisé dans la construction de fours.
3. L'alliage NiCr23Fe est utilisé dans les fours et aussi dans les dispositifs antipollution des voitures.
4. L'alliage NiCr20Ti est utilisé dans la construction de fours.
5. L'alliage NiCr16Al résiste aux atmosphères oxydantes jusqu'à 1 200 °C. Par ailleurs, il résiste bien aux atmosphères carburantes et aux atmosphères contaminées en chlore.

#### **I. 3.2.2.2. Alliages super réfractaires :**

À part les applications de certains d'entre eux, les alliages super réfractaires sont utilisés surtout dans les turboréacteurs aéronautiques et les turbines à gaz. Les nuances sans durcissement de précipitation sont employées dans les chambres de combustion.

1. L'alliage X6NiCrTiMoVB26-15-2 est maintenant utilisé surtout en boulonnerie après l'avoir été dans le passé dans les pièces tournantes. Il tend d'ailleurs à être remplacé par l'alliage NiCr19Fe19Nb5Mo3. Ce dernier est massivement employé dans Les réacteurs actuels. Il y est en général utilisé sous forme de pièces corroyées, mais aussi sous forme de pièces moulées pour des parties statiques.
2. Les alliages NiCr20Co13Mo4Ti3Al, NiCr19Co18Mo4-Ti3Al3, NiCr15Co18Ti3Al4Mo5, NiCr15Co17Mo5Ti3Al4, NiCr11Co16Mo6Ti4Al4, NiCr18Co15Ti5Al2Mo3W et NiCr13Co8MoWNbTiAl sont surtout utilisés pour des pièces tournantes de réacteurs comme les disques de turbine ou les disques des derniers étages de compresseurs. Les nuances de métallurgie des poudres ont été développées parce qu'elles ont à la fois Des caractéristiques de traction, de fluage et de fatigue élevées. En ce qui concerne la fatigue, il s'agit d'une part de résistance à l'endommagement par fatigue, et d'autre part de vitesse de propagation des fissures initiées sur les défauts du métal comme les inclusions non métalliques. Pour ces nuances, la maîtrise et le contrôle des inclusions en nature, morphologie, dimensions et nombre, sont les points clés de la qualité.

#### **I. 3.2.2.3. Alliages présentant des caractéristiques physiques spéciales :**

Ces alliages sont utilisés à la fois pour leur inoxydabilité et pour une caractéristique physique particulière :

1. Les trois nuances X6 NiCrTiMoVB26-15-2, X5 NiCrCoMoTi35-20-8-3-3 et NiCr19Fe19Nb5Mo3, sélectionnées pour leur a magnétisme, sont utilisées en milieu marin, notamment les deux premières, comme dans les drageurs de mines, et dans les cas où l'on recherche en plus une limite d'élasticité élevée.
2. La nuance NiCr15Fe a un coefficient de dilatation intermédiaire (13.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>) entre celui des aciers peu alliés (9.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>) et celui des aciers inoxydables austénitiques (1,6.10<sup>-6</sup>K<sup>-1</sup>). Dans les cuves de réacteurs nucléaires, elle sert à la réalisation de pièces intermédiaires entre ces deux familles de nuances, de façon à limiter les contraintes induites par leurs dilatations différentes.
3. Les deux nuances de résistances électriques *NiCr23FeSiTi* et *NiCr20* ont des structures austénitiques. Elles sont préférées aux nuances fer-chrome-aluminium fer rétiques moins coûteuses quand une résistance au fluage plus élevée est nécessaire, et aussi dans le cas des atmosphères carburantes et nitrurantes. Cependant, la nuance *NiCr20* est sensible à la carie verte, corrosion sèche catastrophique due à l'alternance de conditions oxydantes et carburantes.

## **I. 4. Les différents groupes des superalliages à base de Ni : [3]**

Les alliages de nickel par solution ou par précipitation sont connus par leurs groupes commerciaux :

### **I. 4.1. Les alliages Ni-Cr ou « Inconel » :**

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.

### **I. 4.2. Les alliages Ni-Cu 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.

### **I. 4.3. Les alliages Ni-Cr-Mo-Fe 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.

### **I. 4.4. Les alliages Ni-Fer-Cr ou « Incoloy » :**

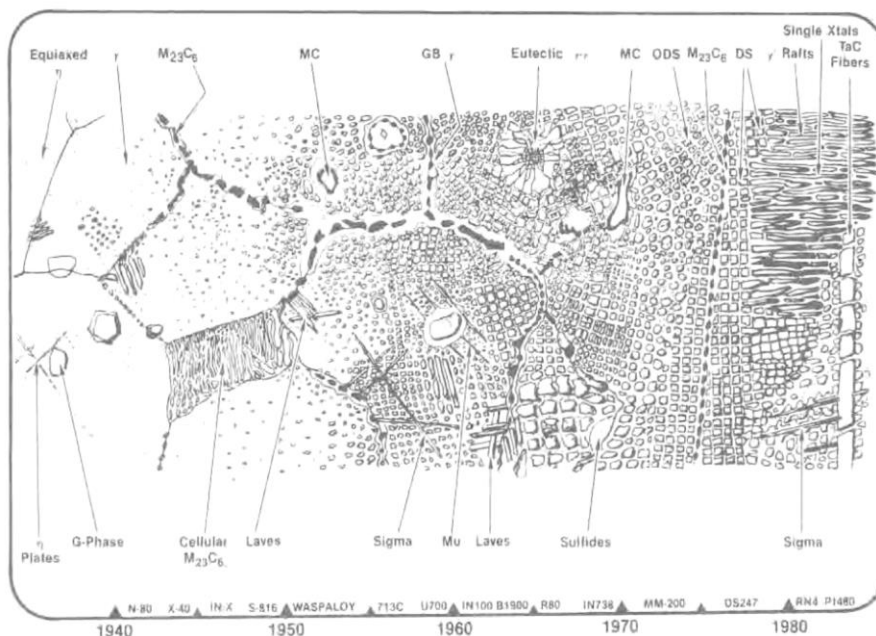
Le nom de marque déposée, Incoloy, est appliqué en tant que nom de préfixe à plusieurs alliages métalliques, à haute résistance à la corrosion et fortement résistant aux températures élevées, produit par des Corporation Spéciale en Métaux. Ces alliages Incoloy sont des alliages à base de nickel qui révèlent 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.

## **I. 5. des superalliages dans les turbomoteurs : [4]**

Les superalliages à base nickel sont utilisés à des températures comprises entre 700 et 1200°C, dans des atmosphères agressives. Pour se comporter de manière satisfaisante dans de telles conditions, ils doivent posséder des propriétés thermiques optimales, ainsi qu'une bonne résistance mécanique couplée à une importante ductilité. Pour atteindre ces objectifs, leur microstructure ainsi que leur composition ont évolué au fil des ans, comme en témoigne la figure une meilleure compréhension de l'influence des éléments d'addition a permis de créer des microstructures de plus en plus complexes, avec les carbures aux joints de grains permettent de combiner ductilité et résistance mécanique et de plus en plus de précipités intra et inter granulaire de type  $\gamma'$  s'opposant au déplacement des dislocations et assurant ainsi au

Matériau une bonne tenue au fluage. Les dernières générations des superalliages (solidification dirigée et monocristaux) utilisent en plus des techniques des fonderies particulières permettent d'obtenir un alignement des grains dans la direction des efforts, afin d'augmenter encore les propriétés mécaniques de ces matériaux et en particulier leur tenue au fluage.

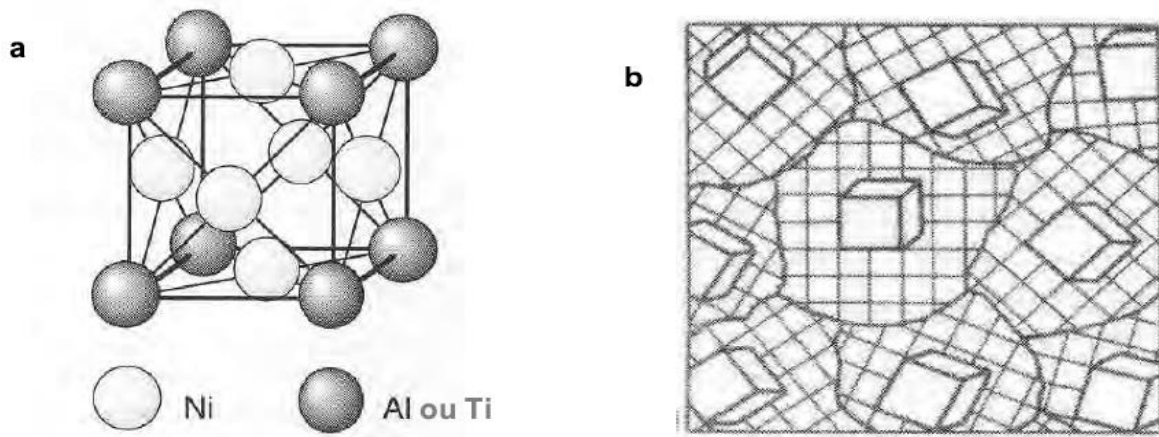
L'inconel 738 apparu vers 1970 est constitué en majorité d'une matrice austénitique base nickel appelée phase  $\gamma$ , dans laquelle est présente une fraction importante de précipités intermétallique de type  $Ni_3(Ti-Al)$  appelée phase  $\gamma'$ . La phase  $\gamma$  a une structure cubique faces centrées (c.f.c). Lors de la solidification, cette dernière se met en place, à partir du liquide, sous forme d'un réseau dendritique dont la croissance des branches se développe selon les trois directions  $\langle 100 \rangle$  du système cubique. Les orientations des trois directions de croissance des branches sont indépendantes d'une dendrite à l'autre. La microstructure obtenue dépend des Conditions de solidification. Pour les vitesses de refroidissement élevées, les dendrites croissent en adoptant une des directions de solidification préférentielle  $\langle 100 \rangle$ , dite primaire, autour de laquelle se développent des branches secondaires. Les dendrites possèdent alors une forme allongée dite colonnaire, plus moins alignée dans la direction du gradient thermique. Le terme de solidification dirigée est utilisé dans ces cas. A l'inverse, pour les faibles vitesses de refroidissement, il n'existe pas de direction préférentielle de croissance par rapport au gradient thermique. Les dendrites présentent une structure de taille relativement isotrope. La microstructure est alors qualifiée d'équiaxe.



**Figure I.1.** Evolution de la microstructure des superalliages [4].

Les précipités intermétallique, de structure cubique faces centrées (c.f.c), composent la phase  $\gamma'$  (figure.2a). La précipitation de la phase  $\gamma'$  intervient en phase solide, à partir d'une température appelée sol vus de la phase  $\gamma'$ . Le faible désaccord paramétrique entre les deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , généralement compris entre 0 et 2% suivant la composition chimique de l'alliage, permet une précipitation cohérente de la phase  $\gamma'$  au sein de la phase  $\gamma$ . (figure.2b).

Bien que la structure de ces alliages puisse être décrite assez simplement, leur composition chimique est en général très complexe et à évolué de façon important d'une génération de superalliages à l'autre. Il est en effet fréquent de retrouver des systèmes à dix constituants ou plus les excellentes propriétés mécaniques des superalliages à base nickel proviennent, d'une part, de la précipitation au sein de phase  $\gamma'$  à haute température .les dislocation doivent en effet, pour se déplacer, contourner ou cisailer les particules de  $\gamma'$ .



**Figure I.2.** (a), Structure cristallographique d'un précipité Ni<sub>3</sub>(Ti-Al), (b)-cohérence Cristallographie des précipités  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$ [4].

Le contrôle et la maîtrise de la caractéristique de la phase durcissant sont essentiels et passent par la compréhension des mécanismes de transformation de phase ainsi que par la connaissance de l'influence des traitements thermiques sur la microstructure.

## I. 6. Pourquoi le superalliage INC 738 LC :

### I.6.1. Le superalliage INC 738 LC :

IN738LC est un superalliage à base de nickel renforcé par une solution solide et les mécanismes de durcissement par précipitation. Il est largement utilisé comme composants de la partie chaude des moteurs d'avion et de l'énergie terrestre turbines de génération, en raison de son excellente résistance à haute température, résistance à la corrosion à chaud et résistance à l'oxydation. L'inconel 738 est un superalliage à base de nickel de large utilisation

Pour les applications de haute température, spécialement pour la fabrication d'aubes de turbines à gaz récentes. Il présente une bonne résistance au fluage et à la corrosion sèche, Deux versions de cet alliage sont produites :

- a) Inconel **738C** (high carbon version).
- b) Inconel **738LC** (low carbon version).

La différence entre les deux est le pourcentage de carbone, le premier avec 0.17%C et le deuxième avec 0.11%C ; le premier est largement utilisé[5].

### **I.6.2. Présentation du matériau de l'Inconel 738 :**

Les alliages à base de Nickel-Chrome, appelée les (**Inconel**) présentent une forte teneur en nickel et chrome, qui leur confèrent une résistance aux milieux oxydant et réducteurs. Ils s'adaptent également aux milieux corrosifs à température élevée.

<<**Inconel**>> est une marque déposée son nom dérive de la compagnie canadienne INCO (International of Nickel Company of Canada)[6].

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), 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[5]. 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 [7]. Les alliages Inconel sont une famille de superalliages non magnétiques à base de nickel. L'alliage Inconel 738

Contient 60% de nickel, 16% de chrome et 8,5% de cobalt et d'autres métaux tels que l'aluminium ou le titane ou le tungstène en concentrations plus faibles. La haute teneur en chrome de l'Inconel 738 élève sa résistance à l'oxydation considérablement au-dessus de celle du nickel pur, tandis que sa haute teneur en nickel offre une bonne résistance à la corrosion dans des conditions réductrices. Ainsi, il est souvent utilisé dans des conditions extrêmes, telles que des pièces de moteur d'avion, dans des aubes de turbine de centrales à gaz, des roues de turbocompresseur, des cuves de traitement chimique et sous pression[8].

**I.6.3.Composition de l'Inconel 738 :**

Elément	Composition (% en masse)			
	IN-738C (high carbon)		IN-738LC (low carbon)	
	Gamme	Nominale	Gamme	Nominale
Carbone	0.15-0.20	0.17	0.09-0.13	0.11
Cobalt	8.00-9.00	8.50	3.00-9.00	8.5
Chrome	15.70-16.30	16.00	15.70-16.30	16.00
Molybdène	1.50-2.00	1.75	1.50-2.00	1.75
Tungstène	2.40-2.80	2.60	2.40-2.80	2.60
Tantale	1.50-2.00	1.75	1.50-2.00	1.75
Niobium	0.60-1.10	0.90	0.60-1.10	1.75
Aluminium	3.20-3.70	3.40	3.20-3.70	3.40
Titan	3.20-3.70	3.40	3.20-3.70	3.40
Zirkonium	0.05-0.15	0.10	0.03-0.08	0.05
Bore	0.005-0.015	0.010	0.007-0.012	0.10
Fer	0.05max	*	0.05max	*
Manganèse	0.02max	*	0.02max	*
Silicium	0.30max	*	0.30max	*
Sulfure	0.015max	*	0.015max	*
Nickel	Balance	Balance (61)	Balance	Balance (61)

\* minimum possible

**Tableaux I.2.**La Présente la composition chimique de l'Inconel 738[5].

C	Cr	Ti	Al	Fe(max)	Nb	Ta	Co(max)	Zr	Ni
0.09	15.7	3.20	3.20		0.60	1.50	8.00	0.03	
-	-	-	-	0.35	-	-	-	-	rest
0.13	16.3	3.70	3.70		1.10	2.00	9.00	0.08	

**Tableaux I.3.**Composition chimique de l'Inconel 738 LC [9].

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  $\gamma'$  en augmentant la quantité de tungstène au détriment du molybdène.

- **l'aluminium** et **le titane** permettent de durcir le matériau, à la fois par solution solide et par précipitation de la phase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Ti,Al). Il est possible de réduire la fraction Volumique de phase  $\gamma'$  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  $\gamma$  et la phase  $\gamma'$ . 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. 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 [7].

### **I. 7.Métallurgie physique de INC 738LC :[10]**

L'Inconel 738 est un superalliage à base de nickel renforcé à la fois par une solution solide et durcissement par précipitation. Il possède une excellente résistance à la rupture par fluage et à la corrosion à chaud résistance aux températures élevées. Inconel 738 se compose d'un cfc (face centrée cubique) matrice de solution solide austénitique, généralement appelée phase gamma, avec une intermétallique phase appelée gamma prime incorporée. IN 738 tire sa force de la précipitation de l'intermétallique L12 ordonné (phase gamma prime). Deux types de l'alliage existe ; la version à haute teneur en carbone, normalement désignée comme IN 738C, et la version à faible teneur en carbone version désignée IN 738LC. La version à haute teneur en carbone IN 738C contient environ 0,15-0,20% en poids de carbone tandis que la version à faible teneur en carbone IN 738LC contient du carbone plage de 0,09 à 0,13% en poids. IN 738LC contient également une plus faible teneur en zirconium qu'améliore sa coulabilité.

Afin d'éviter la formation de micropores pendant le lingot4solidification, pression isostatique chaude, qui implique l'application d'une pression isostatique, est appliqué dans une atmosphère inerte (argon) à haute température. L'alliage est soumis à un traitement thermique en solution standard (SHT) à 1120oC pendant 2 heures et refroidi à l'air. C'est suivi directement d'un traitement de vieillissement standard à 845oC pendant 24 heures, puis à l'air

Refroidi. La plage de fusion de l'IN 738 se situe entre 1230°C et 1315°C alors que sa densité est de 8,11 g / cm<sup>3</sup>.

### I. 8. Les différentes classes d'alliage de nickel :

Les alliages de nickel sont généralement classés suivant différents critères :

#### 1. la résistance à la corrosion :

- les alliages résistant à la corrosion humide.
- les superalliages résistant à la corrosion humide.
- les alliages résistant à la corrosion sèche (haute température), dits réfractaires.
- les superalliages résistant à la corrosion sèche, dits super réfractaires ;

#### 2. le mode d'élaboration :

- les alliages moulés,
- les alliages corroyés,
- les alliages issus de la métallurgie des poudres ;

#### 3. les possibilités de durcissement :

- les alliages non durcis par précipitation,
- les alliages de nickel durcis par précipitation.

### I. 8.1. Alliages et superalliages résistant à la corrosion humide : [11]

L'alliage de base de cette catégorie est l'alliage NiCu30 à 30 % de cuivre dont les performances mécaniques sont déjà améliorées par rapport au nickel pur :

$$R_{p0,2} > 170 \text{ N/mm}^2 \text{ au lieu de } 105 \text{ N/mm}^2$$

$$R_m > 480 \text{ N/mm}^2 \text{ au lieu de } 380 \text{ N/mm}^2$$

$$A > 35 \% \text{ n'a pas varié.}$$

Ces performances peuvent encore être augmentées par des additions d'éléments d'alliage à des teneurs leur permettant de rester en solution solide comme par exemple avec l'alliage

$$\text{NiCu30Al3Ti} (R_{p0,2} > 585 \text{ N/mm}^2,$$

$$R_m > 900 \text{ N/mm}^2 \text{ et } A > 20 \%).$$

En cas de corrosion sévère on utilise des alliages contenant du chrome (de 14 à 23 % environ) avec addition d'éléments améliorant la résistance à la corrosion et/ou les performances mécaniques ; parmi les alliages les plus connus ces derniers atteignent approximativement les niveaux suivants :

$$410 < R_{p0,2} < 1035 \text{ N/mm}^2,$$

$$800 < R_m < 1050 \text{ N/mm}^2,$$

$$30 > A > 10 \%).$$

Tous ces alliages subissent un traitement thermique qui a essentiellement pour objet d'éviter la présence de précipités et d'hétérogénéités chimiques. Il comporte donc une mise en solution à haute température (900 à 1 200 °C selon la nuance) suivie d'un refroidissement suffisamment rapide pour éviter toute ré-précipitation (refroidissement à l'eau ou par un gaz suivant la nuance et les dimensions du volume traité).

### **I.8.2. Alliages et superalliages résistant à la corrosion sèche (haute température) dits réfractaires et super réfractaires : [11]**

L'obtention de la résistance à la corrosion sèche fait intervenir l'action de différents éléments :

1. la protection contre l'oxydation est assurée par les éléments d'alliage capables de former une couche d'oxydes protectrice (Cr, Al et Si avec Y et Ce pour améliorer l'adhérence) et, éventuellement par des revêtements (de chrome par exemple).
2. la protection contre l'action du soufre qui forme avec le nickel un eutectique (Ni-Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>) qui fond vers 650 °C est assurée par un revêtement d'aluminium qui fait écran. A ces alliages il est par ailleurs demandé de résister mécaniquement à chaud c'est-à-dire d'avoir des limites d'élasticité à chaud les plus élevées possible et de présenter une bonne tenue au fluage. La satisfaction de ces dernières exigences ainsi que de celles concernant la résistance à la corrosion sèche oblige à des compromis. En effet il est nécessaire de limiter la quantité précipitable de composés intermétalliques des types Ni<sub>3</sub>Al et Ni<sub>3</sub>Ti ainsi que la teneur en chrome pour conserver l'aptitude au laminage et forgeage à chaud. Dans ces conditions il sera nécessaire de recourir, aux solutions suivantes :

**2/a.** Durcissement par effet de solution solide (additions de Mo et W).

**2/b.** Revêtement de chrome.

3. grossissement (par chauffage à haute température) et renforcement disjoints (par addition de faible quantité de B et Zr). La situation qui vient d'être décrite explique que soient proposées de nombreuses nuances dont la mise en œuvre comporte des traitements thermiques mais aussi des traitements thermochimiques et des revêtements. Les alliages qui ne sont pas durcis par précipitation subissent un traitement thermique qui a essentiellement pour objet d'éviter la présence de précipités et d'hétérogénéités chimiques. Il comporte donc une mise en solution à haute Température (1 100 à 1 200 °C selon la nuance) suivie d'un refroidissement suffisamment rapide pour éviter toute ré-précipitation (refroidissement à l'eau ou par

Gaz suivant la nuance et les dimensions du volume traité). Leurs propriétés mécaniques à température ambiante sont de l'ordre de :

$$200 \leq R_{p0,2} \text{ N/mm}^2 \leq 600$$

$$600 \leq R_m \text{ N/mm}^2 \leq 1\ 000$$

$$35 \leq A \% \leq 45$$

À titre indicatif, on peut considérer que leur résistance au fluage peut-être telle que la rupture en 10 000 heures se produise pour des niveaux de sollicitation atteignant 110 N/mm<sup>2</sup> à 700 °C, 50 N/mm<sup>2</sup> à 800 °C, 25 N/mm<sup>2</sup> à 900 °C.

Les alliages qui sont durcis par précipitation subissent une mise en solution haute température (950 à 1 150 °C selon la nuance) suivie d'un refroidissement suffisamment rapide

Pour éviter toute ré-précipitation (généralement un refroidissement par gaz suffit). La précipitation optimale peut être réalisée au cours d'un seul revenu ou de deux revenus (pour permettre une judicieuse répartition des précipités dans les grains mais aussi dans les joints de grains). Leurs propriétés mécaniques à température ambiante sont de l'ordre de :

$$750 \leq R_{p0,2} \text{ N/mm}^2 \leq 1\ 100$$

$$900 \leq R_m \text{ N/mm}^2 \leq 1\ 500$$

$$25 \geq A \% \geq 8$$

À titre indicatif, on peut considérer que leur résistance au fluage peut être telle que la rupture en 10 000 heures se produise pour des niveaux de sollicitation atteignant 400 N/mm<sup>2</sup> à 700 °C, 170 N/mm<sup>2</sup> à 800 °C, 60 N/mm<sup>2</sup> à 900 °C.

## **I. 9. Etude détaillée des phases existantes dans les superalliages INC 738 LC:**

### **I. 9.3. Les phases qui forment la microstructure du superalliage à base de Nickel INC 738 LC :**

Le superalliage à base de Nickel INC 738 LC élaboré par fonderie- par coulé- est caractérisé par une structure poly cristalline constitué des phases suivantes :

- La phase austénite  $\gamma$  (matrice, phase mère) .
- La phase  $\beta$  : (Ni(Al, Ti)) dite la phase d'Heusler.

#### **I. 9.3.1. les phases Géométriquement Compactes (GCP) :**

##### **I. 9.3.1.1. Précipités durcissants majeures : ( $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al)**

Les phases géométriquement compactes sont des phases de formule A<sub>3</sub>B, elles comprennent les phases de durcissement majeures suivantes :

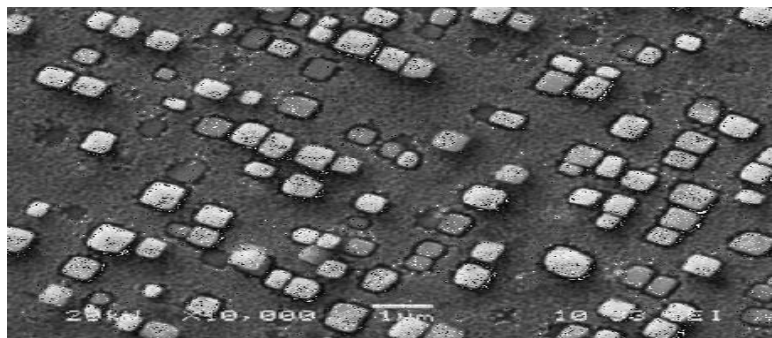
- a) La phase  $\gamma'$  (FCC ordonnée, Ni<sub>3</sub>Al).
- b) La phase  $\gamma''$  (tétraogonale centré ordonnée DO<sub>22</sub>, Ni<sub>3</sub>Nb).

- c) La phase  $\delta$  (Orthorhombique ordonnée  $\text{Cu}_3\text{Ti}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ).
- d) La phase  $\eta$  étroitement lié (hexagonal compact ordonnée  $\text{DO}_{24}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  parfois notée  $\eta$  phase).
- e) Les composés eutectiques.

#### 1/a. phase $\gamma'$ ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ):

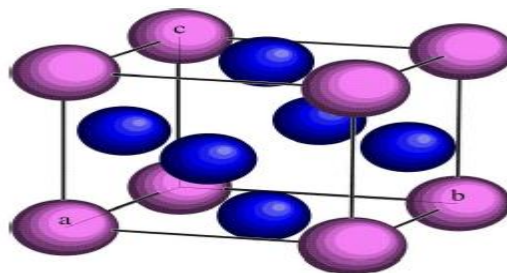
Principale responsable du durcissement structural des superalliages de nickel, est constituée de précipités intermétalliques de type  $\text{A}_3\text{B}$  et de structure CFC, en cohérence avec la matrice austénitique. D'une bonne ductilité, cette phase a tendance à coalescer ("coarsening") aux températures supérieures à  $0,6 T_f$ , entraînant une diminution de la résistance au fluage. On retarde le grossissement des précipités  $\gamma'$  et leur transformation en une phase indésirable grâce à une teneur suffisante en niobium et en tantale[16].

Cette phase de structure cristallographique cubique simple de type L12 (Figure 5) a pour paramètre de maille  $a_{\gamma'} = 3,59 (+/-0,2) \text{ \AA}$ , et une composition chimique de type  $\text{A}_3\text{B}$  où A représenté majoritairement du nickel et B de l'Al, du Ti et du Nb. Les éléments Ti et Al imposent la structure et la stabilité du précipité tandis que le Nb dissous dans ces phases se substitue à Al. Aussi la composition de cette phase dépendra fortement de la composition de l'alliage. Sa formule chimique moyenne est  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti},\text{Nb})$ [17].

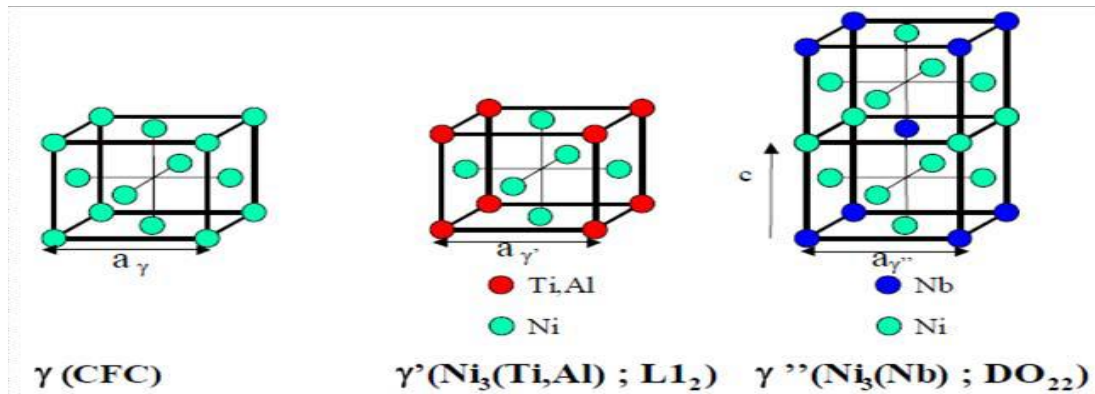


**Figure I.3.** Microstructure d'un superalliage montrant la précipitation de la phase  $\gamma'$ .

Précipité la phase  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$ [39].



**Figure I.4.** Maille de  $\gamma'$ - $\text{Ni}_3\text{Al}$  (en bleu les atomes de Nickel et en rose les atomes D'Aluminium)[18].



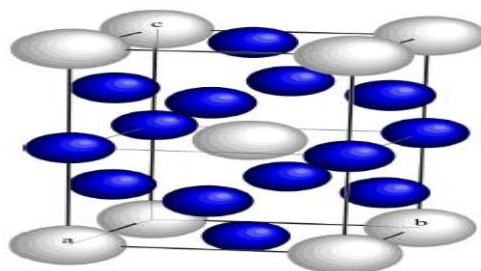
**Figure I.5.** Mailles cristallines des phases  $\gamma$ ,  $\gamma'$  et  $\gamma''$  [17].

C'est une phase stable et cohérente avec la matrice, dont le désaccord paramétrique avec la matrice est minimisé par la proximité des valeurs du paramètre de maille de  $\gamma$  et de  $\gamma'$ . Cependant, en fonction de la composition de l'alliage, de la composition du précipité et de l'histoire thermomécanique de l'alliage, celui-ci peut varier de -0,3% à 1%.

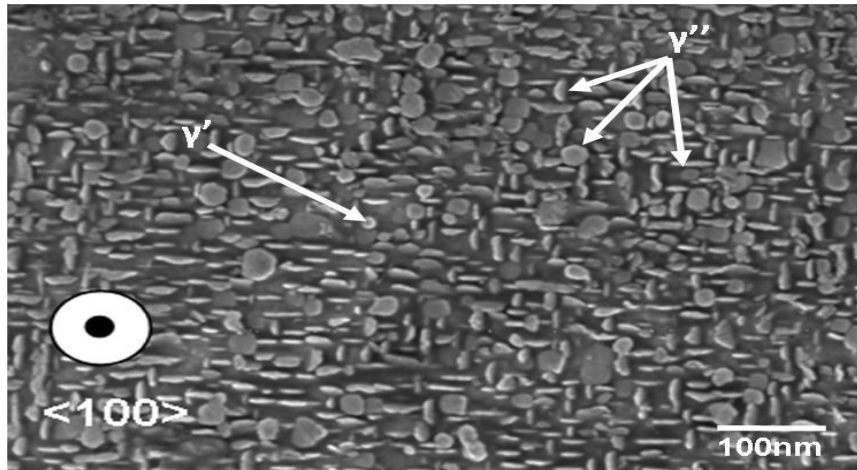
Enfin ces précipités sont dits durcissants car ils participent à l'élévation des propriétés mécaniques des alliages. Cependant, leur contribution au durcissement structural global n'excède pas 10-20%. Le mécanisme principal de durcissement associé à ces précipités est relié à la création de paroi d'antiphase par passage de dislocations partielles et aux déformations de cohérence entre matrice et précipités. Certains superalliages sont durcis exclusivement par cette phase [17].

### 1/b. La phase $\gamma''$ ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) :

La structure cristallographique de cette phase est quadratique centrée de type DO<sub>22</sub> (Figure 5) avec comme paramètres de maille :  $a_{\gamma''} = 3,59 \text{ \AA}$  et  $c_{\gamma''} = 7,40 \text{ \AA}$ . Sa formule chimique générale,  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ , présente quelques variations liées à la substitution du Nb par Ti, Ta, ou Al qui sont plus solubles dans  $\gamma''$  que dans  $\gamma$ . Elle doit sa présence dans les alliages 738 à la teneur élevée en Nb.



**Figure I.6.** Maille de  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium) [18].



**Figure I.7.** Morphologie et distribution des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$  dans l'alliage 738 par [Micrographie MEB-FEG -J.M. Cloué][17].

Le rôle de cette phase est capital pour la tenue mécanique des alliages 738 et car sa présence, conjointe avec la phase  $\gamma'$  dans l'alliage 738 est la principale source de durcissement de ces alliages. Le durcissement engendré par cette précipitation dépend du mode de franchissement des précipités par les dislocations (cisaillement ou contournement) et de la création des parois d'antiphases résultantes, et dans une moindre mesure de la déformation de cohérence.

En tant que composé intermétallique isolé, la phase  $\gamma''$  est stable jusqu'à très haute température. Toutefois, dès qu'elle est précipitée dans la matrice  $\gamma$ , sa stabilité à haute température doit être reconsidérée. En effet, à haute température, des mécanismes assurant la cohérence du précipité et ceux conduisant à sa modification et sa dissolution sont en compétition et les paramètres métallurgiques locaux tel que l'écroûissage peuvent intervenir en favorisant certains de ces mécanismes. L'augmentation de solubilité dans la matrice des espèces constituant le précipité avec la température peut aussi résulter en la remise en solution de ces précipités.

### 1/c. La phase $\delta$ (Ni<sub>3</sub>Nb) :

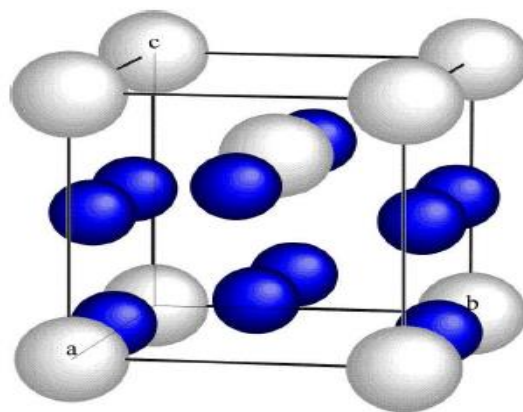
La phase ordonnée  $\delta$  a une structure orthorhombique de type D0a. Les trois paramètres de maille qui la définissent, sont respectivement  $a\delta=5,14 \text{ \AA}$ ,  $b\delta=4,23 \text{ \AA}$  et  $c\delta=4,53 \text{ \AA}$  et en font une phase semi-cohérente ou non cohérente avec la matrice  $\gamma$ . Sa composition chimique générale est identique à la phase  $\gamma''$  (Ni<sub>3</sub>Nb) dont elle est la formestable. Deux mécanismes de formation de la phase  $\delta$  ont été proposés. Le premier mécanisme se base sur la germination de cette phase à partir d'une mise en ordre géométrique de la séquence

D'empilement de  $\gamma''$ . Ce défaut d'empilement trouve son origine dans le cisaillement de  $\gamma''$  par passage d'une dislocation partielle de type  $a/6\langle 1-21 \rangle$ . Ces fautes surviennent lors du vieillissement thermomécanique de l'alliage, ou durant l'historique d'élaboration de l'alliage avant utilisation (par exemple, lors d'un écrouissage). Le deuxième mécanisme a été établi récemment par Niang, et se fonde sur des observations en MET à haute résolution. Il a alors montré que la phase  $\delta$  pouvait précipiter directement à partir de la matrice par une mise en ordre sans qu'il y ait passage par une structure métastable  $\gamma''$  d'où l'importance des hétérogénéités de composition dans le matériau. Ces deux mécanismes de formation sont complémentaires. Toutefois, les conditions thermomécaniques et de traitement thermique favoriseront l'un ou l'autre. Cette phase peut s'observer dans les alliages base Ni sous deux morphologies : une morphologie aciculaire (Figure 11(c)), et une morphologie globulaire en galets (Figure 11(a)- (b)). La morphologie aciculaire germe préférentiellement aux joints de grains puis s'étend dans le grain sous forme d'aiguilles le long des plans denses de la matrice  $\{111\}$ , elle peut également germer intragranulairement sur les bandes de glissement qui ont fauté la phase  $\gamma''$  à l'intérieur d'un grain. Les relations d'orientation entre la matrice et ce type de phase  $\delta$  sont les suivantes :

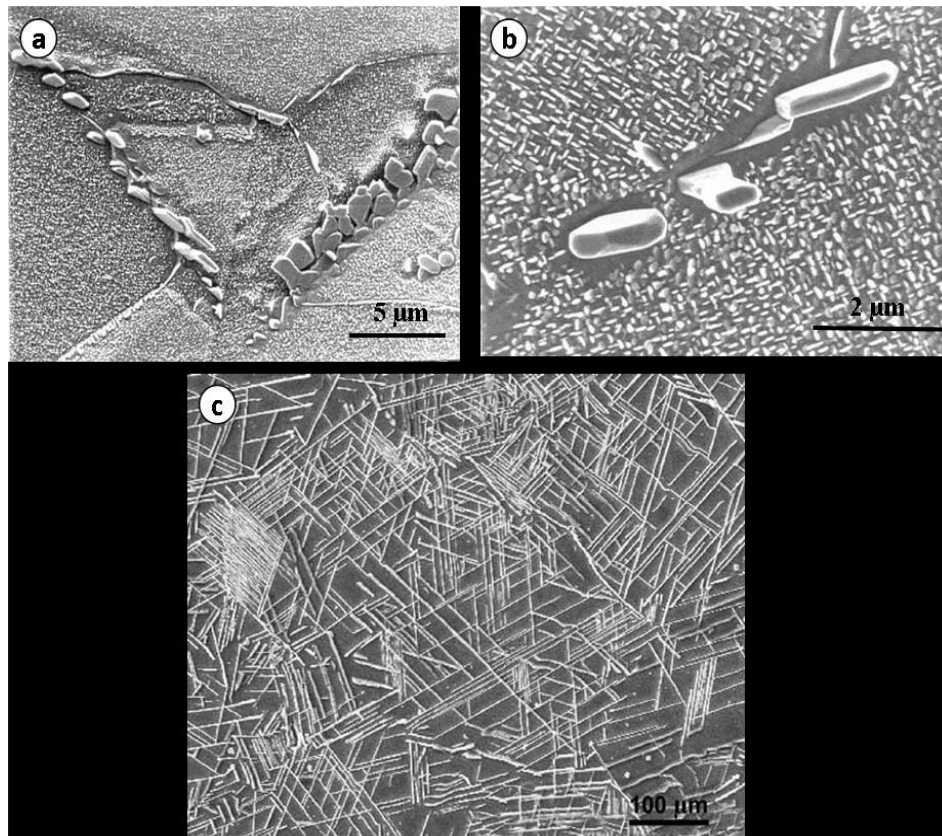
$$(111)\gamma // (010)\delta$$

$$[110-]\gamma // [100]\delta$$

La morphologie globulaire germe aux joints de grain principalement à cause des hétérogénéités chimiques entre coeur de grain et joints de grain. Une autre origine de cette morphologie est la fragmentation des aiguilles précédemment précipitées lors de traitements thermomécaniques.



**Figure I.8.** Maille de  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium)[18].



**Figure I.9.** (a). Phase  $\delta$  précipitée aux joints de grains. (b). Phase  $\delta$  globulaire et appauvrissement du durcissement structural. (c). Phase  $\delta$  sous forme d'aiguilles[17].

#### 1/d. La phase $\eta$ ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ):

La structure cristallographique de la phase  $\eta$  est hexagonale ordonnée de type  $\text{DO}_{24}$ . Sa formule chimique est  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ . La formation de cette phase est possible lors du survieillessement dans des alliages où le ratio  $\text{Ti}/\text{Al}$  est élevé, ou après solidification dans des alliages présentant des zones de ségrégation où ce même rapport est élevé. La phase  $\eta$  germe principalement sur les joints de grains de fortes désorientations et va croître en aiguilles vers le coeur du grain ou de manière plus globulaire le long des joints de grain. La forme globulaire n'a pas de relation d'épitaxie particulière avec la matrice tandis que la forme aciculaire croît en respectant les relations d'orientation suivantes avec la matrice

$$\begin{aligned} (111)\gamma // (0001)\eta \\ \langle 1-10 \rangle \gamma // \langle 11-20 \rangle \eta \end{aligned}$$

Sa précipitation et sa croissance se font au détriment des phases  $\gamma''$  et  $\gamma'$ , et donc affaiblissent les propriétés mécaniques de l'alliage. De plus, on la suppose comme étant un site préférentiel d'amorçage de fissures à haute température. Enfin, le Cr et le Mo qui ont une faible solubilité dans cette phase, vont être rejetés vers la matrice et vont enrichir les zones proches de la

Phase  $\eta$ . En fonction de la composition chimique locale, la Co-précipitation de phases topologiquement compactes tels que les phases  $\alpha\text{Cr}$  ou  $\sigma$ , néfastes également à la tenue mécanique est souvent constatée(Figure 10).

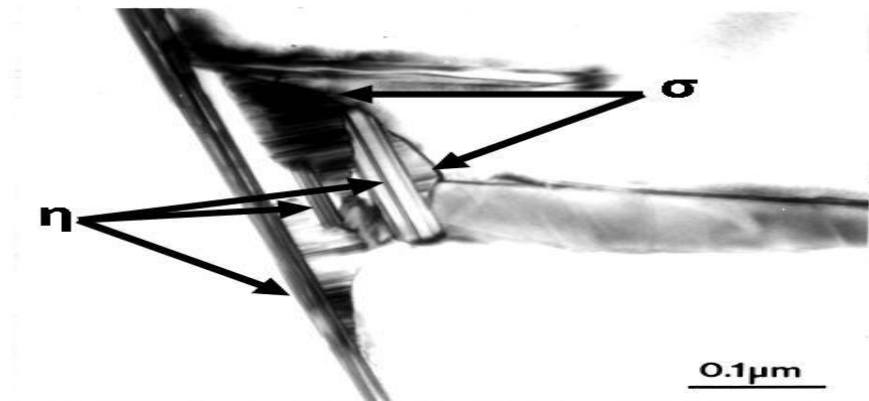


Figure I.10. Co-précipitation de la phase  $\sigma$  et  $\eta$  dans l'alliage 725[17].

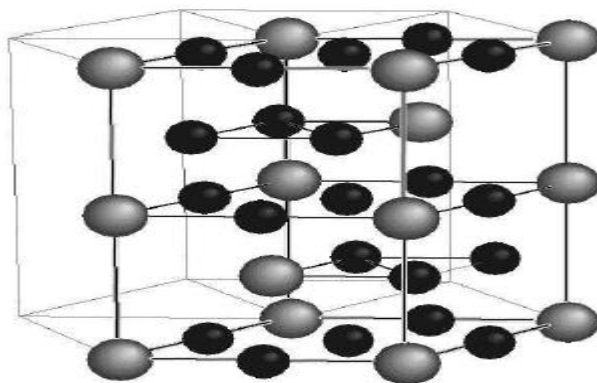


Figure I.11. Maille de  $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$  (en gris les atomes de Nickel et en noir les atomes de Titane)[36].



Figure I.12. Précipitation de la phase  $\eta$  dans l'alliage MP3 [18].

### 1/e. Les composés eutectiques :

Les constituants eutectique  $\gamma' / \gamma$  sont constitués de précipité  $\gamma'$  sous forme de lamelles, de fines plaquettes, de radeaux ou encore de coquillage au milieu de phase. Ces eutectique induisent des hétérogénéités locales de déformation : dans ces zones, les dislocations forment des boucles mais ne peuvent pas cisailer les précipités. Un diagramme pseudo ternaire (figure 13) Ni, Cr, Ti, montre que les conditions de fonderie peuvent aboutir à la formation de pavés eutectique, qui mêlent les phases  $\gamma' / \gamma$  [35].

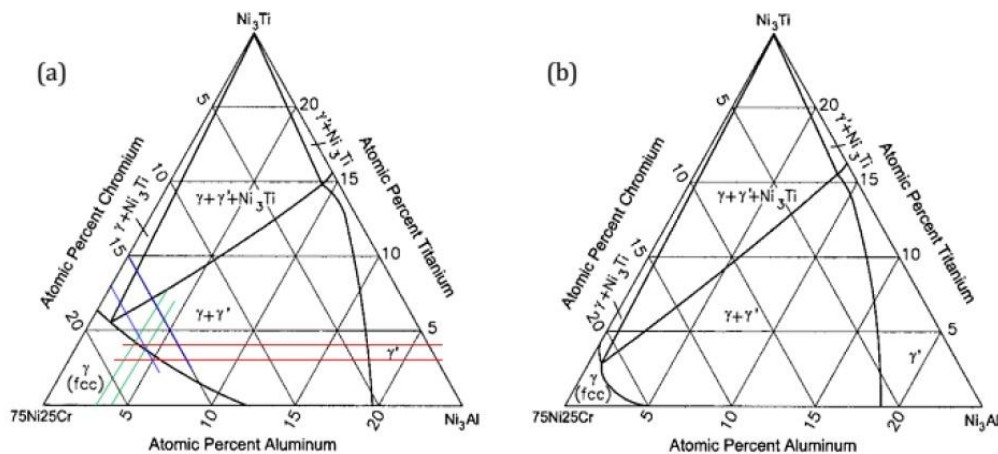


Figure I.13. Diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Ti (a) à 1000°C et (b) à 750°C [35].

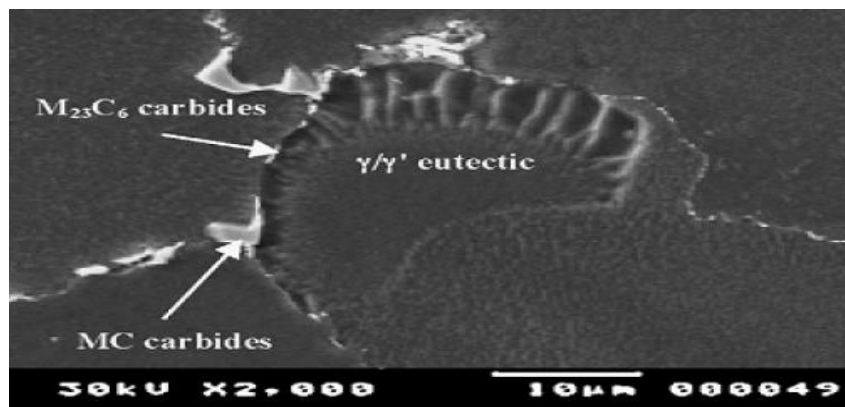
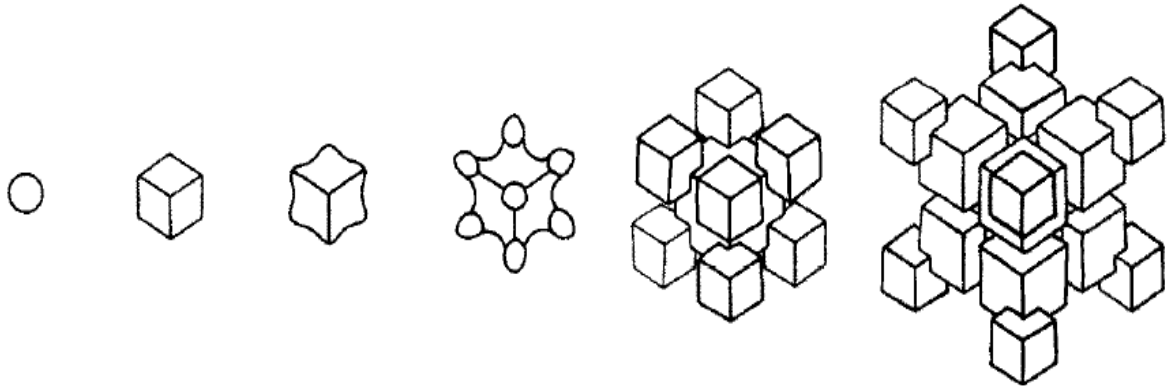


Figure I.14. Les compositions eutectiques  $\gamma' / \gamma$  aux joints de grains [12].

En ce que concerne la température eutectique de l'inconel 738, des analyses DSC ont montré que la solidification de cet alliage se terminait par une réaction de type eutectique à une température comprise entre 1180°C et 1198°C suivant les auteurs. Ces températures sont donc nettement inférieures à la température de solidus de l'alliage qui se situe aux environs de 1232°C.

Brut de fonderie, l'IN738LC présente une importante précipitation de précipités  $\gamma'$  de type  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ . Ces précipités se forment à l'état solide pendant le refroidissement du matériau.

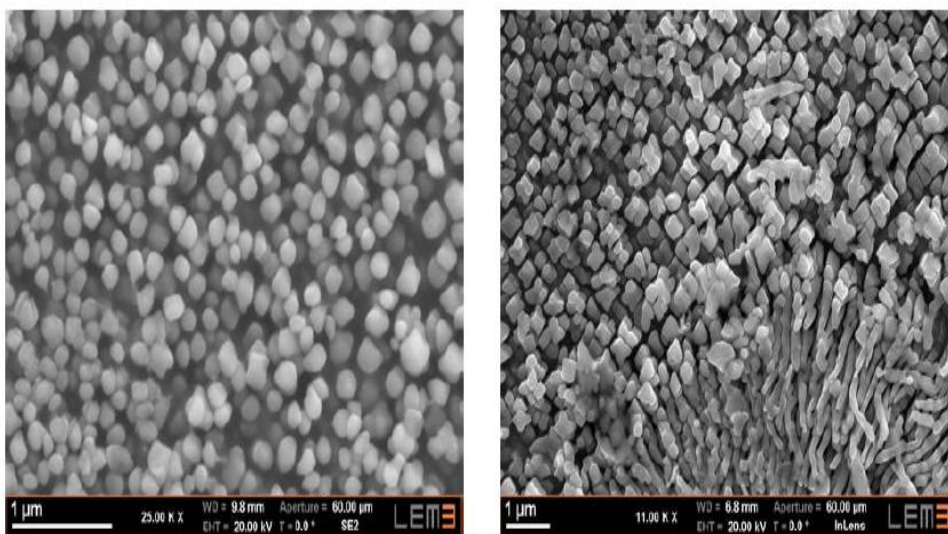
Les tailles et morphologies des précipités dépendent fortement de la cinétique de refroidissement. Un refroidissement très rapide favorise une fine précipitation. A l'inverse, un refroidissement plus lent favorise la formation de précipités plus gros avec des formes moins sphériques, qui sont également moins cohérentes avec la matrice (figure 15)[22].



**Figure I.15.** Précipité  $\gamma'$  de sa forme la plus cohérente avec la matrice (à gauche) à sa forme la moins cohérente (à droite)[22].

Sur les échantillons étudiés bruts de fonderie, la taille des précipités se révèle bien hétérogène. Dans les espaces intra dendritiques, les précipités sont essentiellement cubiques ou sphériques, de dimensions inférieures à 200 nm (figure 16a).

Ces précipités sont ainsi fortement cohérents avec la matrice. En revanche, dans les espaces inter dendritiques et surtout à proximité des eutectiques (figure 16b), la précipitation est plus grossière (entre 200 nm et 400 nm) et les précipités perdent leurs formes sphériques.

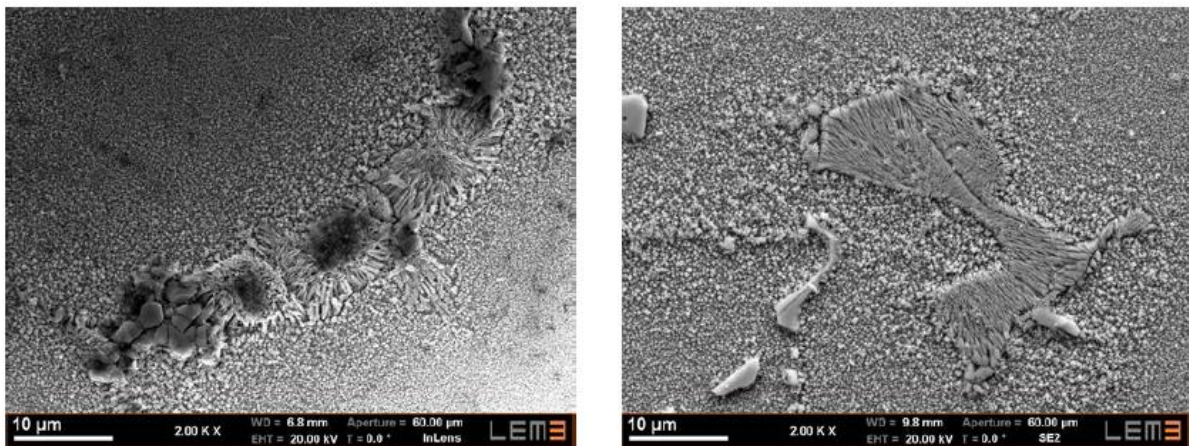


(a) Précipitation intradendritique

(b) Précipitation à proximité d'eutectiques

**Figure I.16.** Précipitation  $\gamma'$  IN738LC brut de fonderie[22].

Brut de fonderie, l'IN738LC présente également une proportion non négligeable de composés eutectiques de type  $\gamma'$ - $\gamma$ . Ces eutectiques se présentent sous des formes variées (figure 19) : lamelles, coquillages, plaquettes ou radeaux mais se caractérisent toujours par des ilots de gros précipités  $\gamma'$  séparés par de la phase  $\gamma$ . De la même manière que les précipités interdendritiques, les eutectiques se forment lors du refroidissement du matériau à cause de la sursaturation en éléments  $\gamma'$  gènes. Ces composés ne sont généralement pas désirés car ils abaissent les propriétés mécaniques en fluage. De plus, les eutectiques sont des composés à bas point de fusion qui peuvent générer des brûlures lors des traitements thermiques ultérieurs. De ce fait, ils empêchent généralement la réalisation de traitements thermiques supersolvus de la phase  $\gamma'$ . Il est toutefois possible de diminuer la quantité d'eutectiques en jouant sur la température et la durée des traitements thermiques de mise en solution [22].



(a) Ilot d'eutectiques

(b) Eutectique en forme de coquillage

**Figure I.17.** Eutectiques  $\gamma$ - $\gamma'$  IN738LC brut de fonderie [22].

### I. 9.3.1.2 .Les Précipités durcissants mineurs :

#### 1. Les carbures :

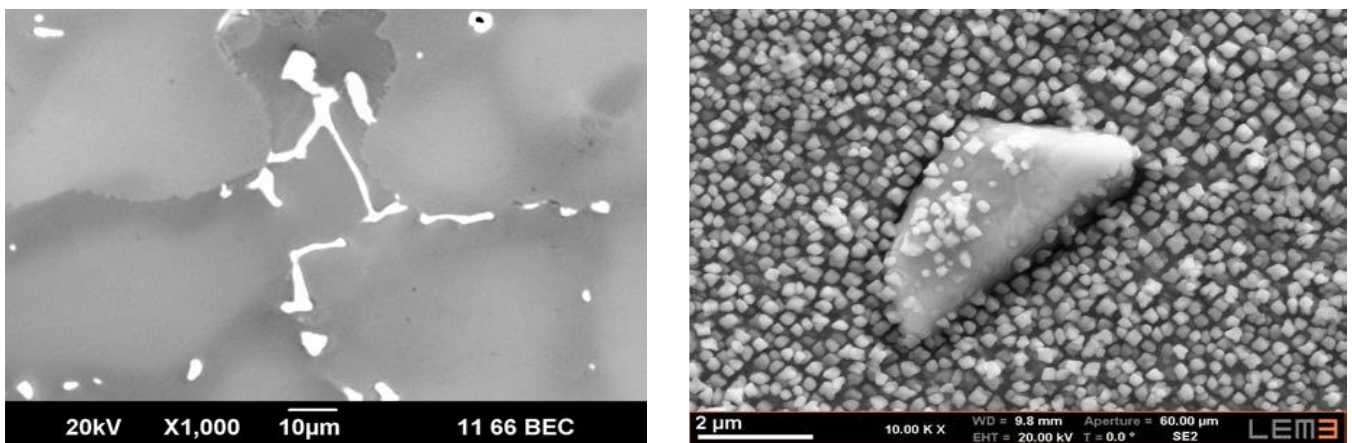
Le carbone présent dans le superalliage précipite sous forme de carbures. Dans les superalliages base nickel, ces carbures se forment préférentiellement aux joints de grain, contrairement aux superalliages base fer ou cobalt, où l'on trouve facilement des carbures intra granulaires. Dans les superalliages base nickel on trouve trois types de carbures :

- Des carbures de type MC où M = Ta, Nb, Ti, Hf, Zr et Mo, W en substitution.
- Des carbures de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> = Cr, Mo, W.
- Des carbures de type M<sub>6</sub>C = Mo, W, Co, Ni [14].

Les joints de grains sont bordés par des carbures de formes et de tailles variées : de 1µm à 2µm pour les carbures sphériques (figure 18 b), jusqu' à des carbures allongés de plusieurs dizaines de µm (figure 18 a). Du fait de leurs morphologies complexes, certains carbures sont qualifiés de caractères chinois. Des analyses EDS permettent de montrer que les carbures sont de type MC avec une prédominance des éléments Ta, Ti et Nb (tableau 4 et figure 19). [13]

Élément	Ta	Ti	Nb	W	Ni	Mo	Cr	Co	Al
Masse (%wt)	36,54	28,14	15,85	6,58	5,42	4,19	1,88	0,78	0,60

fonderie [13].



(a) Carbures intergranulaires. (b) Zoom sur un carbure MC.

Figure I.18. Carbures IN738LC brut de fonderie [13].

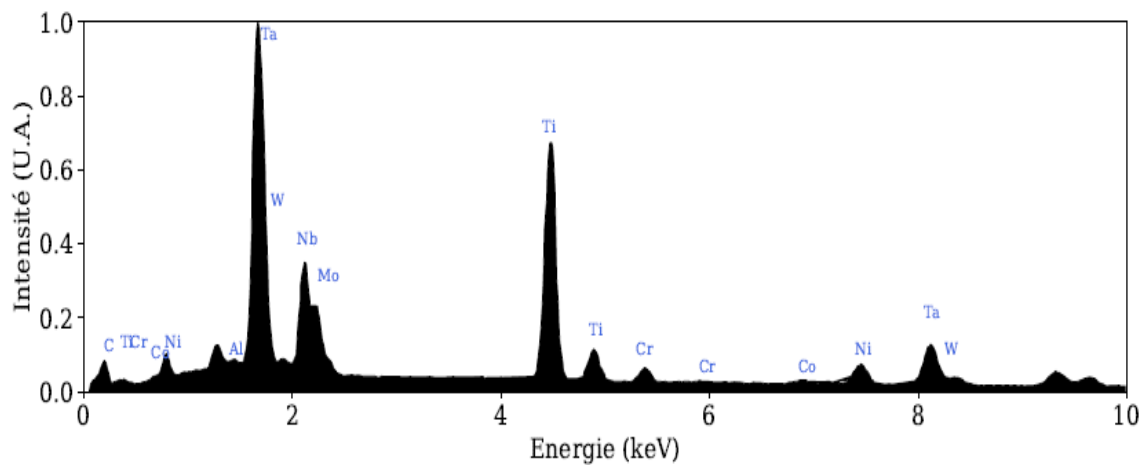
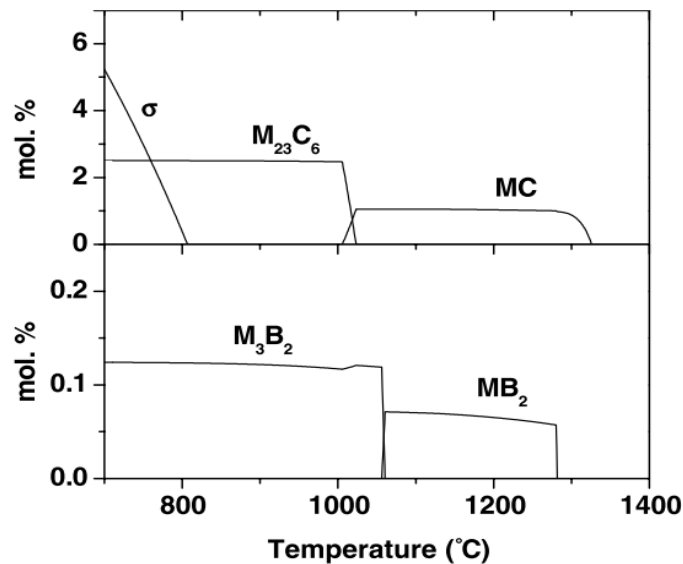


Figure I.19. Spectre EDS d'un carbure MC IN738LC brut de fonderie [13].

Le diagramme d'équilibre de l'IN738LC (figure 20) explique la prédominance des carbures MC. En effet, ils sont les premiers à se former lors du refroidissement depuis le liquide. Ils sont d'ailleurs nommés carbures primaires. Comme pour les eutectiques, les éléments carburigènes (C, Ti, Ta, Nb) ségrégent facilement dans les espaces inter dendritiques pendant le refroidissement depuis le liquide. Les carbures de type  $M_{23}C_6$  se forment à des températures plus basses, notamment pendant le traitement de vieillissement, classiquement réalisé à 840 °C.

Ils peuvent également se former pendant la durée en service de la pièce à des températures relativement élevées. Ils n'ont donc logiquement pas été observés sur les échantillons pré-réparation. De plus, d'après le diagramme d'équilibre, des borures de type  $MB_2$  peuvent précipiter en faible proportion, mais n'ont cependant pas été observés. Ojo a également observé des sulpho-carbures  $M_2SC$  qui n'ont pas été vus.



**Figure I.20.** Diagramme de phases d'équilibre de l'IN738LC [13].

### 1/a. Carbures MC (carbures primaires):

Les carbures de type MC, se forment durant la solidification de l'alliage. Le Carbone interagit alors avec les éléments réactifs comme le hafnium le zirconium, le titane, le tantale et le niobium pour former ce type de carbures. Ils se solidifient selon une distribution discrète et Hétérogène dans l'ensemble de l'alliage, de manière intra et intergranulaires [14].

Les carbures MC ont la formule générale MC, où «M» représente des éléments métalliques tels que le titane, le tantale, le niobium ou le tungstène [15].

Les carbures MC sont des carbures stables qui se forment en dessous de la température à laquelle la solidification commence. Leur tendance à se dissoudre dans la phase solide

Pendant le traitement thermique en solution est faible. Les carbures MC se présentent sous la forme de particules irrégulières discontinues en blocs, bien que des types en forme de plaque et réguliers aient été observés [15]. De même qu'à l'état brut de fonderie, les carbures de l'IN738LC mis en solution (figure 21) sont presque exclusivement des carbures de type MC. Ceux-ci sont enrichis en tantale, titane et niobium et dans une moindre mesure en niobium et molybdène (tableau 5 et figure 22).

Élément	Ta	Ti	Nb	W	Ni	Cr
Masse (%wt)	19,74	21,39	35,26	4,55	3,71	1,31

Tableau I .5.Composition massique d'un carbure MC mesurée par EDS IN738LC mis en solution[13].

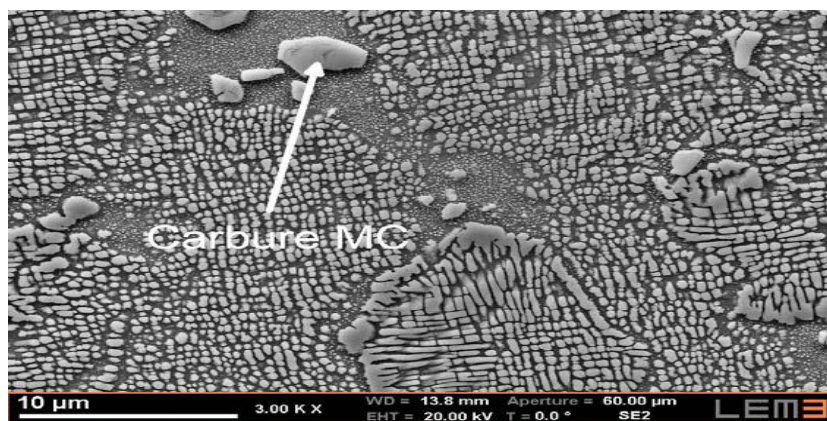


Figure I.21. Position du carbure MC analysé IN738LC mis en solution[13].

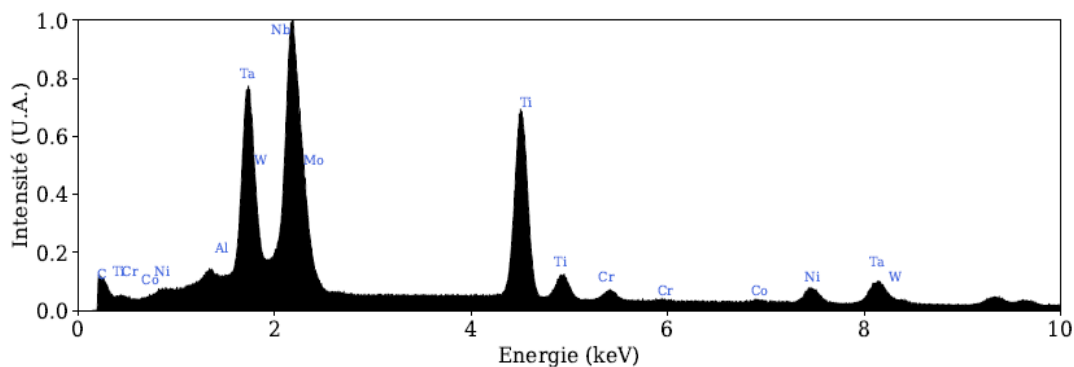


Figure I.22. Spectre EDS d'un carbure MCIN738LC mis en solution[13].

**1/b. Les carbures  $M_{23}C_6$  (carbures secondaires):**[14]

Sont nombreux dans les alliages riches en chrome et se forment à des températures comprises entre 760°C et 815°C. Ils ont une structure cubique complexe qui, sans les atomes

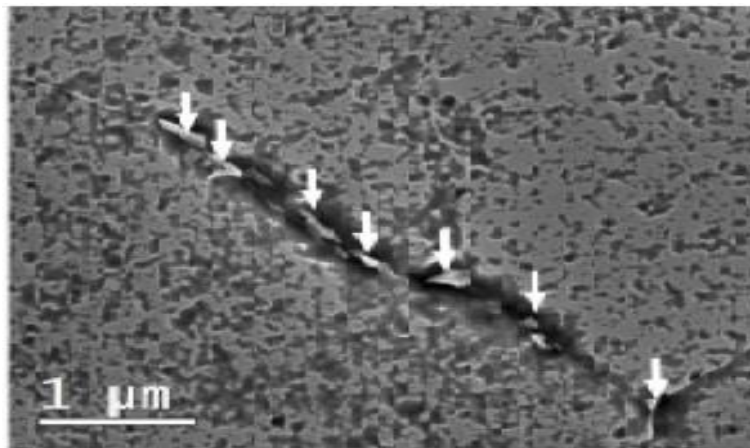
De carbone, ressemble à la structure de la phase topologiquement compacte  $\sigma$ . Cette cohérence explique d'ailleurs le fait que la phase  $\sigma$  se développe souvent sur les carbures  $M_{23}C_6$ .

Ces carbures ont un rôle significatif sur les propriétés mécaniques de l'alliage : en ancrant les joints de grain, ils empêchent leur glissement (rôle positif), mais ils peuvent aussi servir de sites préférentiels d'initiation par rupture ou décohésion avec le joint (rôle délétère). Leurs paramètres cristallins sont voisins du triple de celui de la matrice. Ils croissent donc en épitaxie avec l'un des grains du joint ou les deux et assurent ainsi un ancrage efficace contre le glissement des joints, prépondérant en fluage à basse température et forte contrainte.

Les deux principales vont conduire à la formation des carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  et  $M_6C$  selon les équations (1) et (2) :



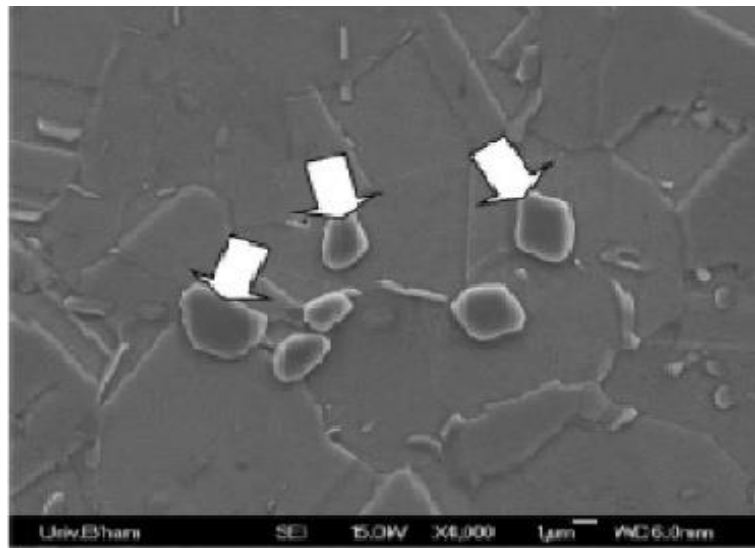
Les carbures de type  $M_{23}C_6$  et  $M_6C$ , issus de la décomposition des carbures  $MC$  pour des températures inférieures à  $980^\circ\text{C}$  (réactions (1) et (2)), se forment préférentiellement aux joints de grain.



**Figure I.23.** Carbures de type  $M_{23}C_6$  précipités le long d'un joint de grain [36].

### 1/c. Les carbures $M_6C$ (carbures secondaires) :

Les carbures  $M_6C$  se forment pour des alliages présentant des concentrations élevées en molybdène et tungstène à une température un peu plus élevée que les carbures  $M_{23}C_6$  ( $815-980^\circ\text{C}$ ). Ils sont donc plus stables à haute température et jouent par conséquent un rôle significatif sur le contrôle de la taille de grain. La structure des carbures  $M_6C$  est très proche de celle de la phase  $\mu$ , topologiquement compacte.



**Figure I.24.** Carbures de type M6C [36].

### 2. les sulfocarbides :

Des éléments tels que Ti, Zr, Nb, Hf et La qui ont de faibles solubilités dans la matrice  $\gamma$  mais une forte affinité pour le soufre fixent le soufre en formant plusieurs phases intermétalliques riches en soufre appelées sulfocarbides [15].

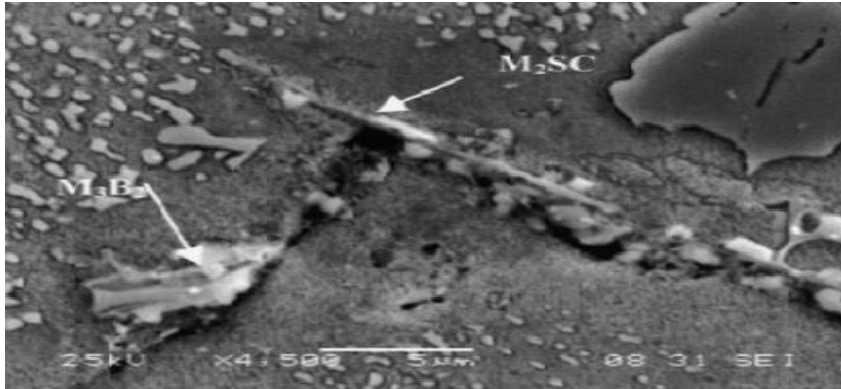
D'autres chercheurs ont également identifié des borures et des sulfocarbides dans IN 738. Ojo et al ont identifié certaines phases intermétalliques proches de la phase eutectique  $\gamma$ - $\gamma$  » qui ils ont appelé les produits de solidification terminale. Ces phases de borure ont été identifiées par 10 analyses EDS comme étant des particules riches en Cr-Mo, des particules riches en Ni-Ti et des particules riches en Ni-Zr. De même, Hoffelner et al, par diffraction des rayons X, ont identifié des sulfocarbides de type  $M_3B_2$  et  $M_2SC$  dans IN 738 après une série de traitements thermiques [15].

### 3. Les borures :

Les borures sont des particules réfractaires dures situées aux joints de grains avec des formes variant du bloc à la «demi-lune» en apparence. La concentration de bore varie de 50 à 500 ppm et il a tendance à se séparer aux joints de grains et à agir comme une limite de grain renforceur lors de la déformation par fluage. Les borures sont bénéfiques car ils bloquent le

Début de la rupture de la limite des grains sous une charge de rupture par fluage. Les types de borures observés dans les superalliages sont de la forme  $M_3B_2$ , à maille tétragonale. Zhang et al ont également découvert un autre type de borure de la forme  $M_5B_3$  qui se forme dans les superalliages. Le soufre est généralement présent dans les oligo-éléments des superalliages.

Cependant, il a été établi que le soufre se sépare sévèrement des joints de grains dans les superalliages[15].

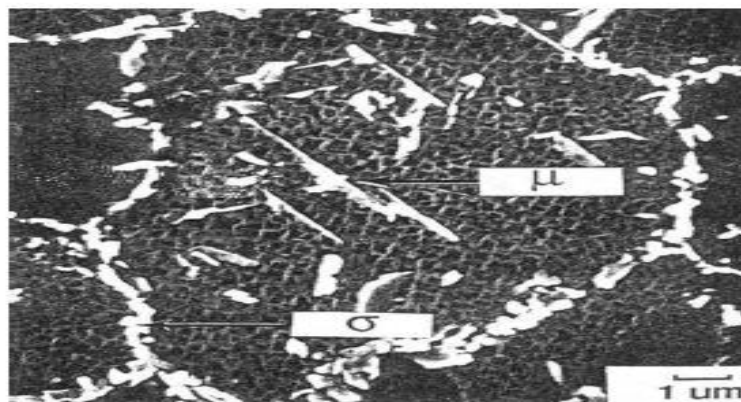


**Figure I.25.** Les borures et les sulfocarbides dans le superalliage à base nickel [36].

### I.9.3.2. Les Phases Topologiquement Compactes (TCP):

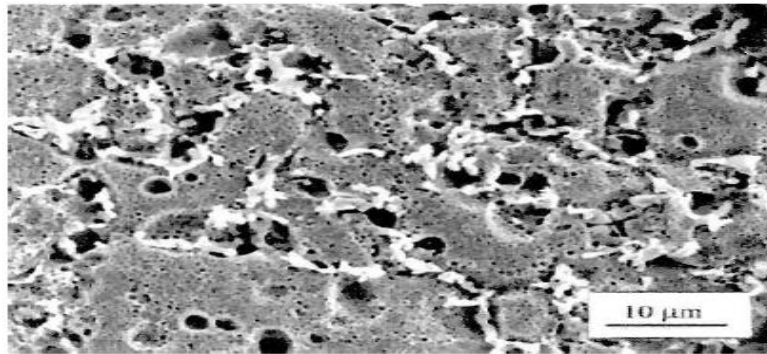
#### 1/a. Phase $\sigma$ :

Ces composés intermétalliques de structure plus compacte que les phases géométriquement compactes (comme la phase  $\eta$ ) sont appelés "phases topologiquement compactes" (TCP), la plus connue étant la phase  $\sigma$ . Leur composition peut s'écrire  $(Cr, Mo)_x(Ni, Co)_y$  où  $x$  et  $y$  peuvent varier de 1 à 7. Ils précipitent sous forme de fines plaquettes à partir des joints de grain (figure 26). Cette phase a d'ailleurs été confondue avec la phase  $h$  jusqu'à sa mise en évidence dans l'IN100 par Wlodek en 1964[19].



**Figure I.26.** Micrographie MEB des phases  $\sigma$  et  $\mu$  dans l'alliage N18 après 1000h à 760°C[19]. La formation de la phase  $\sigma$  sera d'autant plus favorisée que la teneur en chrome sera élevée. Une élévation trop importante de la concentration en molybdène et tungstène conduira préférentiellement à la précipitation de la phase  $\mu$  plutôt qu'à celle de la phase  $\sigma$ . Cette

Formation préférentielle peut être reliée à la composition et à la structure des carbures  $M_{23}C_6$  et  $M_6C$ . Les premiers, riches en chrome, ont une structure cristallographique très proche de celle de la phase  $\sigma$ , qui aura donc tendance à se développer en épitaxie sur ce type de carbure. En revanche, les carbures  $M_6C$  sont plus riches en molybdène et tungstène ; une forte concentration en ces éléments favorisera donc la formation de ces carbures et donc indirectement celle de la phase  $\mu$ . Certains auteurs indiquent qu'un traitement thermique approprié peut diminuer la vitesse de formation de ces phases[19].



**Figure I.27.** Micrographie MEB de la phase  $\sigma$  dans l'alliage RR1000 vieilli[19].

La phase  $\sigma$  est également une phase topologiquement compacte. De structure cristallographique quadratique de type D8b elle a pour paramètres de mailles  $a=8,88 \text{ \AA}$  et  $c=4,60 \text{ \AA}$ . Cette phase est semi-cohérente ou non-cohérente avec la matrice. Sa composition chimique est variable, mais est identifiée par  $(Cr,Mo)_x(Ni,Co)_y$  avec  $x$  et  $y$  qui peuvent varier entre 1 et 7 et avec  $x>y$  [SIMS-87+]. Par observations MET, les relations d'orientation phase  $\sigma$ -matrice ont été déterminées ainsi :[20]

$$\begin{aligned} (11-1)\gamma // (001)\sigma \\ [011]\gamma // [110]\sigma \end{aligned}$$

### 1/b. Les phases de Laves :

Une phase de Laves précipite généralement lors de la solidification ou lors d'un vieillissement prolongé. C'est une phase topologiquement compacte de structure cristallographique hexagonale de (type C14 (parfois de type C15)(figure 28)) et de formule générale  $(Cr,Fe,Ni)_2(Si,Ti,Nb,Mo)$ . L'existence de cette phase peut être évitée si par exemple les teneurs en Si et en Nb sont peu élevées. La formation de ces phases est désastreuse pour les propriétés du matériau car elle est intrinsèquement fragile, prive le matériau d'éléments d'alliage durcissants, et présente de plus une interface fragile avec la matrice. De ce fait, elle constitue un site préférentiel d'amorçage et de propagation de fissures. Cependant en

Maitrisant les procédés d'élaboration et d'homogénéisation, il est possible de limiter la formation de ces phases [20].

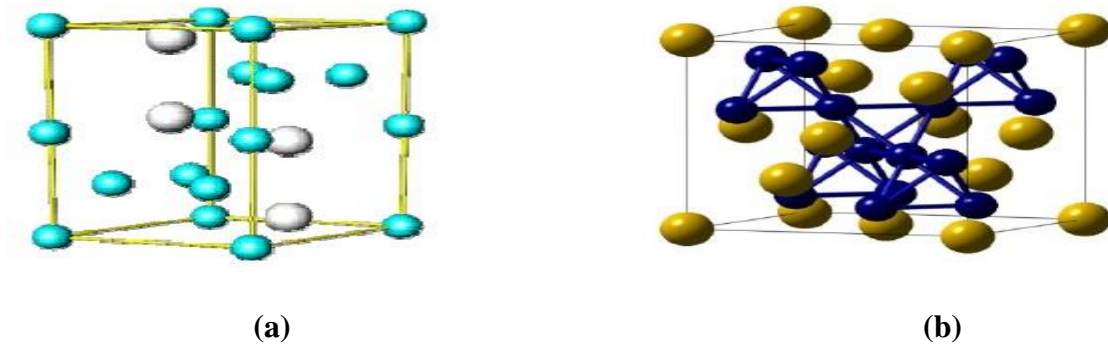


Figure I.28. Structure cristallines a/C14 et b/C15[21].

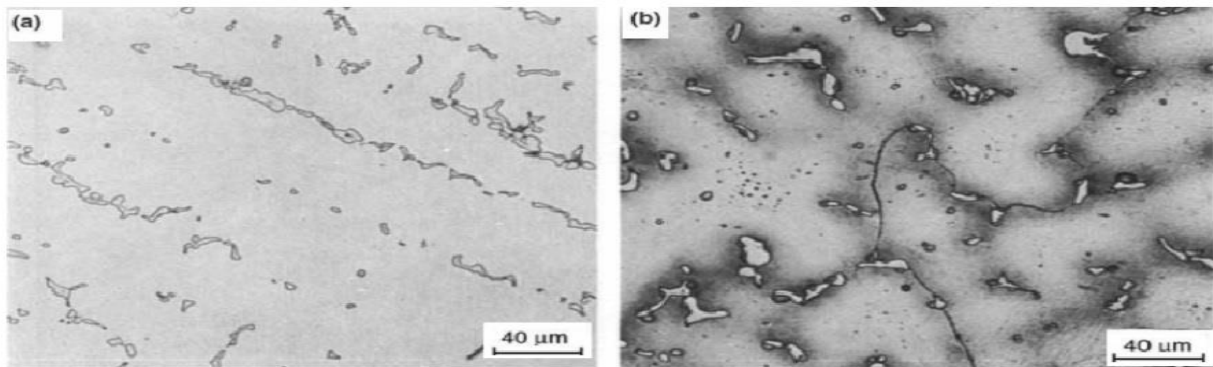


Figure I.29. (a) Des précipités comme chaîne des  $M_2$  (Cb, Ti) dans matrice  $\gamma$  de la phase laves, (b) phase de laves (les îles blanches) ont précipités dans les dendrites de matrice  $\gamma$ . [37]

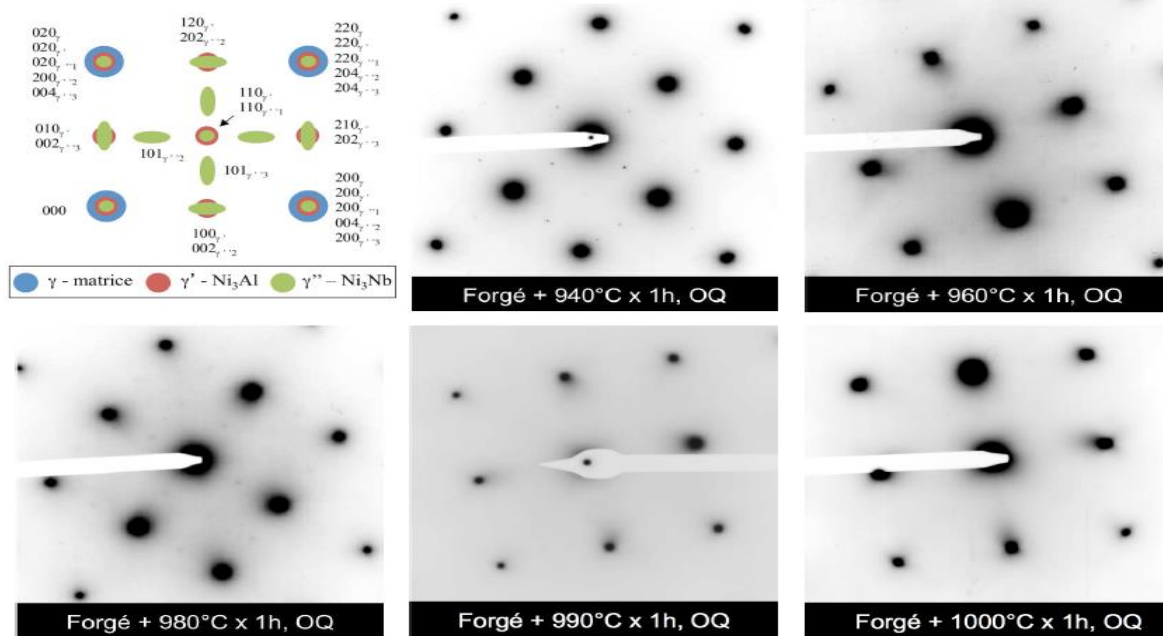
## I. 10. Paramètres intrinsèques liés à la définition de la phase durcissant principale $\gamma'$ :

- 1) La température de  $\gamma'$  solvus.
- 2) La vitesse de précipitation de la phase durcissants  $\gamma'$ .
- 3) La fraction volumique, « densité », « population », « répartition », « distribution », des précipités  $\gamma'$ .
- 4) Le désaccord paramétrique (Lattice misfit)  $\delta$ .
- 5) Types et tailles des précipités  $\gamma'$ .
- 6) La « distance inter précipités », « couloir », « espacement » inter précipités  $\gamma'$ .

### I. 10.1. La température de $\gamma'$ solvus ( $\gamma'$ -Ni3(Al,Ti,Nb)): [23]

Les techniques d'analyses précédemment utilisées (dilatométrie et ATD) donnent des températures de transformations relatives à un chauffage ou un refroidissement continu à une vitesse contrôlée. Elles permettent de déterminer approximativement les températures des transformations isothermes dont la connaissance est nécessaire pour définir les paramètres de Traitements thermiques qui permettent de contrôler la microstructure. Ainsi, de manière à préciser la température de solvus de la phase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti,Nb), des maintiens isothermes ont été réalisés à des températures proches de la température de sous-estimée par dilatométrie et ATD, et les microstructures obtenues ont été caractérisées en MET. Ainsi des échantillons provenant de la couronne forgée ont été traités à 940°C, 960°C, 980°C, 990°C et 1000°C pendant une heure puis trempés à l'huile pour figer la microstructure. La présence de précipités de phase  $\gamma'$  dans la microstructure des échantillons traités a été vérifiée grâce à des analyses en diffraction électronique en aire sélectionnée en MET.

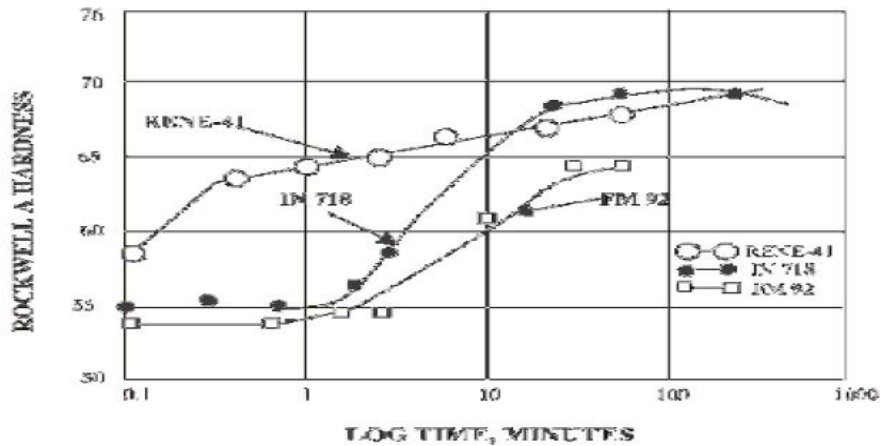
Les clichés de diffraction (Figure 30) réalisés sur les échantillons traités à 940°C, 960°C et 980°C présentent des taches supplémentaires correspondant à la diffraction des précipités de phase  $\gamma'$ . Ces taches supplémentaires ne sont, en revanche, pas visibles sur les clichés de diffraction réalisés sur les échantillons traités à 990°C et 1000°C.



**Figure I.30.** Schéma décrivant le cliché d'axe de zone  $\langle 100 \rangle_{\gamma}$  d'une matrice  $\gamma$  et des précipités de phase  $\gamma'$  et  $\gamma''$  ( $\gamma''$  orientée selon ses trois variants) et clichés de diffraction réalisés sur les échantillons traités de façon isotherme à 940°C, 960°C, 980°C, 990°C et 1000°C puis trempés à l'huile (axe de zone  $[100]_{\gamma}$ ) [23].

### I. 10.2. La vitesse de précipitation de la phase durcissants $\gamma'$ :

La figure 31 montre que la cinétique de précipitation de René 41 est plus grande (rapide) que celle de l'INC 718, et il existe une analogie de comportement et de composition chimique entre René 41 et l'INC 738 LC.



**Figure I.31.** Courbes de réponse du durcissement en vieillissement, pour trois superalliages, la réponse rapide à la précipitation de René 41 comparé à celle de l'INC 718 et FM 92 [38].

### I. 10.3. La fraction volumique, densité, population, répartition, distribution, des précipités $\gamma'$ :

La résistance mécanique du superalliage en fluage dépend de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$ , qui évolue en fonction de la température ou de la charge appliquée. A haute température, la dissolution de la phase  $\gamma'$  entraîne la diminution de la fraction volumique. Plusieurs formules peuvent donner la fraction volumique de phase  $\gamma'$  qui en fonction de la composition globale du superalliage en éléments (Cr, Al, Ti, Nb, Ta et parfois Hf).

La dissolution de la phase  $\gamma'$  aux hautes températures entraîne une diminution de la fraction volumique. La valeur de 70% optimisée après les traitements thermiques reste stable jusqu'à une température d'environ 900°C – 950°C en fonction des superalliages puis chute rapidement [30].

### I. 10.4. Le désaccord paramétrique (Lattice misfit) $\delta_{\perp}$ : [28]

Ce modèle mécanique repose sur les variations d'une grandeur : le désaccord paramétrique entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ . Le désaccord paramétrique naturel  $\delta$  a été défini.

Il dépend du paramètre de maille de chacune des phases et varie avec la concentration en éléments et avec la température. Lors de la mise en radeaux, la densité des dislocations présentes aux interfaces perpendiculaires à l'axe de traction augmente, ce qui modifie le

Paramètre de maille dans cette direction et donc le désaccord (figure 32).Le désaccord paramétrique perpendiculaire  $\delta_{\perp}$  est inversement proportionnel à la distance moyenne entre dislocations d'interface.  $\delta_{\perp}$  est défini par l'équation(1). Plus la densité de dislocations à l'interface est importante, plus la distance moyenne entre dislocations diminue et donc plus la valeur absolue de  $\delta_{\perp}$  augmente.  $\delta_{\perp}$  est donc sensible aux variations de densité de dislocations à l'interface.

$$|\delta_{\perp}| = \left| 2 \frac{a_{\perp}^{\gamma'} - a_{\perp}^{\gamma}}{a_{\perp}^{\gamma'} + a_{\perp}^{\gamma}} \right| = \frac{b}{d} \dots\dots\dots(1)$$

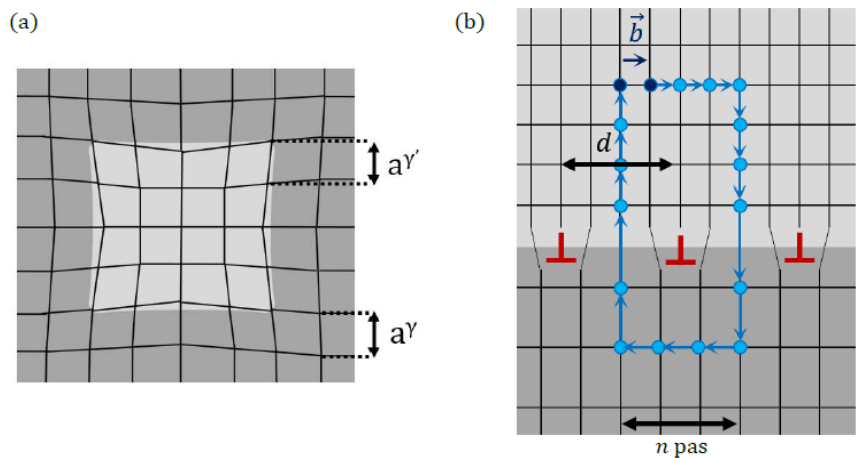
Avec :

$a_{\perp}^{\gamma}, a_{\perp}^{\gamma'}$  : paramètre de maille des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction.

$b$  : norme du vecteur de burgers de la dislocation (figure 34b) =  $(a_{\perp}^{\gamma} - a_{\perp}^{\gamma'})$

$d$  : la distance moyenne entre dislocations d'interface et  $d = (n + 1) a_{\perp}^{\gamma'} = n a_{\perp}^{\gamma}$  ,

$n$  Le nombre de pas dans un circuit de Burgers.

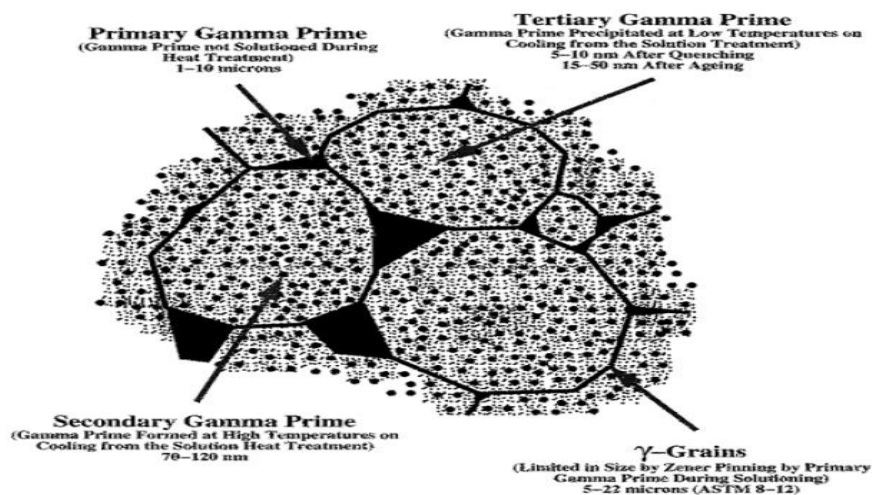


**Figure I.32.**(a) Représentation d'un précipité cohérent  $\gamma'$  dans une matrice  $\gamma$  d'un superalliage à l'état initial et (b) avec une microstructure mise en radeaux contenant des Dislocations aux interfaces.  $b$  le vecteur de Burgers et  $d$  la distance moyenne entre deux dislocations.  $n$  le nombre de pas du circuit de Burgers [28].

**I. 10.5.Types et tailles des précipités  $\gamma'$  :**

ils ont schématisé présenté sur la (figure 33) la microstructure d'un superalliage à base de Nickel durci par précipitation, et il existe trois types des précipités  $\gamma'$  : primaire, secondaire et tertiaire. Ils ont révélé que la taille des précipités  $\gamma'$  décroît à chaque nouvelle étape de traitement thermique.

Deux types de traitements thermiques standards sont généralement appliqués à l'Udimet 720 forgé. Il s'agit d'un traitement appelé (**High Strength**) (**HS**), conduisant à un matériau à grain fin optimisé pour la traction et la fatigue, et d'un traitement appelé (**Creep Resistant**) (**CR**) conduisant à un matériau à gros grains optimisé pour le fluage. Les traitements thermiques HS et CR diffèrent essentiellement par leurs températures de mise en solution. Ainsi, au cours du traitement thermique supersolvus **CR**, les précipités  $\gamma'$  primaires, issus de la solidification du lingot, sont dissous, permettant un grossissement de la taille de grain austénitique. Dans le cas du traitement **HS**, la croissance des grains austénitiques est bloquée par les précipités  $\gamma'$  primaires non dissous. La température  $T_{\gamma'}$  solvus (TS) de l'Udimet 720 forgé est mesurée à 1147°C par analyse thermique différentielle (ATD). Les précipités  $\gamma'$  primaires, situés aux joints de grains, mesurent entre 1  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$  de diamètre. **Jackson** distingue deux populations de précipités  $\gamma'$  intra granulaires en fonction de leur taille : les précipités  $\gamma'$  secondaires possèdent un diamètre compris entre 70 nm et 120 nm et les précipités  $\gamma'$  tertiaires entre 15 nm et 50 nm. La taille des précipités  $\gamma'$  décroît à chaque nouvelle étape du traitement thermique à cause de la déplétion en aluminium et en titane qui s'opère à chaque précipitation [32].



**Figure I.33.** Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase  $\gamma'$  [29].

### 1. Traitement thermique HS :

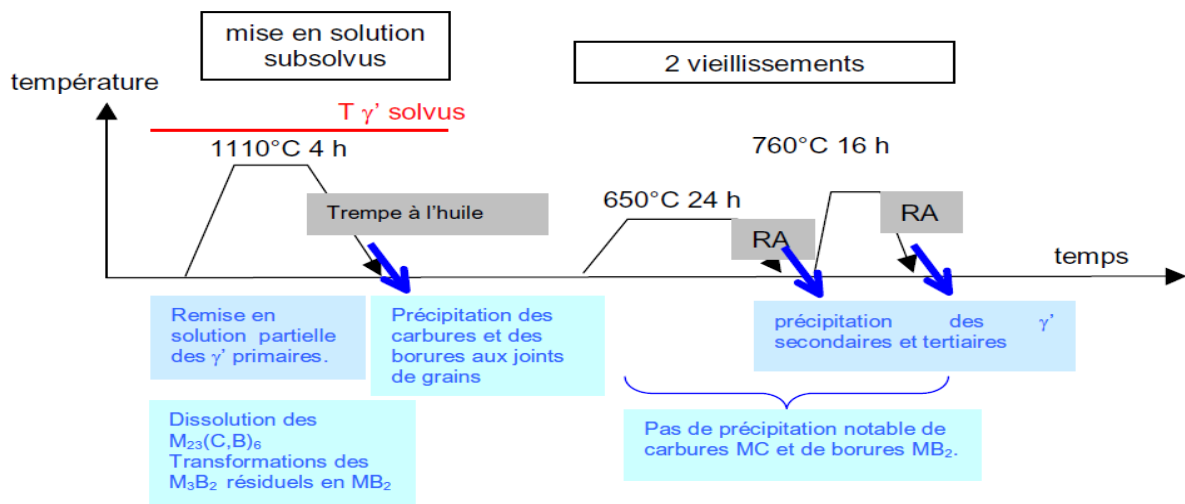
Le traitement thermique HS est constitué d'un palier de mise en solution et de deux vieillissements :

- mise en solution subsolvus ( $T < T_{\gamma' \text{ solvus}}$ ) à 1110°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'huile.

- ✓ vieillissement à 650°C pendant 24 h, suivi d'un refroidissement à l'air,
- ✓ vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Pendant le palier de mise en solution subsolvus, les précipités  $\gamma'$  primaires sont partiellement dissous : seuls les précipités  $\gamma'$  intra granulaires, les plus fins, sont dissous. Les gros précipités  $\gamma'$  primaires situés aux joints de grains sont peu affectés et limitent la croissance du grain (ancrage de type Zener). La cinétique de précipitation des fins précipités  $\gamma'$  intra granulaires varie selon les auteurs :

Pour Sczerzenie, la trempe à l'huile restreint la précipitation de fins précipités  $\gamma'$  pendant le refroidissement. La précipitation de très fins précipités  $\gamma'$  se produit pendant le premier palier de vieillissement à 650°C. Pour Jackson en revanche, la phase  $\gamma'$  précipite pendant la trempe et grossit pendant les vieillissements. Durant la trempe, des carbures et des borures précipitent aux joints de grains. Les étapes du traitement thermique HS sont données en figure 34[32].



**Figure I.34.** Étapes du traitement thermique **High Strength (HS)**, d'après RA refroidissement à l'air [32].

## 2. Traitement thermique CR :

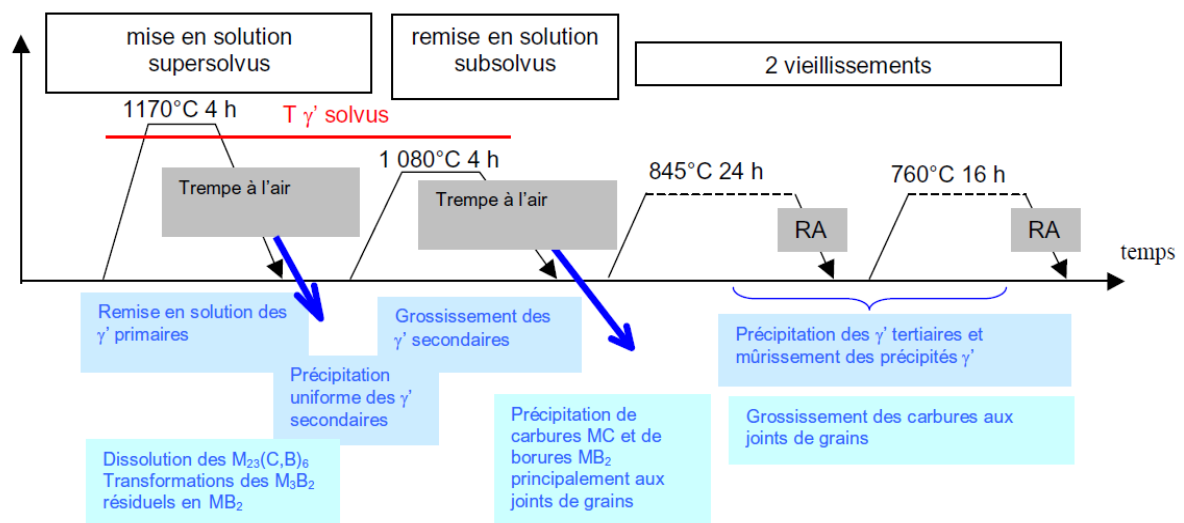
Le traitement thermique CR est constitué de deux paliers de mise en solution et de deux vieillissements :

- mise en solution supersolvus ( $T > T_{\gamma' \text{ solvus}}$ ) à 1170°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air.

- mise en solution subsolvus ( $T < T_{\gamma' \text{ solvus}}$ ) à 1080°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air.

- ✓ vieillissement à 845°C pendant 24 h, suivie d'un refroidissement à l'air,
- ✓ vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

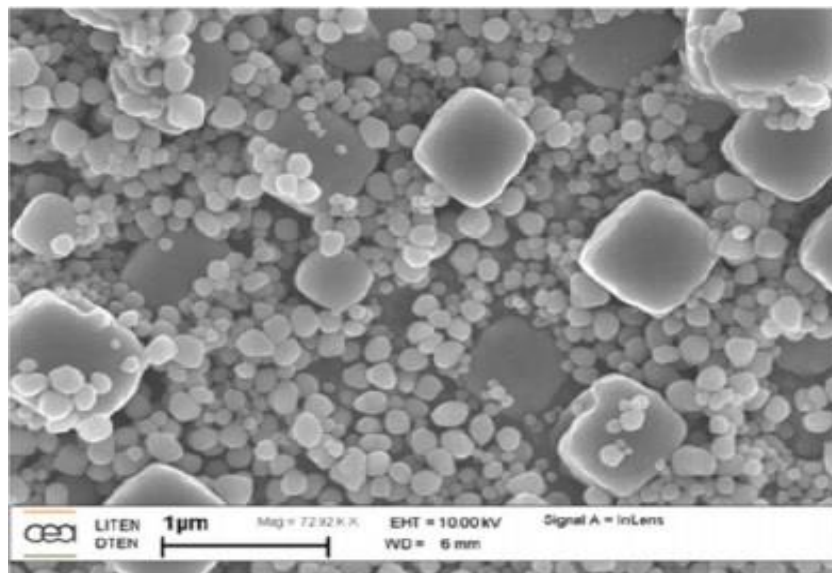
Pendant le palier de remise en solution supersolvus, les gros précipités  $\gamma'$  primaires et les carboborures  $M_{23}(C,B)_6$  sont presque tous remis en solution. La croissance des grains austénitiques est donc rendue possible. La taille de grain après le traitement CR est comprise entre 180  $\mu\text{m}$  et 350  $\mu\text{m}$ . Une répartition fine et uniforme de précipités  $\gamma'$  secondaires intra granulaires se forme pendant la trempe à l'air. Au cours de la seconde mise en solution les précipités  $\gamma'$  secondaires grossissent. Simultanément, des carbures MC et des borures MB<sub>2</sub> précipitent, principalement aux joints de grains. Pendant les deux paliers de vieillissement, la phase de précipités  $\gamma'$  tertiaires intra granulaires précipite et les carbures grossissent. La précipitation des précipités  $\gamma'$  tertiaires pourrait également se produire pendant le refroidissement suivant le palier de mise en solution à 1080°C d'après Jackson. Les étapes du traitement thermique CR sont données en figure 35 [32].



**Figure I.35.** Étapes du traitement thermique **Creep Resistant (CR)** d'après RA : refroidissement à l'air [32].

D'après le traitement thermique standard du superalliage INC 738 LC, qui se fait à une température inférieure à la température de  $\gamma'$  solvus (1200°C) selon les travaux de recherche donc c'est un traitement subsolvus (HS) qui nous donne des précipités primaires « coarse » et secondaires « fine ». On cherche généralement une taille répartition optimale des précipités

de phase  $\gamma'$ , et l'obtention d'une fraction volumique donnée dépend du traitement thermique appliqué au superalliage, afin d'optimiser les propriétés des superalliages[34]. Un traitement de remise en solution ainsi qu'un traitement de vieillissement s'avèrent donc indispensables pour modifier le matériau, afin d'atténuer les effets de la ségrégation et de maîtriser la forme des précipités ; l'alliage pourra alors développer les propriétés mécaniques nécessaires à son application. À la suite de tels traitements (standard), l'Inconel 738 présente deux types de précipités différents. Les précipités les plus gros « coarse », dits précipités primaires ( $\gamma'I$ ), sont de forme cuboïde, tandis que les plus petits « fine », les secondaires ( $\gamma'II$ ) sont de forme sphéroïdale. Avant un traitement de vieillissement important, la taille des précipités primaires se situe entre 350 nm et 500nm, alors que celle des précipités secondaires varie entre 20 nm et 90 nm. La présence d'une répartition bimodale de précipités permet d'atteindre de bonnes propriétés à la fois en traction et en fluage. Généralement, la précipitation est répartie de manière presque équitable entre les deux types de précipités.



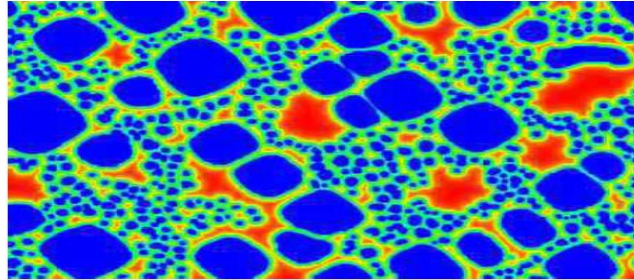
**Figure I.36.**La précipitation intra granulaire de phase  $\gamma'$  (cuboïde) et secondaire sphéroïdale)[33].

#### **I. 10.6. La distance inter précipités, couloir, espacement inter précipités $\gamma$ :**

La taille de couloir entre précipités est un paramètre important dans le fluage des dislocations. Que les mécanismes de déformation mis en jeu dépendent de la taille de couloir. En Microscopie Electronique en Transmission, il est possible, lorsque le matériau présente des bandes de cisaillement après déformation, de déterminer précisément la taille de couloir entre deux précipités sur le plan de glissement des dislocations. L'image MEB est tout

d'abord seuillée pour obtenir une image binarisée. Un algorithme de Danielson est ensuite appliqué pour obtenir une carte des distances entre précipités. Un exemple est présenté en

(figure 37), à chaque pixel est associée une couleur en fonction de la distance au plus proche précipité, en rouge les zones les plus éloignées des précipités et en bleu les zones les plus proches [31].



**Figure I.37.** Carte des distances entre précipités obtenue par un algorithme de Danielson [31].

## I. 10.7. Evolution des fractions volumiques des types de la phase durcissant $\gamma'$ (primaires et secondaires) dans le cas d'un traitement thermique :

### I. 10.7.1. En fonction température de mise en solution : [24]

Le traitement de remise en solution permet d'homogénéiser la microstructure de  $\gamma'$ , formée au cours de l'élaboration – de la fin de la solidification jusqu'au refroidissement après forgeage, présente notamment aux joints de grain sous forme de gros précipités. Ces précipités sont partiellement ou totalement dissous en fonction de la température appliquée, supérieure ou inférieure à leur température de solvus ( $T_s$ ). On distingue donc deux grands types de remise en solution :

#### 1. Le traitement subsolvus :

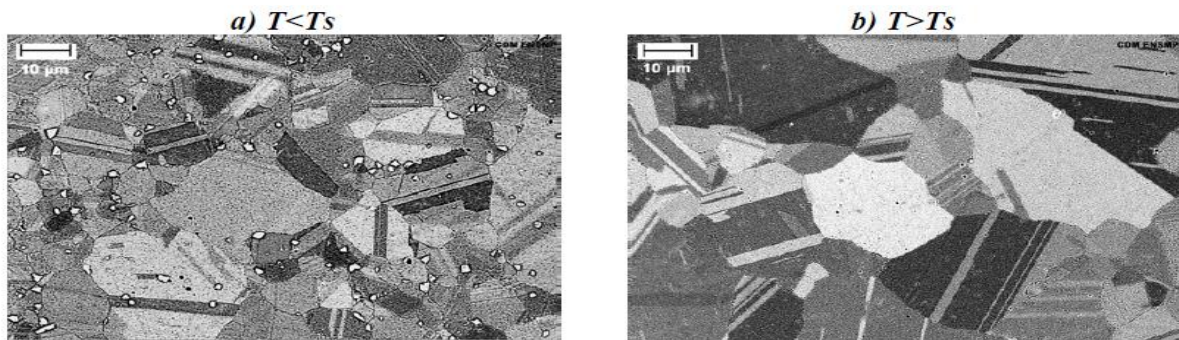
effectué en deçà de la température de solvus de la phase  $\gamma'$  ( $T_s$ ). Dans ce cas, seule une fraction de la phase  $\gamma'$  précipitée lors du forgeage est dissoute : il ya remise en solution Partielle. La population encore présente, majoritairement intergranulaires, est dite primaire. Elle se présente sous forme de précipités massifs de taille comprise entre 500 nm et 2  $\mu\text{m}$  qui ancrent les joints de grain et empêchent l'augmentation excessive de la taille de grain. On parle alors d'alliages "grain fin". La fraction de phase  $\gamma'$  remise en solution précipite de façon plus fine et homogène lors du refroidissement.

#### 2. Le traitement supersolvus :

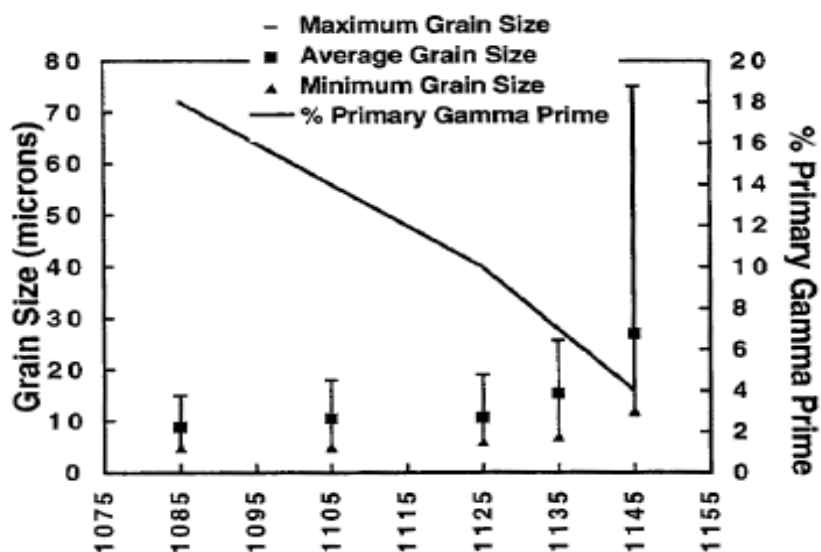
Effectué au-delà de la température de solvus de la phase  $\gamma'$  ( $T_s$ ) et en deçà de la température de solidus. La différence entre ces deux températures est appelée fenêtre de

remise en solution. Une fenêtre de remise en solution trop étroite du fait d'une température de solvus trop élevée ou d'une température de solidus trop basse rend difficile ce type de remise en solution. Toute la population de phase  $\gamma'$  précipitée lors du forgeage est dissoute : il s'agit d'une remise en solution totale. Les alliages sont définis comme étant "grain moyen" ou "gros grain", l'augmentation de la taille de grain est alors fonction de la concentration, de la distribution et de la morphologie des autres particules intergranulaires (carbures, nitrures, oxydes...).

Un traitement de remise en solution de chaque type a été appliqué à l'alliage 88-AA afin de caractériser les deux microstructures. Le traitement subsolvus a été effectué à  $T_s - 25^\circ\text{C}$  ( $1110^\circ\text{C}$ ), le traitement supersolvus à  $T_s + 15^\circ\text{C}$  ( $1150^\circ\text{C}$ ). Les tailles de grain sont respectivement égales à 5 et 15  $\mu\text{m}$  en moyenne (figure 38). Pour un traitement supersolvus équivalent, la taille de grain du René88 indiquée dans la littérature varie de 10 à 60  $\mu\text{m}$ .



**Figure I.38.** Micrographies MEB de l'alliage 88-AA après un traitement (a) subsolvus ( $\varnothing=5\mu\text{m}$ ), (b) supersolvus ( $\varnothing=15\mu\text{m}$ )[24].



**Figure I.39.** Évolution comparée de la fraction volumique des précipités  $\gamma$  primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution de l'U720Li[24].

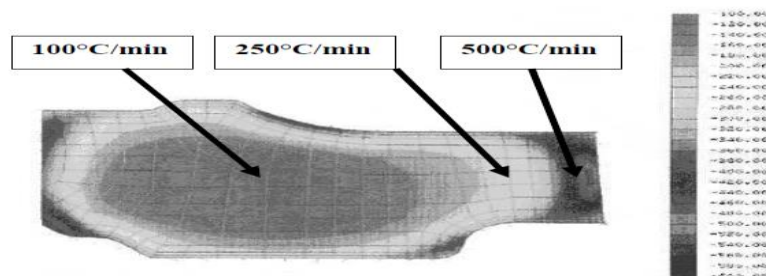
La croissance de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution est liée à la diminution de la fraction de phase  $\gamma'$  précipitée aux joints de grain. Ainsi, lors d'un traitement subsolvus, plus la température de traitement sera proche de la température de solvus de la phase  $\gamma'$ , moins la fraction de phase  $\gamma'$  intergranulaires sera importante et plus la taille de grain sera grande. Cette évolution concomitante a été observée pour plusieurs superalliages (figure 39).

### I. 10.7.2. En fonction de la vitesse de refroidissement :

La vitesse de refroidissement lors de la trempe qui suit la remise en solution est un facteur déterminant la taille et la répartition des précipités secondaires de phase  $\gamma'$  dans le superalliage. Vu la masse et l'épaisseur d'une ébauche de disque, les vitesses de refroidissement ne seront pas les mêmes en tout point de la pièce. Les vitesses varient depuis 100°C/min environ au coeur du disque jusqu'à plus de 500°C/min en périphérie (figure 40). Il en résulte des microstructures de  $\gamma'$  différentes. Les populations secondaires (et tertiaires) sont présentes quelle que soit la remise en solution. La taille et la morphologie des précipités dits secondaires ou de refroidissement (cooling  $\gamma'$ ) dépendent de la vitesse à laquelle est refroidi l'alliage après la remise en solution. Après forgeage, l'ébauche du disque subit plusieurs usinages ôtant les parties les plus externes qui sont les plus exposées aux refroidissements rapides [24].

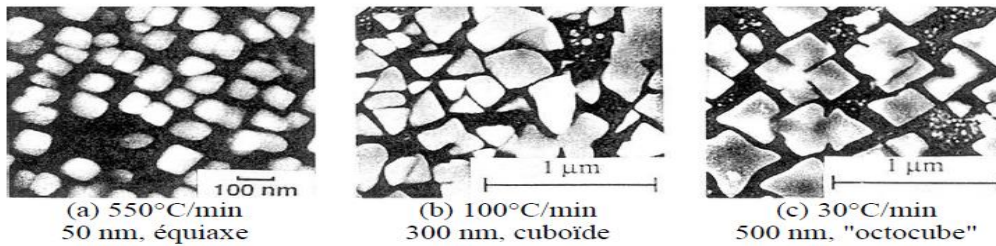
N. El-bagoury et al révélaient que la vitesse de refroidissement avec l'argon accéléré donne plus de temps pour la diffusion de soluté, ce qui entraîne une précipitation de particules secondaires. En outre, la fraction volumique des précipités est plus élevée dans le cas de l'argon accéléré que la trempe à l'eau.

Le taux de refroidissement de l'AAC est relativement plus lent que WQ, ce qui donne la possibilité d'alliage éléments à ré-ségrer pendant le refroidissement par air après le ST processus, mais il n'a pas atteint le même niveau de ségrégation à l'origine [25].



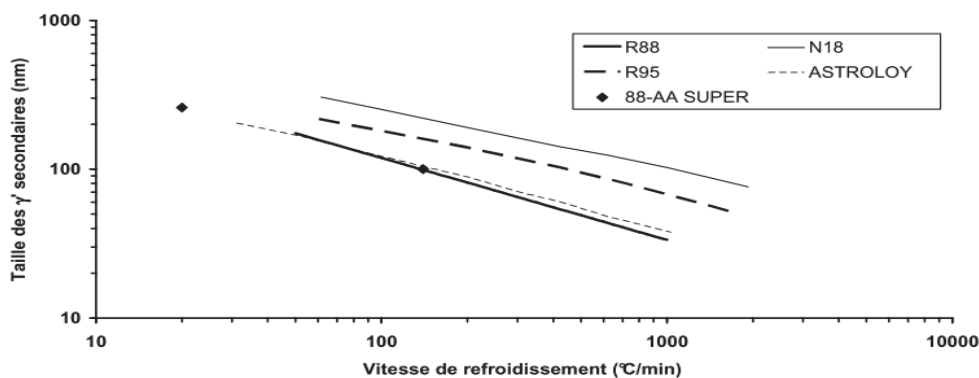
**Figure I.40.** Carte des iso-valeurs de vitesse de refroidissement, calculées pour une ébauche de disque en N18[24].

En fonction de la vitesse de refroidissement, on observe une évolution de la taille et de la morphologie des  $\gamma'$  secondaires. La (figure 41) présente les différentes microstructures de refroidissement obtenues dans le cas de l'alliage N18 après une remise en solution subsolvus.



**Figure I.41.** Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution subsolvus sur la taille et la morphologie des  $\gamma'$  secondaires du N18[24].

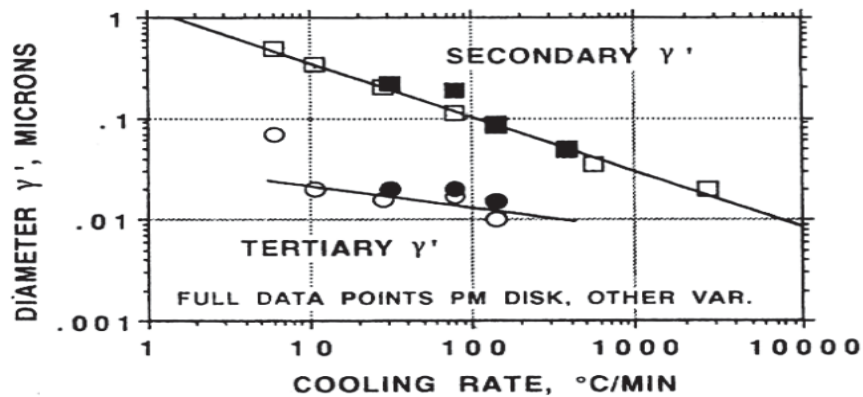
Outre son rôle sur la taille des grains, la mise en solution joue également un rôle sur la précipitation. En effet, c'est durant le refroidissement depuis la température de mise en solution qu'a lieu la nucléation des précipités  $\gamma'$  secondaires et leur taille est liée à la vitesse de refroidissement. Plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus les précipités  $\gamma'$  seront petits. Ce phénomène a également été observé par Guèdou et Wlodek dans plusieurs superalliages. (Figure 42)[27].



**Figure I.42.** Variation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans différents superalliages[27].

De plus, démontre dans le René88 que c'est au cours du refroidissement lent jusqu'à température ambiante, après la mise en solution que commencent à précipiter les tertiaires (figure 43). Dans ces conditions, la taille des tertiaires est de 15 nm pour une vitesse de

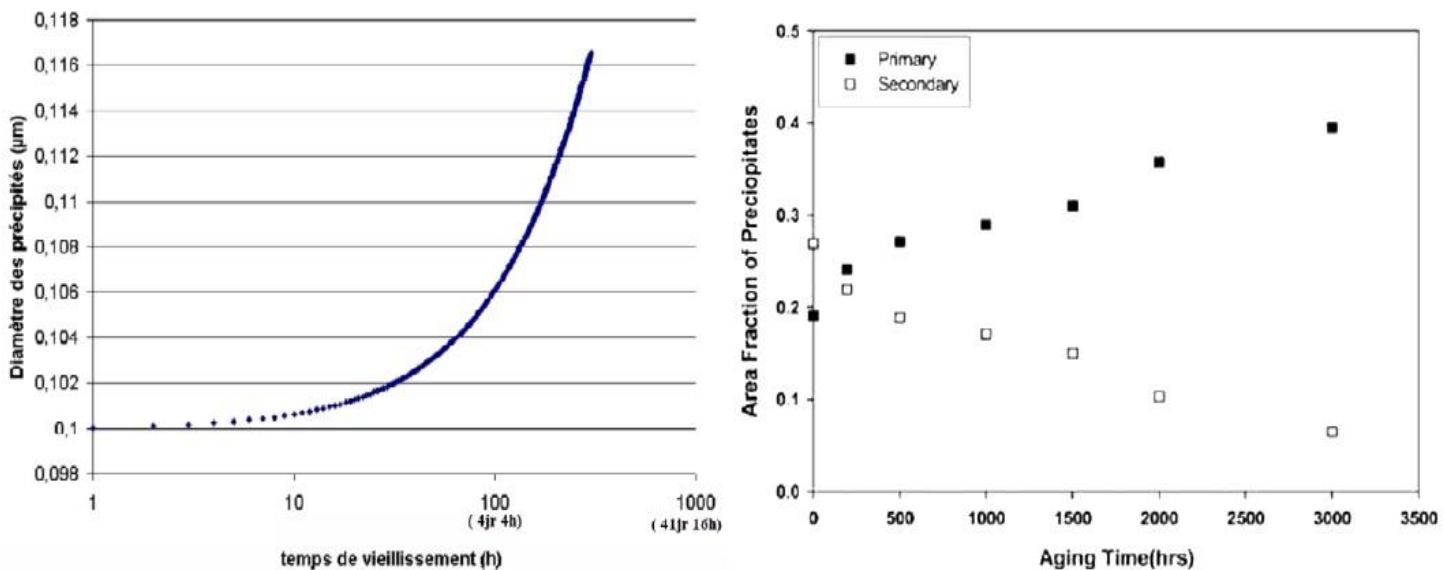
refroidissement de 100°C/min. Cependant, cet auteur démontre que la taille des tertiaires estimons dépendante de la vitesse de refroidissement que celle des secondaires[27].



**Figure I.43.** Variation de la taille des précipités  $\gamma'$  secondaires et tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans le René88 [27].

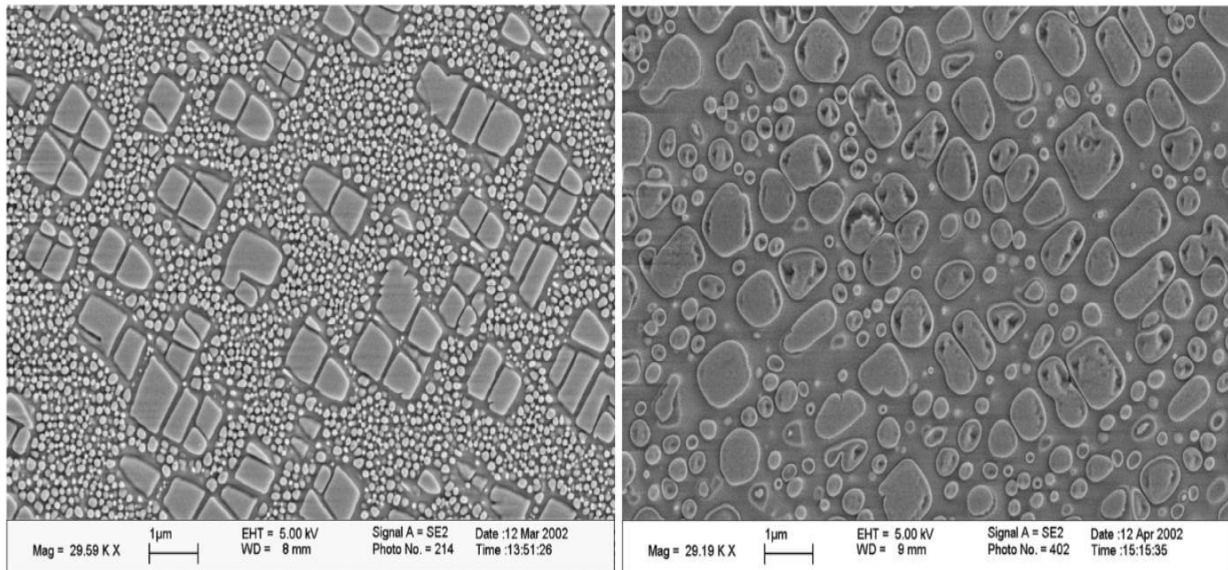
**I. 10.7.3. Au cours de vieillissement :**

Plusieurs auteurs se sont intéressés à la croissance des précipités au cours du traitement de vieillissement. La microstructure des superalliages à une température élevée et pour des temps d'utilisation prolongés est susceptible d'évaluer au cours du temps. On s'intéresse donc à l'évolution de la microstructure des précipités  $\gamma'$  et à l'apparition des phases TCP. Moshtaghin et al. ont pu démontrer que les plus gros précipités absorbent les plus petits, ce qui engendre un manque de précipités  $\gamma'$  secondaires au voisinage des  $\gamma'$  primaires, une structure obtenue après un long maintien isotherme à 845°C donne la répartition des précipités sur les (figures 44) :



**Figure I.44.** Evolution des précipités  $\gamma$  primaires et secondaires lors d'un vieillissement à 845°C[38].

Les observations métallographiques du superalliage INC 738 LC soumis à un traitement devieillissement donnent les effets suivants sur le changement de morphologie des précipités  $\gamma$  et leurs fractions volumiques.



**Figure I.45.** Effet de vieillissement en service sur superalliage INC 738LC[26]

## *Références*

- [1] S.A. David, J.A Siefert J.N. Dupont & J.P. Shingledecker, "Weld ability and weld performance of candidate nickel base super alloys for advanced ultra supercritical fossil power plants part I: fundamentals", Science and Technology of welding, and VOL20 NO7, P:532-552, 2015.
- [2] L'usine nouvelle série matériaux ; matériaux métallique ; michel colombie et coll ; © Dunod, Paris, 2001, 2008 ISBN 978-2-10-053918-5, p 567- 570.
- [3] Terzi S, 2003, Matériaux pour disques de turbines RCG, Étude du glissement inter granulaire d'un superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres, Stage de DEA, Rapport Technique CEA DTEN/DL/2003/064.
- [4] Thèse doctorat, Yann Danis ; Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissant titane et aluminium l'inconel 738, l'université bordeaux 1, 18 décembre 2008, p (6-8).
- [5] D. W. Gandy and G. Frederick, J.T. Stover, R. Viswanathan, Overview of Hot Section Component Repair Methods, , EPRI Annual report, 2000. Arfaoui Ali, Chaker Med Amir ISET Kasserine Matériaux Métalliques Année 2009/2010.
- [6] A. Poutrat, <étude expérimentale quantitative de la solidification du superalliage 718 en fonderie> thèse de doctorat, Spécialité "Science et Génie des matériaux", école nationale supérieure des mines de paris, (juillet 2013).
- [7] Thèse : Frédéric Royer ; Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective. Illustration par application à deux superalliage à base nickel et considérations énergétiques, p : 203
- [8] Application sheet, Metals/alloys–aerospace Inconel 738.netzsch Thermal Analysis.

- [9] Alloy IN-738 Technical Data, The International nickel Company INC. One New York Plaza, New York, N.Y. 10004.
- [10] These; Markyao Amegadzie, Effect of forging pressure on the microstructure of linear friction welded Inconel 738 Super alloy; p 3  
© Copyright 2012, Mark Yao Amegadzie.
- [11] Guy Murry Aide-mémoire Métallurgie ; Métaux - Alliages - Propriétés  
© Dunod, Paris, 2004, 2010 ISBN 978-2-10-054824-8, p (235-246).
- [12] N.El-Bagoury, M. Waly, A. Nofal, “Effect of various heat treatment conditions on microstructure of cast polycrystalline IN738LC alloy”, Materials Science and Engineering A 487 152–161,(2008).
- [13] Thèse Doctorat; Vers une maîtrise de la réparation par le procédé CLAD de pièces aéronautiques en Inconel 738 LC : compréhension des mécanismes de fissuration et modélisations associées; p 36-43;  
Le 20 juin 2019, ONERA - The French Aerospace Lab.
- [14] Thèse Doctorat ; Isabelle AUGUSTINS-LECALLIER ; Conception de nouveaux superalliages MDP base nickel pour disques de turbines, p 45-46, le 20 décembre 2011 ; MINES ParisTech Centre des Matériaux BP 87 91003 EVRY.
- [15] Master; Mark yao Amegadzie; Effect of Forging Pressure on the microstructure of Linear Friction Welded Inconel 738 Super Alloy;  
P 7-10; Copyright 2012, Mark Yao Amegadzie.
- [16] Matériaux de turbines à combustion – Evolution des tendances (Direction des études et recherches) EDF Electricité de France Octobre 1992.
- [17] Thèse doctorat ; Benoît Ter-Ovanesian ; Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien, p 10-16 ;  
vendredi 25 mars 2011.
- [18] Thèse doctorat ; Meriadeg Revaud ; Optimisation métallurgique du Superalliage à base de Nickel 718 Plus, p 15-17 ; le 16 décembre 2013.

- [19] Thèse Doctorat ;Isabelle AUGUSTINS-LECALLIER ; Conception de Nouveaux superalliages MDP base nickel pour disques de turbines, p 57, Le 20 décembre 2011 ; MINES ParisTech Centre des Matériaux BP 87 91003 EVRY.
- [20] Thèse doctorat ;Benoît Ter-Ovanessian ;Etude comparative de différents Superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien, p16 ; Vendredi 25 mars 2011.
- [21] <http://som.web.cmu.edu/structures2/S032-Cu2Mg.html>.
- [22] Thèse doctorat; Anis Doghri; Vers une maîtrise de la réparation par le procédé CLAD de pièces aéronautiques en Inconel 738 LC : compréhension des mécanismes de fissuration et modélisations associées; p34-36; HAL Id: tel-02397949, Submitted on 6 Dec 2019.
- [23] Thèse doctorat;Meriadeg Revaud;Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus,p 47-48; le 16 décembre 2013.
- [24] Thèse doctorat; Isabelle Augustins-Lecallier; Conception de nouveaux Superalliages MDP base nickel pour disques de turbines, p110-127.
- [25] Article;N.El-Bagoury; Effect of various heat treatment conditions on Microstructure ofcast polycrystalline IN738LC alloy, p156-158; Materials Science and Engineering A 487 (2008) 152–161.
- [26] Thèse doctorat; Frédéric Royer; Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective. Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques; p 221; le 23 septembre 2014, Centre des Matériaux ; umr Cnrs 7633 b.p. 91003 Évry Cedex.
- [27] Thèse doctorat; winnie vultos; Influence de la microstructure sur les micro mécanismes de déformation en fluage dans le superalliage AD730TM, p16- 17;Le 14 FEVRIER 2019.

- [28] Thèse doctorat ;roxane tréhorel ; comportement mécanique haute températures du superalliage monocristallin AM1 : étude in situ par une nouvelle technique de diffraction en rayonnement synchrotron; p47-48, le 19 février 2018.
- [29] Thèse ;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).
- [30] Thèse doctorat;fabienne Touratier; Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage aux très hautes températures; p12, Le 18 décembre 2008.
- [31] Thèse doctorat;terzi sofiane; Comportement à haute température du superalliages Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage; p 44-45, le 26 septembre 2006.
- [32] Thèse doctorat;sophie dubiez-le goff; comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud, p 16-18; le 17 décembre 2003.
- [33] Ercan Balikci; Microstructure evolution in polycrystalline IN738LC in the range 1120 to 1250°C; p 132-140, in Zeitschrift für Metallkunde February 1999.
- [34] Ercan Balikci;Fracture behavior of super alloy IN738LC with various Precipitate microstructures; Materials Science and Engineering A265 (1999),50–62.
- [35] Thèse doctorat ; yann danis, étude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'inconel 738; p 44, 18 déc 2008.
- [36] S. A. David, J. A. Siefert, J. N. DuPont & J. P. Single-decker , "Weldability and weld performance of candidate nickel base super alloys for advanced ultra-supercritical fossil power plants part I: fundamentals",

- Science and Technology of Welding and Joining, VOL20 NO7 p: 532-552, 2015.
- [37] G. F. Vander Voort, G.M. Elena & P. Manilova, “Metallography and Microstructures of Heat-Resistant Alloys”, ASM Handbook, Volume 9 p820–859. DOI:10.1361/asmhba0003737 -2004 ASM International.
- [38] INC: Alloy IN 738 technical data, USA PATENT #3, 459,545.
- [39] K.J. Lee & P. Nash, “The Al-Ni-Ti System”, journal of phase equilibria Vol.12No.(5)1991pp:551,56.

# **Chapitre II**

## **Les Traitements thermiques de durcissement structural**

## II.1.Introduction:

Les traitements thermiques des superalliages interviennent à tous les stades de mise en œuvre, depuis l'élaboration des demi-produits jusqu'à la livraison des pièces finies. Ils conditionnent de façon évidente la qualité du produit fini, les propriétés mécaniques des matériaux et, en grande partie, l'homogénéité des résultats obtenus. Il est d'usage de considérer que les traitements effectués en amont des fabrications propres de pièces, tels que les homogénéisations de composition chimique, à haute température et en longue durée ou les préchauffes avant mise en forme, ne sont pas à proprement parler des traitements thermiques. Ils conditionnent cependant la qualité du matériau initial à la production de pièces et, particulièrement, la réponse locale du matériau aux traitements thermiques proprement dits, participant à la capacité à respecter les objectifs de propriétés et la distribution statistique de celles-ci. La réalisation de séquences de déformation à des niveaux de température particuliers suivies ou non de refroidissements contrôlés permet, par ailleurs, d'obtenir des microstructures à très hautes caractéristiques, par recristallisations successives. Ces méthodes, décrites sous l'appellation de traitements thermomécaniques, ne font pas l'objet de cet article. Elles sont particulièrement bien étudiées dans les cas des structures à grains fins obtenues ou non par métallurgie des poudres, mise en œuvre par filage et forgeage isotherme. Les traitements thermiques proprement dits s'effectuent sans déformation et correspondent d'une part aux mises en solution, stabilisation ou précipitation qui vont permettre d'adapter la microstructure initiale et de déterminer les propriétés en service et, d'autre part, aux traitements d'adoucissement et de relaxation des contraintes liées au forgeage, au soudage, à l'usinage, etc [1].

## II.2.Définition :[2]

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage suivi de refroidissement qui ont pour but de donner à une pièce métallique les propriétés les plus convenables pour son emploi ou sa mise en forme. Ils permettent d'améliorer dans une large mesure les caractérisations mécaniques les buts principalement recherchés étant l'augmentation de la limite élastique et la diminution de la fragilité.

Toute utilisation d'un alliage implique généralement un traitement thermique approprié.

Techniquement, un traitement thermique est défini par la variation de la température du métal en fonction du temps (cycle thermique).

### II.3.Mécanisme (modes) de durcissement :

On emploie couramment le durcissement structural pour produire des alliages à haute limite d'élasticité. Plusieurs de ces alliages, qui peuvent être constitués de diverses combinaisons d'éléments, ont été abondamment étudiés [3].

Les superalliages sont renforcés selon trois mécanismes utilisables séparément mais groupés dans la majorité des cas :

#### II.3.1.Durcissement par précipitation de phase ordonnée relativement stable $\gamma'$ ou $\gamma$ :

C'est le mode de durcissement majeur de ces alliages. La taille, la morphologie et la répartition des précipités pour une fraction volumique donnée vont conditionner les propriétés, particulièrement la limite d'élasticité, le durcissement par écrouissage, la rupture, la tenue en fatigue et la vitesse de fissuration, mais aussi le fluage.

Les microstructures sont obtenues par le choix des niveaux de température de traitement par rapport à la température seuil de mise en solution ( $\text{solvus } \gamma'$ ), de la vitesse de refroidissement en début de trempe et l'organisation des niveaux de température et de la durée des traitements de précipitation. Les conditions de précipitation de Ni<sub>3</sub>Al dans le cas simple de l'alliage Ni-Al découlent du diagramme d'équilibre (figure 11) établi de 1937 à 1954 en particulier par Taylor. Les précipités  $\gamma'$ , sphériques dans les superalliages peu chargés en éléments d'addition à l'origine de ces matériaux, sont cubiques dans les alliages les plus chargés en éléments durcissants lors des premières phases de précipitation à haute température.

#### II. 3.2. Précipitation des carbures et borures :

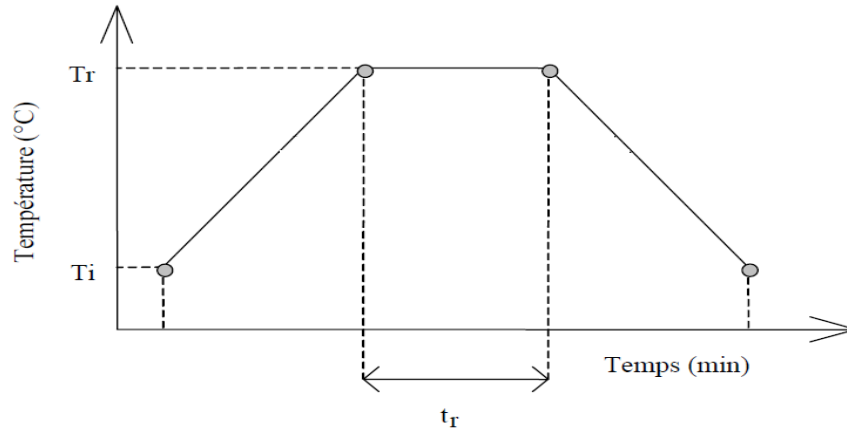
Les carbures et borures primaires précipités en fin de la solidification sont généralement insensibles aux traitements thermiques sans risque de brûlure, c'est-à-dire de fusion locale de la matrice plus ou moins enrichie en éléments d'alliage qui les entoure. La précipitation de carbures secondaires ou de borures est surtout recherchée aux joints de grains pour en améliorer l'ancrage. Ces précipités doivent être assez grossiers tout en étant discontinus, avec une distribution relativement homogène.

#### II. 3.3.Durcissement par effet de solution solide :

Le durcissement est obtenu dans ce cas par distorsion du réseau cristallin par substitution au nickel d'atomes lourds de grand diamètre représentant de faibles vitesses de diffusion comme le tungstène ou le molybdène. Le carbone en solution solide interstitielle peut aussi y participer.

## II.4. Définitions et procédés des traitements thermiques :

Effectuer un traitement thermique sur une pièce, c'est faire subir à celle-ci une variation de la température en fonction du temps. (figure.1)



**Figure II.1.** Cycle thermique des étapes de réduction des solutions solides [4].

### II. 4.1. Chauffage des pièces :

La première étape de chaque traitement thermique est le chauffage de la pièce à la température exigée. Le chauffage doit s'effectuer très rapidement pour avoir une faible consommation d'énergie et une grande productivité. Il existe deux possibilités pour le chauffage des pièces.

#### a. Par transmission de la chaleur :

On distingue trois possibilités.

##### a/1. Par conductibilité :

La pièce est chauffée dans un four ordinaire où elle est en contact qu'avec le sol du four, elle ne reçoit par conductibilité qu'une petite quantité de la chaleur dépensée.

##### a/2. Par convection :

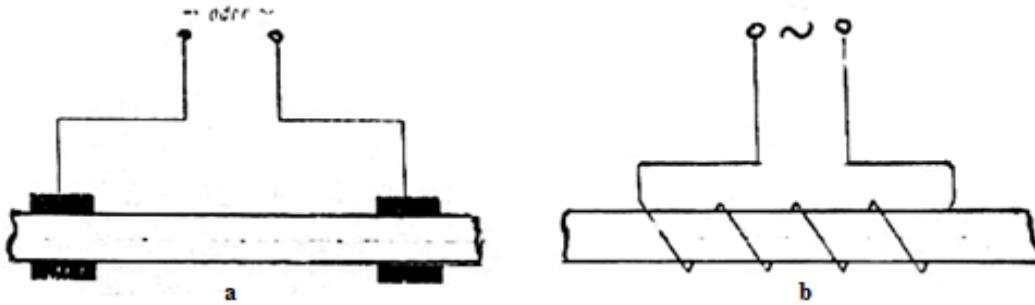
Dans ce cas, la pièce est chauffée par contact avec un fluide chaud (gaz ou liquide) qui se déplace et lèche la pièce en lui cédant une grande partie de la chaleur dépensée.

##### a/3. Par rayonnement :

La chaleur absorbée par les parois et la voûte du four est rayonnée vers la pièce qui l'absorbe. C'est le cas où l'apport de chaleur est le plus important. Dans la plupart des cas, le chauffage des pièces, est effectué simultanément par convection et rayonnement.

#### b. Par production de la chaleur dans la pièce :

C'est une possibilité de chauffer la pièce en créant dans cette dernière un flux de courant, soit par l'utilisation de la pièce comme conducteur dans un circuit électrique (chauffage par résistance) ou l'emplacement de la pièce dans un champ variable (chauffage par induction) comme le montre les figures 2.



**Figure II.2.**(a) Chauffage par résistance, (b) Chauffage par induction [5].

Cette méthode est utilisée surtout pour les pièces à sections petites et uniformes. On peut obtenir des vitesses de chauffage très élevées. Par exemple pour une pièce de section  $\varnothing$  150 mm, la durée de chauffage pour atteindre  $T = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  est de 20 mn pour le chauffage par induction.

- ✓ 8 mn pour le chauffage par résistance.
- ✓ 2 à 3 heures pour le chauffage dans un four.

Cette méthode est rentable seulement pour des sections inférieures à 150 mm. Les difficultés qui peuvent se présenter lors d'un chauffage rapide sont les fissures et étirages des pièces à la suite de la différence de dilatation de la couche extérieure et du coeur de la pièce où se créent des contraintes pouvant provoquer des fissures pour des températures basses et des déformations plastiques pour des températures élevées. Quel que soit le procédé de chauffage utilisé, il existe toujours une différence de température dans les différentes parties de la pièce, répartition de la chaleur non uniforme. La figure 2 représente la courbe de chauffage pour le contour de la pièce et le coeur de la pièce, la courbe est simplifiée comme une droite. Durant le chauffage, on distingue trois étapes :

**b/1. Durée de préchauffage :**

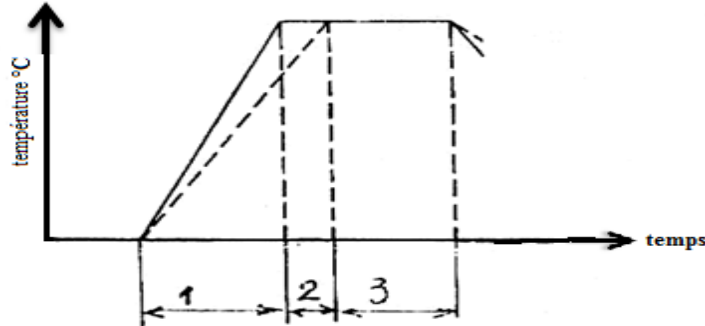
C'est le temps de début de chauffage jusqu'à ce que la température nominale soit atteinte à la surface de la pièce.

**b/2. Durée de chauffage de pénétration ou d'égalisation :**

C'est le temps nécessaire pour atteindre la température nominale à la surface et au coeur de la pièce.

**b/3. Durée de maintien :**

C'est le temps nécessaire pour maintenir la pièce à une température, et à partir de la température atteinte dans le cœur.



**Figure II.3.** La Courbe de chauffage pour contour de la pièce [5].

**c. Conditions de chauffage des pièces en traitements thermiques :**

L'appareil de chauffage doit permettre :

- 1) D'atteindre et de maintenir toutes les parties de la pièce à une température déterminée et avec une précision de l'ordre de plus ou moins 5 °C.
- 2) D'éviter une dénaturation du métal et principalement une décarburation dans le cas des aciers.
- 3) De présenter des possibilités de préchauffage lorsque la température à atteindre est élevée.

En général seul le chauffage dans une enceinte fermée possédant une régulation automatique de température est susceptible d'offrir la solution cherchée.

**II. 4.2. Types de fours et leurs atmosphères :****II.4.2.1. Fours à sole :**

Dans les fours à sole, le chauffage se fait surtout par rayonnement et ils présentent une chambre dans laquelle on met la pièce à chauffer. Dans certains cas une deuxième chambre située au-dessus de la première et récupérant une partie de la chaleur formée, sert comme chambre de préchauffage.

**II.4.2.2. Fours à bain de sels :**

Les bains de sels sont utilisés à la fois comme bains de trempe et bains de traitement thermochimique (nituration, cémentation et carbonituration). Le milieu liquide de chauffe est constitué par des sels fondus, contenus dans des creusets d'une contenance variant généralement entre 100 et 1 000 kg. La composition des sels est variable suivant la

Température de traitement envisagée et suivant l'action que le milieu de chauffe doit avoir sur le métal [6]. Ces sels peuvent être :

**a. neutres :**

Ils sont alors composés de mélanges de chlorures (baryum, sodium, potassium, calcium, etc.).

**b. carburants :**

Ils contiennent presque toujours dans ce cas, un certain pourcentage de cyanure de sodium et de potassium.

**c. oxydants :**

Ce sont des mélanges de nitrates et de nitrites de sodium et de potassium. Les risques principaux sont les suivants :

**c/1.** Réactions dangereuses par mélange de produits incompatibles (par exemple, un mélange de sels carburants et de sels oxydants peut provoquer des réactions violentes et des explosions).

**c/2.** Intoxication.

**c/3.** Brûlures.

**II.4.2.3. Fours électriques :**

Les fours électriques peuvent être à sole ou à bain de sel. Ils sont chauffés le plus souvent par résistances métalliques en nickel-chrome pour des températures ne dépassant pas 1000 °C et en silicium pour des températures de 1300 °C. Les fours **électriques** à bain de sel à haute température sont à électrodes, le sel fondu formant résistance entre celles-ci [5].

**II.4.2.4. Atmosphères :**

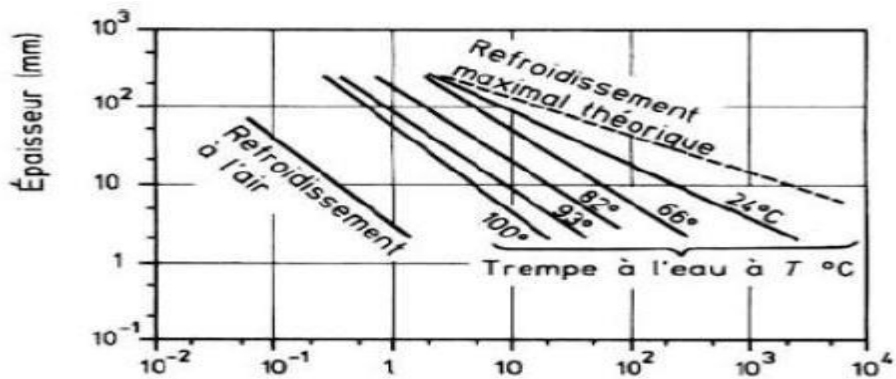
Lorsque les pièces sont chauffées jusqu'aux hautes températures dans ces fours à flammes ou dans les fours électriques, les gaz entrent en réaction avec la surface du métal, ce qui entraîne l'oxydation ou la décarburation des couches superficielles des pièces.

**II. 4.3. Refroidissement des pièces :**

Le point important pour la détermination du régime de refroidissement de la pièce est celui de l'état de structure souhaitée à obtenir. Bien sûr, on cherche toujours à refroidir rapidement pour avoir une productivité élevée, mais on doit prendre en considération les dangers de fissuration et d'étirage des pièces.

La vitesse de refroidissement nécessaire à l'obtention d'un état de structure est déterminée selon le diagramme TTT (Température, Transformation, Temps). Le refroidissement s'effectue dans des bacs utilisant l'eau ou l'huile, dans les deux cas, le bain est maintenu à

Température constante. L'eau chaude se trouvant constamment remplacée par de l'eau froide arrivant par le bas du bac. On utilise aussi les jets permettant de régler le refroidissement des pièces sur toute leur surface, et enfin des chambres spéciales avec production du brouillard obtenu par jet d'eau et d'air sous pression, surtout utilisé en aviation pour le traitement.



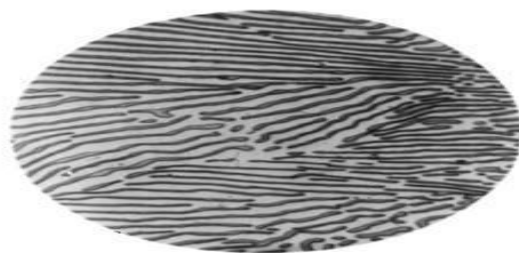
**Figure II.4.** Vitesse moyenne de refroidissement entre 400 et 290 °C [7].

#### II.4.3.1. Transformations de phases :

La transformation de phase est un changement des propriétés du système étudié, provoquée par la variation d'un paramètre extérieur particulier ou par l'application d'une contrainte. Elle nécessite une surfusion pour former des germes stables, et la croissance de la phase est dépendante de la diffusion. La présence des surfaces internes et imperfection.

#### II.4.3.2. Transformations par diffusion :

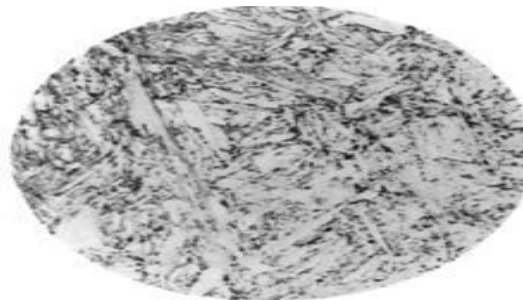
Ce sont des transformations qui permettent à une nouvelle phase de se former par la rupture des liaisons atomiques de la phase mère et de la redistribution anarchique des atomes à l'intérieur du solide après qu'elles se déplacent aléatoirement sur des longues distances. Dans ce type de transformation, la diffusion joue un rôle important ce qui explique leur dépendance de la température et le temps. Parmi, les transformations par diffusion, on peut citer exemple la transformation perlitique (figure 5).



**Figure II.5.** Microstructure de la phase perlite formée à 720 °C [8].

### II.4.3.3. Transformations sans diffusion :

On les appelle aussi, transformations athermiques, ne nécessitent pas une diffusion d'atomes sur une longue distance mais des déplacements d'un grand nombre de ces derniers, à faible amplitude (10-1 distance interatomique). Dans ces transformations il n'y a pas de modification de composition chimique et elles se propagent généralement de façon indépendante du temps et la quantité de la phase formée ne dépend que du niveau de la température. Parmi, les transformations sans diffusion, il existe la transformation martensitique (figure 6).



**Figure II.6.** Microstructure de la phase martensitique [8].

## II. 5. Grandes classes de traitements thermiques des superalliages à base nickel :

1. Traitements thermiques de masse. Des superalliages de nickel.
2. Traitement de mise en solution et de précipitation primaire et de précipitation secondaire.

### II.5.1. Traitements thermiques de masses des superalliages de nickel :

#### 1. Trempe :

Le rôle d'une trempe est généralement, à l'inverse des recuits, de permettre d'obtenir des structures hors d'équilibre dans les conditions où on les rencontre, à l'échelle aussi bien cristalline que micrographique.

#### 1/a. Les différentes trempes sont fondées sur les principes suivants :

- ✓ conserver à plus basse température une phase qui n'est stable qu'à plus haute température et qui, lors d'un refroidissement suffisamment rapide, n'a pas le temps d'évoluer vers la structure d'équilibre.
- ✓ éviter certaines transformations conduisant à des structures d'équilibre, qui n'ont pas le temps de se produire au cours du refroidissement trop rapide, ce

Qui favorise alors d'autres transformations conduisant à des structures le plus souvent hors d'équilibre.

**1/b. Les trempes sont effectuées dans les buts suivants :**

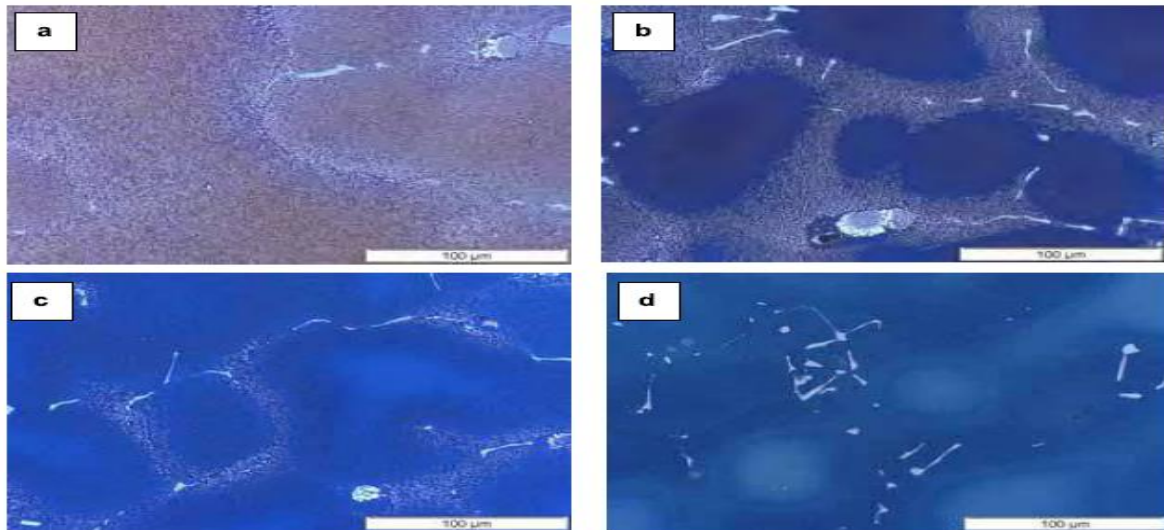
- ✓ conserver un élément en sursaturation pour augmenter la résistance mécanique ou préparer un durcissement ultérieur par revenu, ce qui est la base du traitement de durcissement par précipitation d'un grand nombre d'alliages.
- ✓ obtenir une phase hors d'équilibre aux propriétés plus favorables que la structure d'équilibre, soit par conservation de la phase initiale (austénite retenue par hypertrempe d'un acier inoxydable, par exemple), soit par transformation hors d'équilibre (martensite des aciers, par exemple), cette opération peut être entreprise aussi bien dans un but de durcissement (martensite des aciers au carbone) que de malléabilisation (austénite des aciers inoxydables). La sévérité de trempe  $h$ , selon Grassmann (ne dépend que de sa conductivité thermique). Elle est égale à : Avec  $\alpha$  coefficient de la chaleur entre la pièce et le milieu de trempe.  $\lambda$  conductivité thermique du milieu de trempe. La trempe s'effectue en général soit :

**1.1. Trempe à l'eau : (WQ)**

L'eau constitue le milieu de refroidissement le moins cher qui permette, dans la pratique de tous les jours, de réaliser les refroidissements les plus énergiques. Toutefois, il faut noter qu'au cours d'une trempe à l'eau la vitesse de refroidissement n'est pas constante. L'eau a l'avantage de faire éclater la calamine au début du refroidissement et donc de nettoyer la surface et d'améliorer l'échange thermique. Lorsque la géométrie de la pièce le permet, l'eau peut former facilement des bulles de vapeur prisonnières qui ralentissent localement le refroidissement du métal et donnent naissance à des points doux (figure 7), la circulation de l'eau, l'agitation de la pièce ainsi que sa présentation doivent donc être adaptées. Si la température de l'eau s'élève, son pouvoir refroidissant diminue très sensiblement (la période de caléfaction est prolongée). Ainsi donc, l'exécution d'une bonne trempe à l'eau exige le contrôle permanent :

- ✓ De la température de l'eau.
- ✓ De l'agitation des pièces.
- ✓ De la circulation de l'eau et de son renouvellement éventuel.

Par ailleurs, il est nécessaire d'éviter toute contamination de l'eau par des produits étrangers (sels notamment), qui changerait sa sévérité de trempe et empêcherait d'obtenir des résultats constants [9].

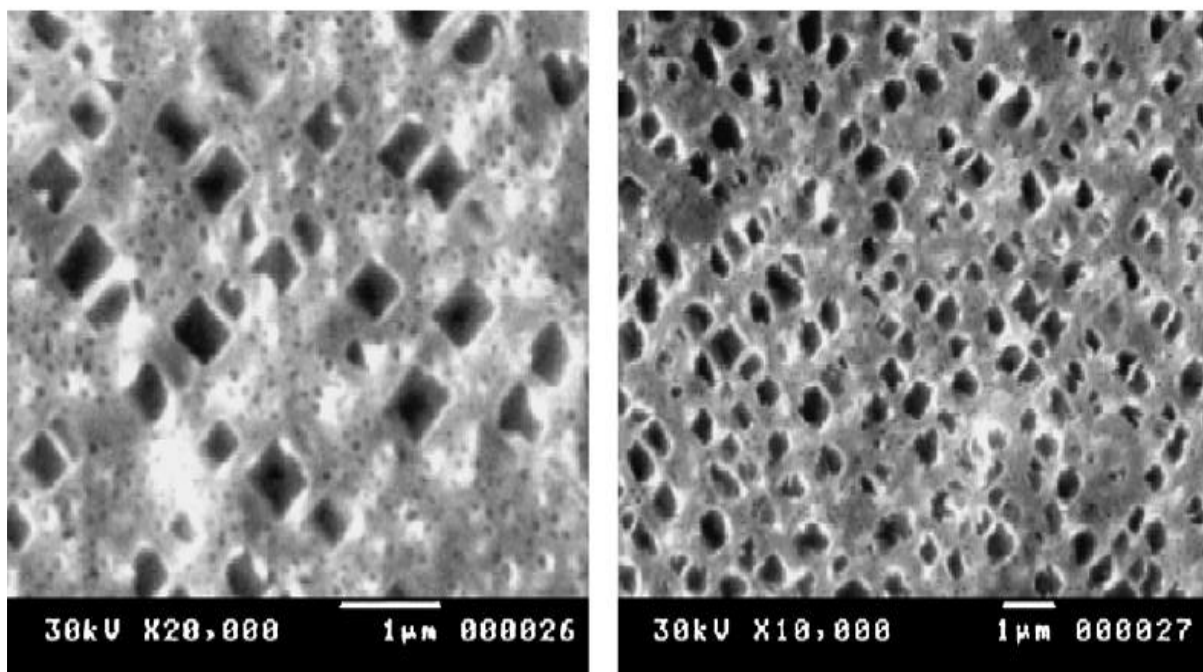


**Figure II.7.** Microstructures de mise en solution suivies d'une trempe à l'eau : (a) – 1120°C, (b)- 1200°C, (C)- 1220°C, (d) - 1240°C [37].

### 1.2. Trempe à l'air : (ACC)

Pour avoir la bonne combinaison des propriétés mécaniques, l'Inconel 738 subit le traitement thermique suivant :

- 1220°C pendant (02) deux heures suivi d'un refroidissement à l'air frais.
- Puis 845°C pendant (24) vingt-quatre heures suivi d'un refroidissement à l'air frais.

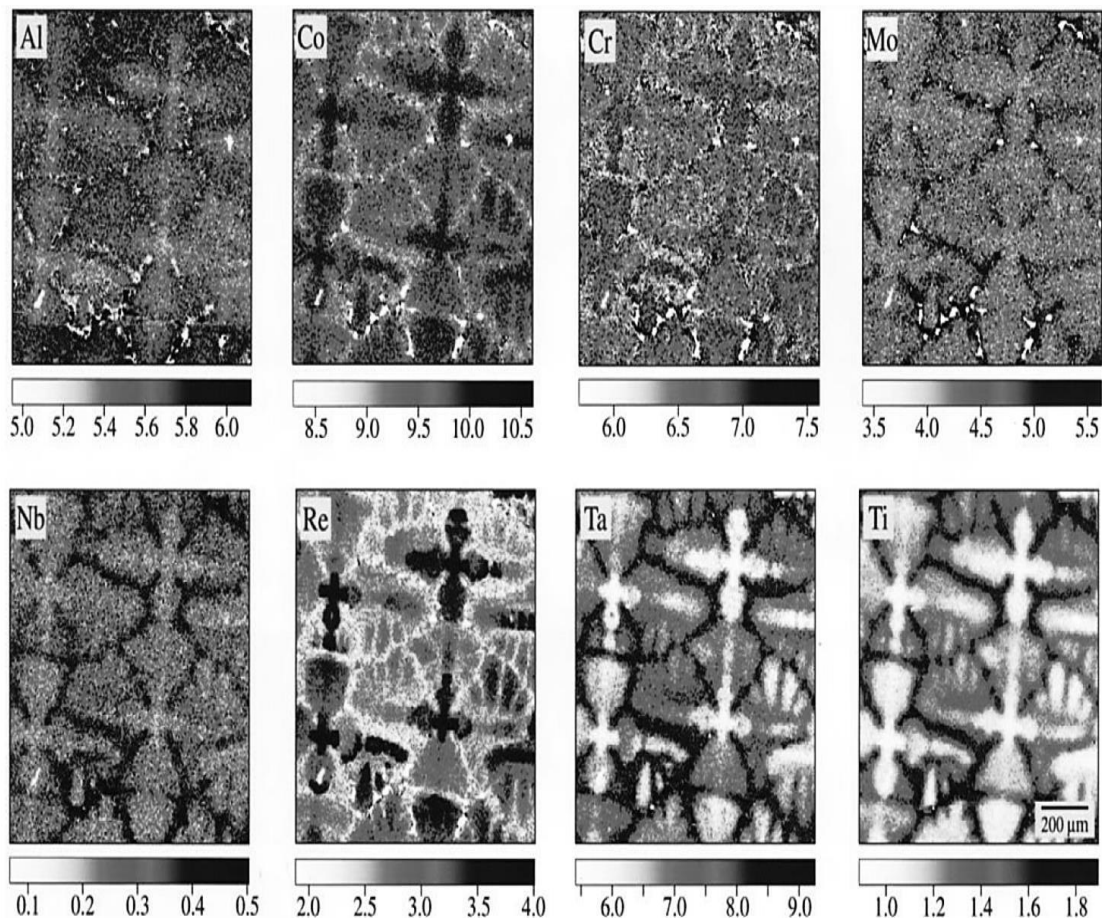


**Figure II.8.** Effet du vieillissement à 845 ° C pendant 48 h, AAC.

## II.5.2. Traitement de mise en solution et de précipitation primaire et de précipitation secondaire : [13]

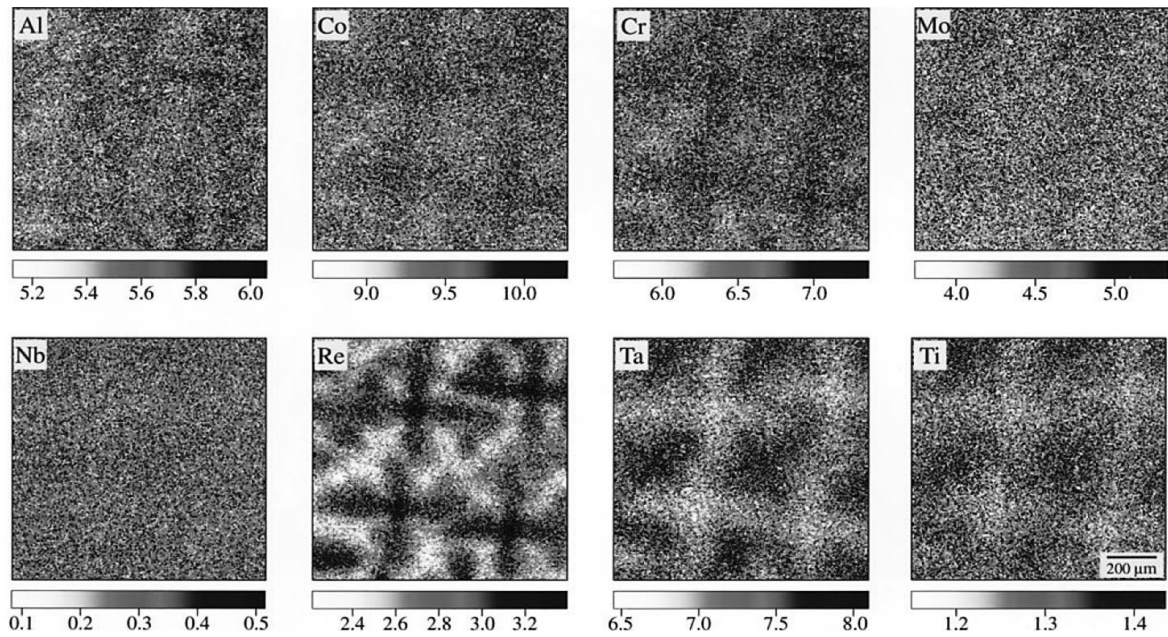
### II.5.2.1. Traitement de mise en solution :

Le coeur, les différentes couches des dendrites ainsi que les zones inter dendritiques n'ont pas exactement la même composition ; leur solidification a eu lieu successivement. De plus, durant la solidification les éléments  $\gamma'$ -gènes (Al, Ta et Ti) ségrégent dans le métal liquide à l'inverse du W ou du Co qui sont en concentration plus importante au coeur des dendrites. La mise en solution est un traitement thermique permettant d'homogénéiser le matériau par diffusion des éléments, mais après celui-ci, il reste malgré tout une trace de cette hétérogénéité. M.S.A Karunaratne et al. ont mis en évidence, par analyse microsonde (EPMA), cette ségrégation sur un échantillon (superalliage de 2ème génération) brut de coulée (Figure 9) et après mise en solution (Figure 10). Ceci a été également observé dans le cas de l'AM1.



**Figure II.9.** Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2ème génération) brut de coulée

[13].



**Figure II.10.**Cartographie EPMA du superalliage RR2071 (2ème génération) après mise en solution [13].

La mise en solution peut être soit partielle, c'est-à-dire subsolvus (jusqu'à  $-50^{\circ}\text{C}$  du  $T_{\text{solvus}}$ ), traitement plutôt favorisé pour des superalliages nécessitant une tenue en fatigue ; soit complète, supersolvus ou proche du solvus de  $\gamma'$  (jusqu'à  $50^{\circ}\text{C}$  au-dessus du  $T_{\text{solvus}}$ ). La température du solvus de la (figure 11) est de  $1385^{\circ}\text{C}$  par exemple. Le temps de maintien peut varier de 30 minutes à quelques heures en fonction de la composition du superalliage et des propriétés souhaitées.

Dans le cas de l'AM1, la température de mise en solution est comprise entre le solvus et le solidus, c'est-à-dire à  $1300^{\circ}\text{C}$  (durant 3 heures). À cette température, les amas d'eutectique se dissolvent, permettant ainsi une bonne distribution de la phase  $\gamma'$ , tout en étant en dessous du seuil de brûlure de l'alliage.

Température solvus	Température solidus	Température liquidus
1293 °C	1310°C	1362°C

**Tableau II.1.**Températures de transformation de phase de l'alliage AM1[13].

À la fin de la mise en solution, l'alliage subit une trempe à l'air contrôlé ( $10^{\circ}\text{C}/\text{secondes}$  pour l'AM1). En effectuant ce refroidissement rapide, la solution solide qui se trouve en sursaturation va se décomposer en deux phases : des précipités cohérents  $\gamma'$

Contenus dans une matrice  $\gamma$ . La force motrice de germination dépend entre autres du  $\Delta T$  que subit l'alliage : plus le changement de température sera brutal plus les précipités seront petits et nombreux (Figure 12). Si la vitesse de refroidissement est lente, il y a précipitation d'une seconde phase  $\gamma''$  dans les couloirs de la matrice.

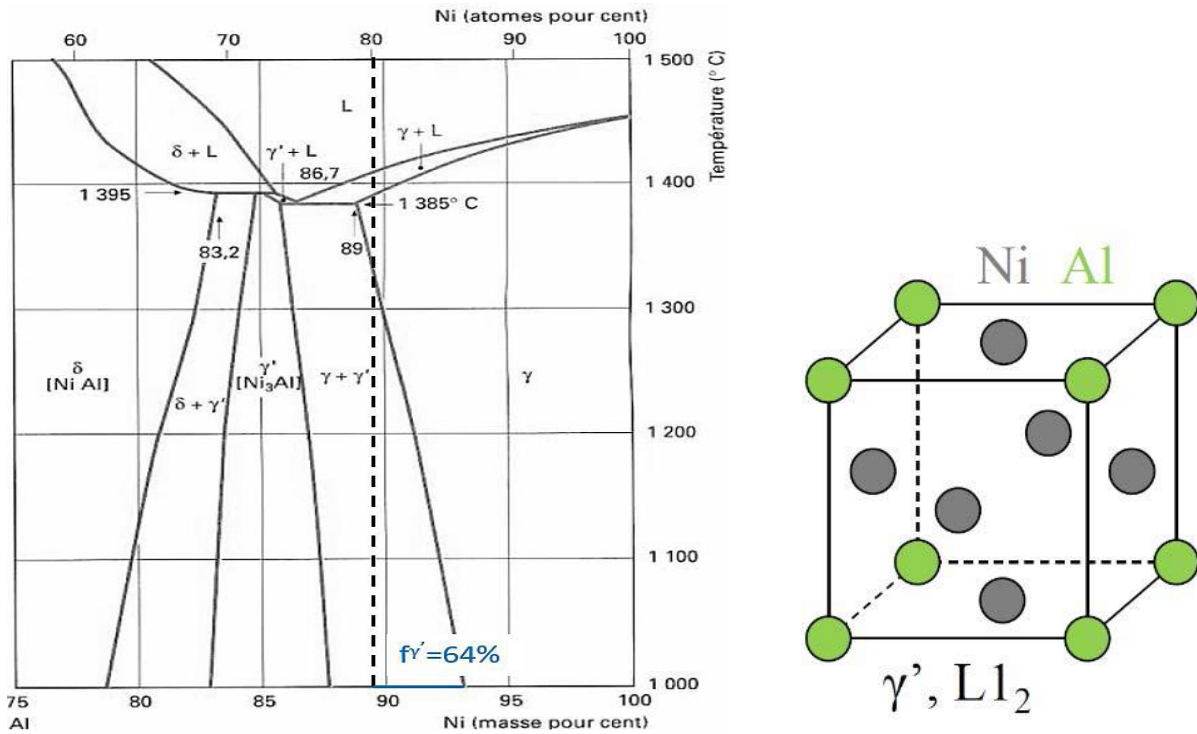


Figure II.11. Diagramme Ni-Al (a) [10] et structures cristallines de la phase  $\gamma$  (b) et  $\gamma'$  (c) [13].

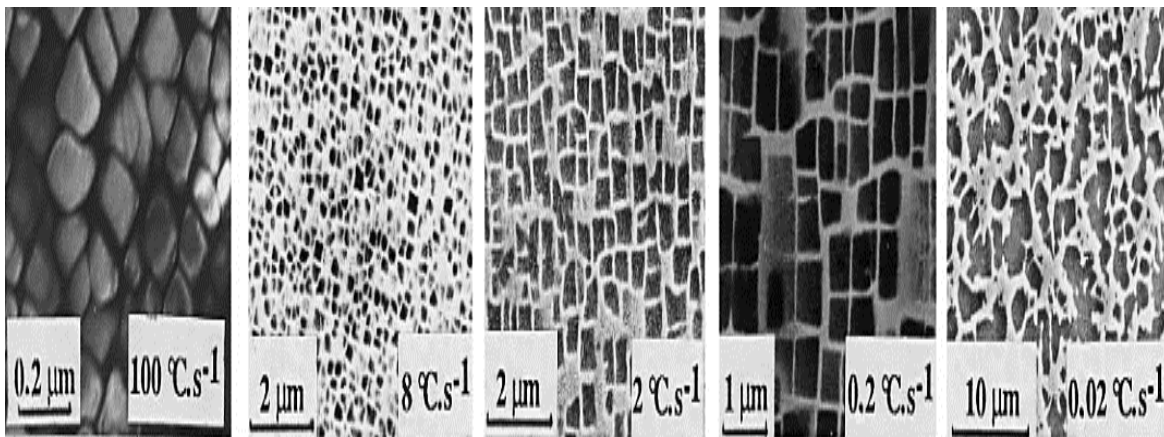


Figure II.12. Microstructure du superalliage CMSX2 à différentes vitesses de Refroidissement après mise en solution à 1300°C pendant 30 minutes [13].

**a. Mise en solution de la phase  $\gamma'$  :**

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  $\gamma'$ . 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  $\gamma'$  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  $\gamma'$ . 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  $\gamma'$  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  $\gamma'$  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 inter faciale  $\gamma/\gamma'$ ). L'inconel 738 présentera toujours une certaine fraction volumique de précipités de phase durcissant, suite au traitement de remise en solution. Un refroidissement lent permet de former une plus grande quantité de phase durcissant  $\gamma'$ . 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 précipitant 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 remise 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.

#### **b. Revenu ou vieillissement de la phase $\gamma'$ :**

Le traitement thermique de vieillissement a pour but d'optimiser la forme et la fraction volumique de phase  $\gamma'$  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 devieillissement dont la température est comprise entre 800°C et 1050°C aboutissent à une forte précipitation. Une augmentation du taux de phase  $\gamma'$  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  $\gamma'$ , ainsi que la disparition des carbures MC qui engendrent des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> aux joints de grains. Le grossissement des précipités  $\gamma'$ , 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.

### **II.5.2.2. Traitement précipitation primaire et de précipitation secondaire :**

#### **II.5.2.2.1. Traitement de précipitation (Revenu):[14].**

Le traitement de revenu ont pour but précipiter le maximum de fraction volumique de phase durcissants, ainsi que le carbures et borures, et d'optimiser leur morphologie

##### **a) Traitement de 1<sup>er</sup> revenu :**

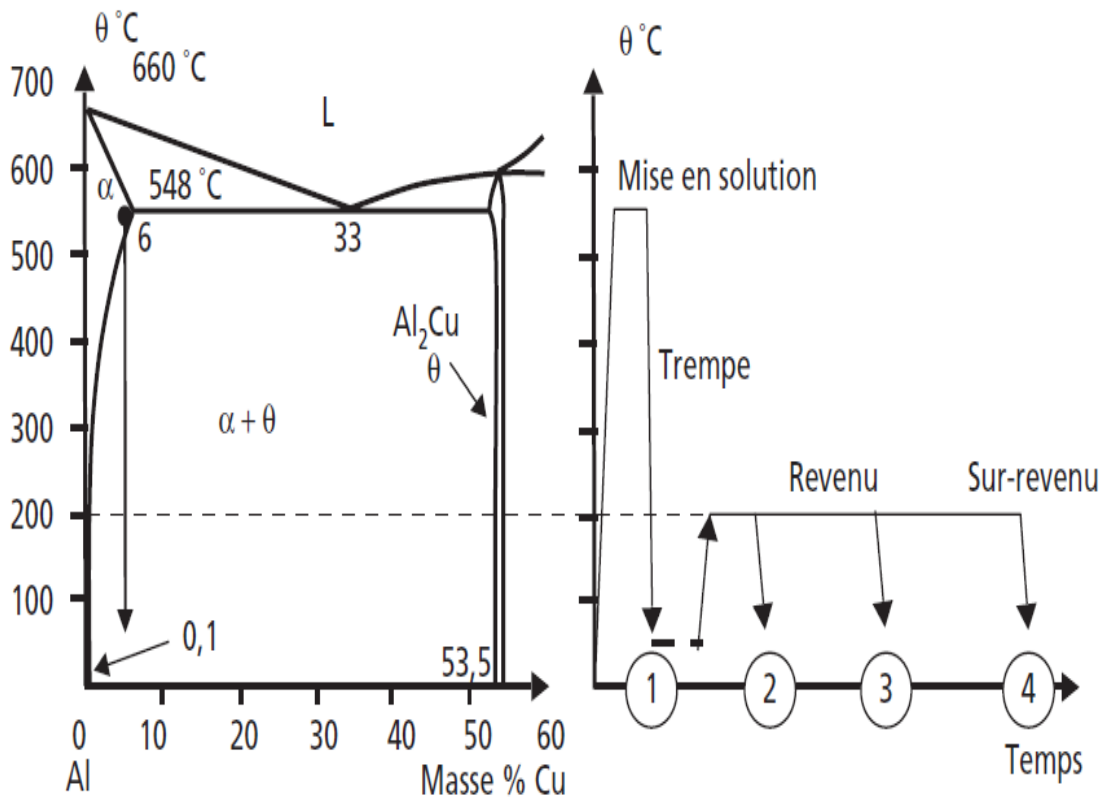
A la fin du traitement de mise en solution, le matériau est trempé à l'air. Lors de cette trempe, la phase  $\gamma'$  reprécipitée sous forme de précipités secondaires dont la distribution en taille et l'organisation est très aléatoire.

Le 1<sup>er</sup> revenu, qui est réalisé après le traitement de mise en solution, vise à développer une

microstructure  $\gamma'$  en cubes de taille homogène et optimale vis-à-vis du comportement en Fluagemais aussi régulièrement alignée suivant les directions élastiquement molles du cube. La plage de température généralement privilégiée pour les traitements de 1er revenu s'étend environ entre 1 050°C et 1 150°C pour des temps d'exposition pouvant aller jusqu'à une vingtaine d'heures.

**b) Traitement de 2ème revenu (ou traitement de vieillissement):**

Réalisé à une température aux alentours de 850°C-870°C, le 2ème revenu a pour but d'approcher une fraction de 70% en volume de phase.  $\gamma'$  Ceci est obtenu par mûrissement des cubes de  $\gamma'$  formés lors du traitement précédent et / ou par coalescence des petits précipités qui se sont formés lors de la trempe à l'air qui achève le 1er revenu. La coalescence des précipités résultants de la trempe se fait soit par agglomération de cette fine précipitation soit au profit de l'absorption des petits précipités par les gros cuboïdes. Le traitement de vieillissement dure généralement une vingtaine d'heures ; s'il est trop long, la coalescence entre les gros cuboïdes peut s'amorcer. Une nouvelle trempe à l'air conclut le 2ème revenu.



**Figure II.13.** Schéma de principe du traitement de revenu. (1) solution solide sursaturée, (2) zones de Guinier – Preston, (3) précipités  $\theta''$ , (4) précipités  $\theta'$ , puis  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) [15].

**II.5.2.2. Traitements de précipitation (revenus): [17]**

Les traitements de revenu ont pour but de précipiter le maximum de fraction volumique de phases durcissantes, ainsi que les carbures et borures, et d'optimiser leur morphologie.

**1) Précipitation  $\gamma'$  :**

Elle est gouvernée, en partie, par l'histoire thermomécanique du matériau et, dans le cas des superalliages évolués, par la vitesse de trempe. Elle s'effectue principalement en deux phases :

- précipitation proprement dite.
- précipitation secondaire ou coalescence.

L'organisation des traitements de revenu peut se faire en ordre de température décroissante ou croissante.

Dans le premier cas, on effectue un premier revenu dans un domaine de l'ordre de 800 à 1050°C, engageant la précipitation d'un grand nombre de particules  $\gamma'$  stables, puis un second à une température plus basse, complétant cette précipitation pour accroître la fraction volumique de  $\gamma'$ .

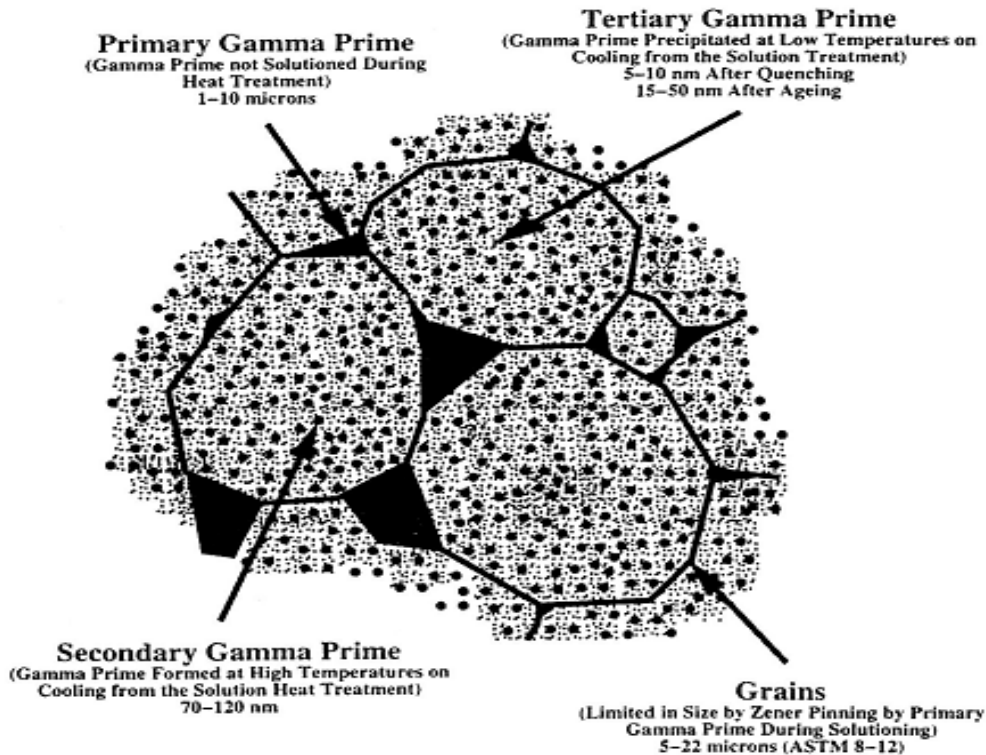
Dans le second cas, le premier revenu s'effectue à plus basse température, au voisinage de 650°C, le second à température supérieure ayant pour but de coalescer les précipités et d'ajuster leur taille. Les écarts microstructuraux entre ces deux versions sont faibles et demandent une observation fine sur lames minces. Lorsque la précipitation est principalement gouvernée par la vitesse de trempe, les variations sur les propriétés mécaniques classiques apparaissent comme étant du second ordre.

**2) Précipitation des carbures/borures aux joints de grains :**

Elle est utile pour les fonctionnements dans les domaines de températures intermédiaires, ces précipités ancrant les joints de grains. De même que pour les précipités  $\gamma'$ , il sera nécessaire d'optimiser leur taille et leur répartition. Dans la plupart des superalliages, un traitement de précipitation dans le domaine des 800°C est pratiqué, suivi d'un maintien à 650/700°C plutôt destiné à la coalescence des carbures de joints de grains. Ce dernier traitement, généralement plus long, stabilise la microstructure pour une limite donnée de température d'emploi. Les carbures continus sont à proscrire pour leur rôle néfaste sur la ductilité (cas des précipitations à basse température) et sur la propagation de fissures en milieu oxydant dans les conditions où la fissuration est inter-granulaire (il y a alors

Combinaisons de l'aspect mécanique et de l'oxydation des carbures). Le maintien sous contrainte de traction accélère encore ce processus.

Dans la pratique, on s'efforcera d'organiser les traitements de précipitation des phases durcissant de façon à limiter la complexité et la durée de ces opérations. La finesse recherchée dans l'approche microstructurale ne devra pas faire oublier les aspects industriels et les coûts.



**Figure II.14.** Schéma de la microstructure d'un superalliage définissant les trois types de précipités de phase  $\gamma'$  [18].

## II. 6. Types de traitements thermiques : [16]

On distingue quatre types de traitements thermiques :

### II.6.1. traitements de durcissement structural en deux :

- 1) Premièrement, une mise en solution suivie d'un refroidissement assez rapide (trempe) pour « figer » à la température ordinaire l'alliage et obtenir ainsi une solution solide sursaturée en éléments d'alliage et en lacunes. La température doit être voisine du solidus ou de l'eutectique, là où la solubilité est la plus grande. La marge optimale peut être aussi petite que  $\pm 5^\circ\text{C}$ . La vitesse de refroidissement est assez critique, puisqu'elle

Doit être assez rapide pour éviter une précipitation, mais sans induire de contraintes résiduelles (contraintes de trempe).

- 2) Deuxièmement, une maturation (Naturalageing) à la température ordinaire ou revenus (agehardening) à température supérieure, dans le but de durcir l'alliage ; cette température doit non seulement se situer au-dessous du solvus correspondant à l'équilibre, mais au-dessous du solvus correspondant aux phases métastables dont la précipitation est recherchée. Ce dernier se situe à des températures plus basses que le premier.

### II.7. Conclusion :

1. Des traitements thermiques sont d'homogénéiser et d'optimiser la taille et la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  qui joue le rôle du précipité durcissant.
2. La famille des superalliages à base de nickel de type  $\gamma'/\gamma$  est durcie grâce à trois mécanismes différents : le durcissement par précipitation, le durcissement par solution solide et le durcissement par ancrage des carbures.
3. L'utilisation des traitements thermiques pour améliorer la dureté et la résistance des alliages.
4. Les traitements thermiques des superalliages, joue un rôle important, car il conditionne la stabilité des phases.
5. Les traitements thermiques consistent en général en une seule remise en solution dans la matrice austénitique  $\gamma$  des différentes phases à une température comprise entre 1050-1200°C.
6. Par effet d'homogénéisation, elle prépare la matrice à la précipitation uniforme de  $\gamma'$  durant les traitements des revenus. Une série de revenus est ensuite établie, pour précipiter et développer les principales phases de durcissement. Pour la résistance au fluage, la précipitation de  $\gamma'$  se fait entre 840°C-1100°C.

# Références

- [1] Traitements thermiques des superalliages, Pr :Claude MONS,  
© Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M 1 165-1,  
avril 1996.
- [2] métallurgie par alliages métalliques, 2édition Dunod,  
Pr : C.chaussin et G.hilly. P: 138© Bordas, 1976ISBN 2-04- 003285-1
- [3] Article ; Claude MONS ; traitements thermiques des aciers et des  
alliages Techniques de l' Ingénieur, réf M1165 p 55-56.
- [4] E.Flahaut, Thèse doctorat, ``Synthèse par voie catalytique  
caractérisation de composites nanotubes de carbone – métal – oxyde  
poudres et matériaux denses'', p. 40, Toulouse (1992).
- [5] S. Bensaada, ``Traitements thermiques, Classification et désignation des  
aciers et fontes'', Université Batna, p. 4-12, (2005).
- [6] R. Fayolle, B. Courtois, ``Ateliers de traitement thermique'',  
Département Risques chimiques et biologiques, INRS, Hygiène et  
sécurité du travail - N° 183, p. 13. Paris (2001).
- [7] B. Dubost, P. Sainfort, ``Durcissement par précipitation des alliages  
d'aluminium'', Techniques de l'ingénieur, Fiche M1290.
- [8] I. Hamdi, ``Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage  
d'aluminium (série 6000)'', Thèse doctorat (2014).
- [9] F. Bounab, ``Evolutions microstructurales lors des traitements  
thermiques imposés à un acier faiblement allié (53MnSi4)'', Mémoire  
magistère, (2013).
- [10] Thèse doctorat;S. Bensaada, ``Phénomènes de recristallisation, de  
précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Ni-1,4 at.  
% In, Ni-6,2 at. % In, Al-15 at. % Zn, Al-30 mass. % Zn, Cu- 4,6 at. In,  
et Mg-8 mass. % Al'', (2005).

- [11] F. Bounab, ``Evolutions microstructurales lors des traitements thermiques imposés à un acier faiblement allié (53MnSi4)``, Mémoire magistère, (2013).
- [12] M. Ostroga, ``Le recuit, La trempe et le revenu de quelques laitons au nickel industriels``, p. 779 et p. 781, (1925).
- [13] Thèse Docteur; ROXANE TRÉHOREL Comportement Mécanique Haute Température de Superalliage Monocristallin AM1 : Etude in Situ par une Nouvelle Technique de Diffraction en Rayonnement Synchrotron; 19 février 2018, p 30-33.
- [14] Thèse doctorat; Michael Arnoux, Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel, HAL Id: tel-00445811; p 15-16, Submitted on 11 Jan 2010.
- [15] M. Dupeux, ``Aide-mémoire Science des matériaux``, p. 95 et p. 118, Paris (2004).
- [16] Métallurgie par alliages métalliques, 2<sup>é</sup>dition Dunod, Pr: C. chaussin et G. hilly. P: 138 © Bordas, 1976 ISBN 2-04-003285-1.
- [17] Traitements Thermiques des Alliages Ferreux et l'Aluminium et ses Alliages, Précis de Métallurgie, J. BARRALIS, G. MAEDER. (2007). P71, 128.
- [18] D. Locq, C. Ramusat, P. Caron, "Etude du comportement en fluage à haute température de deux superalliages à base de nickel", ONERA, Rapport Technique RT1/08553 DMMP, (2005).

**Chapitre III :**  
**Des travaux de recherche sur**  
**les traitements thermiques**  
**superalliage à base Nickel**  
**INC 738**

### **III. 1.Introduction :**

**D**ans le but d'avoir plus d'informations sur l'INC 738 LC, les causes qui engendrent les fissures au niveau de la ZAT, plusieurs travaux de recherche ont été menés sur **traitements** thermiques des superalliages à base Ni INC 738 LC.

Les superalliages à base de Ni sont largement utilisés pour les hautes performances applications telles que les disques et les pales des deux moteurs d'avion ou turbines à gaz terrestres [1].

Afin de fonctionner de manière satisfaisante dans ces environnements sévères, les alliages doivent posséder à des températures élevées :

- une bonne résistance à la corrosion,
- des propriétés thermiques optimales,
- une résistance couplée avec la ductilité,
- une résistance au fluage et à la fatigue,
- ainsi qu'une résistance optimale aux chocs et à l'usure[2].

Les aubes de turbine à gaz utilisées pour la production d'électricité sont principalement en superalliages à base de nickel tels que l'alliage IN738LC. Cet alliage est un superalliage poly cristallin, contenant une grande quantité d'éléments réfractaires comme le tungstène, le molybdène, tantale et niobium [3].

### **III. 2.Les travaux de recherche effectués sont subdivisés en deux grandes catégories :**

#### **III. 2.1.Les travaux de recherche réalisés dans le domaine terrestre :**

IN 738 est l'un des superalliages à base de Ni coulés de manière conventionnelle largement utilisés, développé et breveté par Inconel Corporation en 1969 [7]. L'alliage a été spécialement conçu pour les turbines terrestres plutôt que pour les turbines à gaz d'aéronefs afin de résister à la corrosion / oxydation à haute température et à l'environnement de stress [8]. L'objectif de la conception de cet alliage était de combiner la résistance à la sulfuration et à l'oxydation de l'UDIMET 500 avec une résistance élevée de l'IN 713 [9]. La composition chimique de ces alliages et d'autres superalliages à base de Ni commerciaux est donnée dans le tableau.1, en particulier la composition de l'IN 738 LC.

Les traitements thermiques de précipitation de l'IN 738 LC, sont classés en deux types :

Le traitement thermique de précipitation primaire est effectué à 1055°C/ 1h, suivi d'un refroidissement à l'air, le second traitement de précipitation s'effectue à 850°C/24h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Elements	Range	Nominal Composition
Ni	Balance	Balance (61)
Ti	3.20-3.70	3.4
Nb	0.6-1.1	3.4
Ta	1.5-2	1.75
C	0.09-0.13	0.11
Co	3-9	8.5
Cr	15.7-16.3	16
W	2.4-2.8	2.6
Mo	1.5-2	1.75
B	0.007-0.012	0.01
Zr	0.03-0.08	0.05
Al	3.20-3.70	3.4

**Tableau III .1.**Composition chimique de l'IN 738 LC (% en poids)[ 4].

### **III. 2.2.Les travaux de recherche dans le domaine aéronautique :**

Le présent travail étudie l'effet du traitement thermique et du refroidissement conditions de taux sur les caractéristiques microstructurales de l'IN738LCalliage. Contrôle de la fraction volumique, de la morphologie et de la taille des précipités dans la microstructure peuvent améliorer les performances de cet alliage. Par conséquent, les effets de la dissolution et du vieillissement temps et températures sur la taille, la distribution et la morphologie comme ainsi que la fraction volumique de ces précipités sont étudiées [4].

Le superalliage Inconel 738 coulé est l'un des alliages utilisés pour la fabrication de composants à section chaude de moteurs d'avions et de turbines de générateurs à gaz, en raison de sa résistance élevée à la rupture au fluage et remarquable résistance à la corrosion à chaud [5].

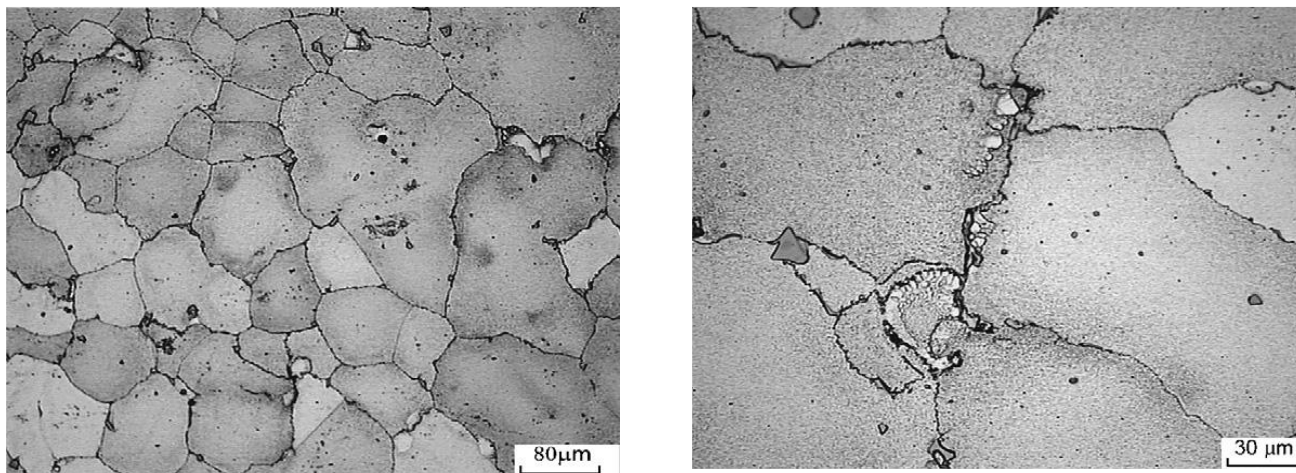


Figure III.1. Microstructure de l'alliage IN738LC coulé [4].

### III.3.Effet de diverses conditions de traitement thermique sur la microstructure de l'alliage poly cristallin IN738LC coulé :[6]

#### III. 3.1.Procédures expérimentale :

L'alliage IN738LC utilisé dans ce travail a été reçu d'une aube rebutée d'une turbine d'une centrale électrique à turbine à gaz. Le (tableau 1) montre la composition chimique de l'alliage poly cristallin IN738LC tel que reçu et après fusion et coulée. La différence de chimie entre l'alliage tel que reçu et tel que coulé pourrait être due à l'effet du processus sous vide, où une fusion sous double vide était appliquée. Ces rebuts ont été fondus et coulés dans un moule à blocs en Y sous atmosphère sous vide en utilisant un four à induction sous vide. Procédures métallographiques standard puis gravées dans un mélange de 17 ml HNO<sub>3</sub>, 100 ml HCl, 7,5 g CuCl<sub>3</sub> et 7,5 g FeCl<sub>3</sub>. La microstructure des spécimens coulés et traités thermiquement a été étudiée par un microscope optique Zeiss équipé d'un appareil photo numérique Hitachi ainsi que par un microscope électronique à balayage (SEM) JOEL JSM-5410.un logiciel a été utilisé pour mesurer l'analyse chimique de et les alliages tels que reçus. Pour étudier l'effet du traitement thermique sur la ségrégation, une microanalyse des éléments d'alliage commençant au centre de la dendrite vers les limites de la dendrite a été réalisée en utilisant EDS dans JEOL JSM5410. Les chaleurs ont été faites en faisant fondre 10 kg de ferraille d'aube de turbine. La coulée a été effectuée dans un moule en céramique decoulée de

précision. Le moule en céramique a été préchauffé à 1000 ° C avant de verser la masse fondue. L'alliage tel que coulé a d'abord été traité avec un traitement en solution (ST) à une vitesse de chauffage de 0,17 °C / s et un maintien à différentes températures de 1120, 1180 et 1220 °C pendant 1,5 h. Traitement en double solution de 1180°C / 1,5 h 1220°C / 2 h sous atmosphère Ar a également été appliqué. Le processus ST a été suivi par l'une ou l'autre de deux conditions de refroidissement ; refroidissement par air accéléré (AAC) ou trempe à l'eau (WQ) à température ambiante (RT). Par la suite, le traitement thermique final de durcissement par précipitation à 845 ° C pendant des durées différentes de 2 à 48 h sous atmosphère d'Ar, terminé par WQ, a été appliqué. Les échantillons pour l'étude de la microstructure ont été préparés par Les propriétés mécaniques ont été représentées par les mesures de dureté, qui ont été effectuées à l'aide de Matsuzawa DVK-2 Testeur Vickers sous une charge de 30 kg.

### **III. 3.2.Résultats et discussion :**

#### **III. 3.2.1Structure des échantillons tels que coulés :**

La microstructure du IN738LC coulé se compose d'une base Ni matrice austénitique  $\gamma$  précipité  $\gamma'$  MC carbure et  $\gamma'/\gamma$  eutectique, comme le montre la (figure.1). La granulométrie moyenne de l'IN738LC coulé était estimée à environ 100 m représenté par le n ° 4 selon la désignation ASTM E112, figure.1. Dans la microstructure, il existe deux types de carbures MC carbures de type bloc qui sont situés à l'intérieur de la matrice comme ainsi qu'aux joints de grains, comme le montrent les (figure.1 et 2). Les MC les carbures agglomérés sont principalement constitués de (Ta, Ti) C en plus pour abaisser les pourcentages de Nb et W, figure.3. L'autre type de les carbures sont les carbures fins M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>; avec Cr comme élément de base (Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>), qui ne peut être observée qu'aux joints de grains, comme le montrent les (figure.2 et 4). Types spécifiques de carbures formés sous différents refroidissements taux de la fonte. La température de fusion des carbures est au-dessus de 1525°C, ce qui est beaucoup plus élevé que la plage de fusion (1232–1315°C) d'IN738LC lui-même.

Des taux de refroidissement lents produisent plus de grande TaC de type blocky, mais raffinement de carbure se produit avec un refroidissement rapide et après un refroidissement des températures proche de 1595°C. Car à cette température élevée les carbures se dissolvent complètement dans la fonte et pendant le refroidissement, ils précipitent sous forme de très fines. Le  $\gamma'/\gamma$  eutectique est distribué aux limites des dendrites, souvent près des micropores, montrant qu'ils se sont formés au cours de la dernière étape de solidification, (figure.5) La taille eutectique variait de 30 à 135 µm son pour cent en volume a été déterminé comme étant

Dans une fourchette de 0,15–6%selon la position observée. Le  $\gamma'/\gamma$  eutectique est un autre

Ensemble de phases principales dans un superalliage à base de Ni, une fraction volumique Élevée (Vf) du  $\gamma'/\gamma$ eutectique dégraderait les propriétés mécaniques du superalliage en raison de la production des régions déficientes.

La figure 4 montre une micrographie SEM dans laquelle la microstructure a des précipités de taille duplex de phase fine et grossière. Dans région dendritique (A) il y a de fins  $\gamma'$  précipités tandis que dans inter dendritique région (B) des précipités de grosses tailles  $\gamma'$  existent, car il a été également observé par Kim et al. Le Vf des  $\gamma'$  précipités dans des conditions telles que coulé est d'environ 20 à 23% tandis qu'après la chaleur standard traitement, il a atteint 42–46%. Apparition de microporosité principalement associée à certaines régions eutectiques ont été observées à un grossissement plus élevé comme indiqué sur la (figure.5). La dureté moyenne de l'alliage IN738LC coulé est d'environ 393Hv30.

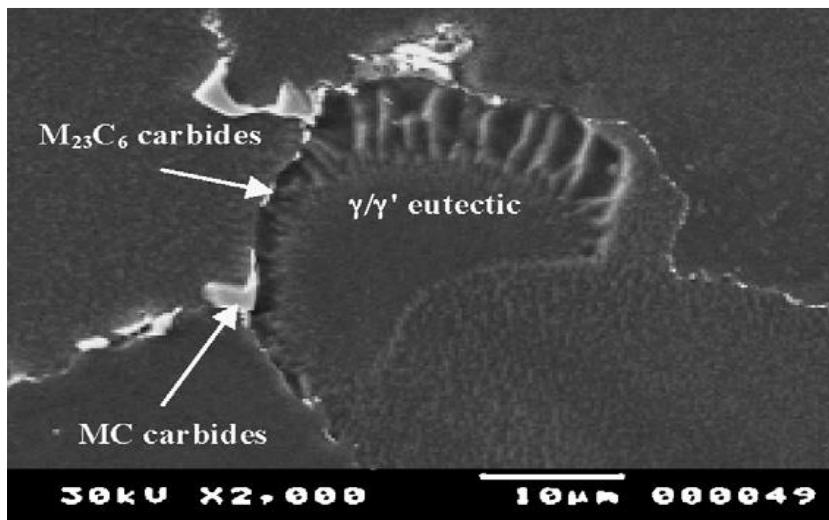
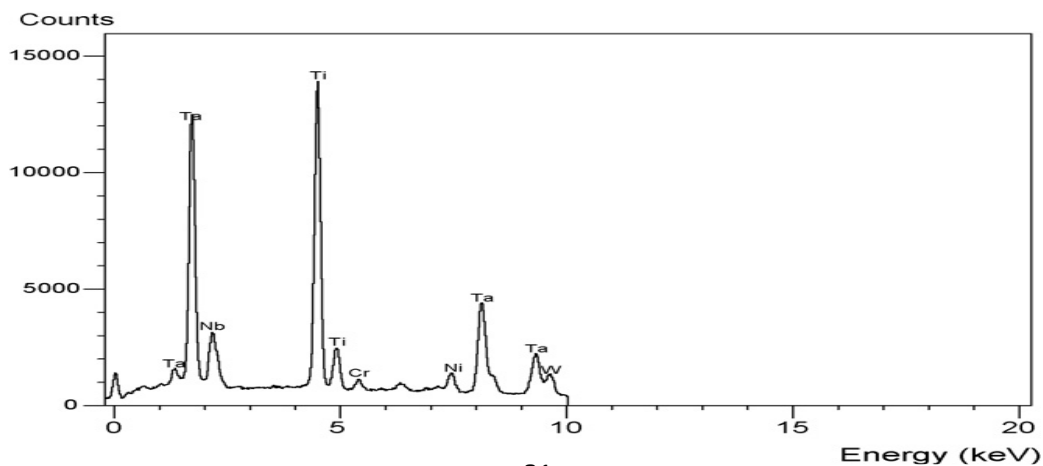
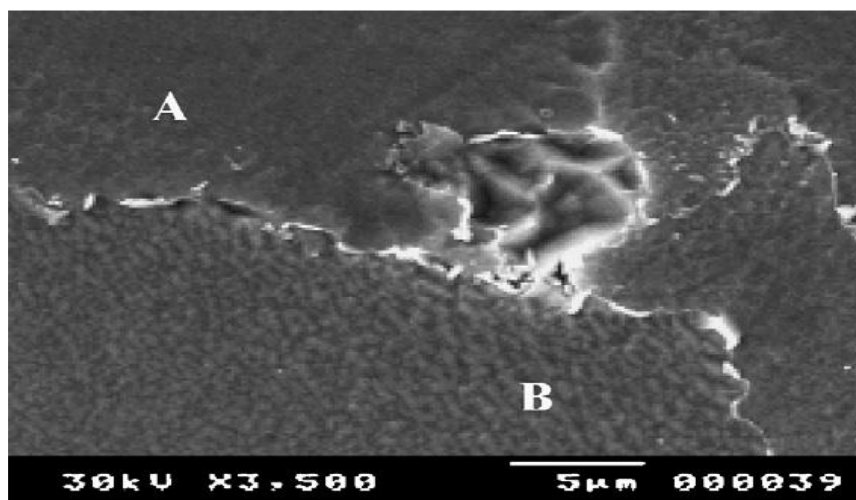


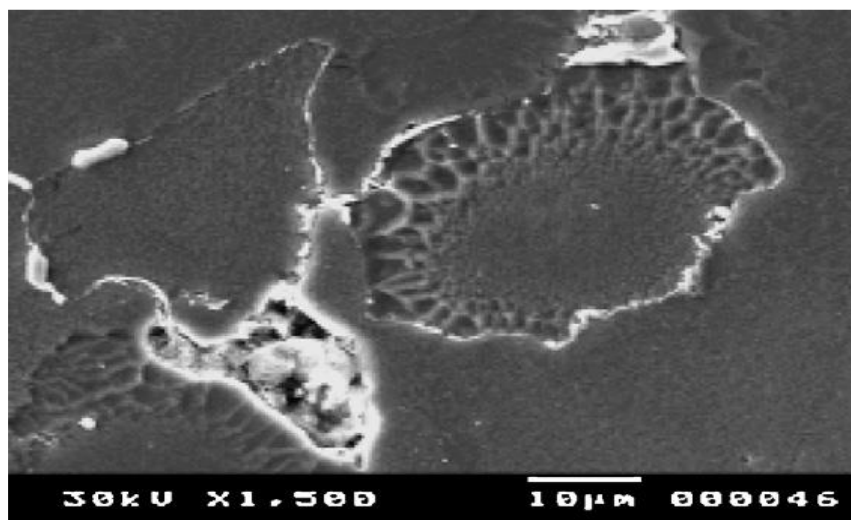
Figure III .2. MC et M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ainsi que / eutectique présents dans IN738LC coulé[6].



FigureIII.3. Analyse EDS des carbures MC blocky dans l'alliage IN738LC tel que coulé [6].



FigureIII.4. Précipite dans les régions (A) dendritiques et (B) inter dendritiques [6].



FigureIII.5. La microporosité est associée aux régions eutectiques de  $\gamma'$  /  $\gamma$  [6].

### III. 3.2.2.Effet du traitement thermique et de la vitesse de refroidissement sur Microstructure de l'alliage IN738LC coulé :

Après le traitement en solution, plusieurs changements microstructuraux ont été observés. Les carbures MC primaires se dissolvent dans le carbure  $M_{23}C_6$  et  $\gamma'$  un grand nombre de particules ré-précipitées pendant le processus de refroidissement ultérieur. Avec l'augmentation de la température de solution (ST), la taille des carbures diminue, le primaire  $\gamma'$  diminue et le

Vf de ré-précipité  $\gamma'$  la phase augmente. Ces phénomènes indiquent que la ST se dissout le carbure et la phase primaire, améliorant ainsi la distribution et l'homogénéisation de l'élément

D'alliage contenu dans la matrice. En conséquence, le Vf du secondaire fin précipite les augmentations de la matrice.

**1) Effet du traitement en solution sur  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique :**

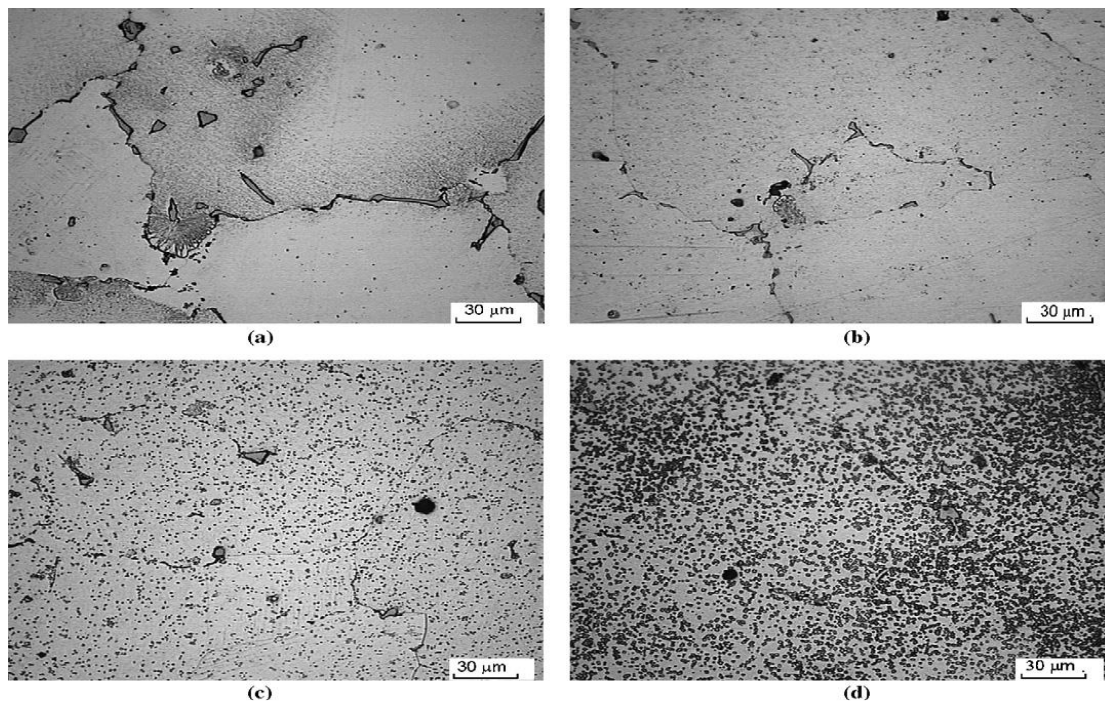
La figure 6 montre l'effet de la température de la solution sur le Vf de  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique. Comme le montrent les (figure.1 et 2), la structure en fonte de l'alliage IN738LC a quelques colonies de  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique et le Vf de ces colonies à l'état de coulée est d'environ 6% comme indiqué dans Tableau 2.

En appliquant diverses conditions ST, ce Vf de l'eutectique est affecté. À mesure que la température ST augmente, le Vf de diminutions eutectiques. Dans le même sens, le temps a une inverse relation avec le Vf de  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique. Prolonger la durée de Le processus ST diminue le Vf de  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique. ST conventionnel à 1120°C pendant 1,5 h suivi d'AAC réduit le pourcentage de eutectique de 6% dans la microstructure telle que coulée à environ 4,2%. Lorsque la température de la solution s'élève à 1180 et 1220 °C avec le même temps de maintien et les mêmes conditions de refroidissement, 1,5 h / AAC, le pourcentage de  $\gamma'$  /  $\gamma$  eutectique diminue à 1,7% et 0,4% respectivement.

Enfin, avec le double ST à 1180 °C pendant 1,5 h + 1220°C pendant 2 h / AAC, l'eutectique disparaît entièrement de la microstructure de IN738LC comme on peut le voir sur la figure 6 (d) et Tableau 2.

Conditions	As-cast	Solution treatment for 1.5 h at			Solution treatment at 1180°C/1.5 h + 1220°C/2 h
		1120°C	1180°C	1220°C	
Eu $\gamma/\gamma'$ (%)	6	4.2	1.7	0.4	0

**Tableau III .2.** Effet des conditions de traitement thermique en solution sur la fraction volumique de l'Eu  $\gamma'$  /  $\gamma$  dans la microstructure coulée de l'alliage IN738LC [6].



**Figure III .6.** Microstructure du traitement en solution à (a) 1120 °C, (b) 1180 °C, (c) 1220 °C et (d) 1180 + 1220 °C avec AAC [6].

## 2) Effet du traitement en solution sur l'homogénéisation deélémentsd'alliage :

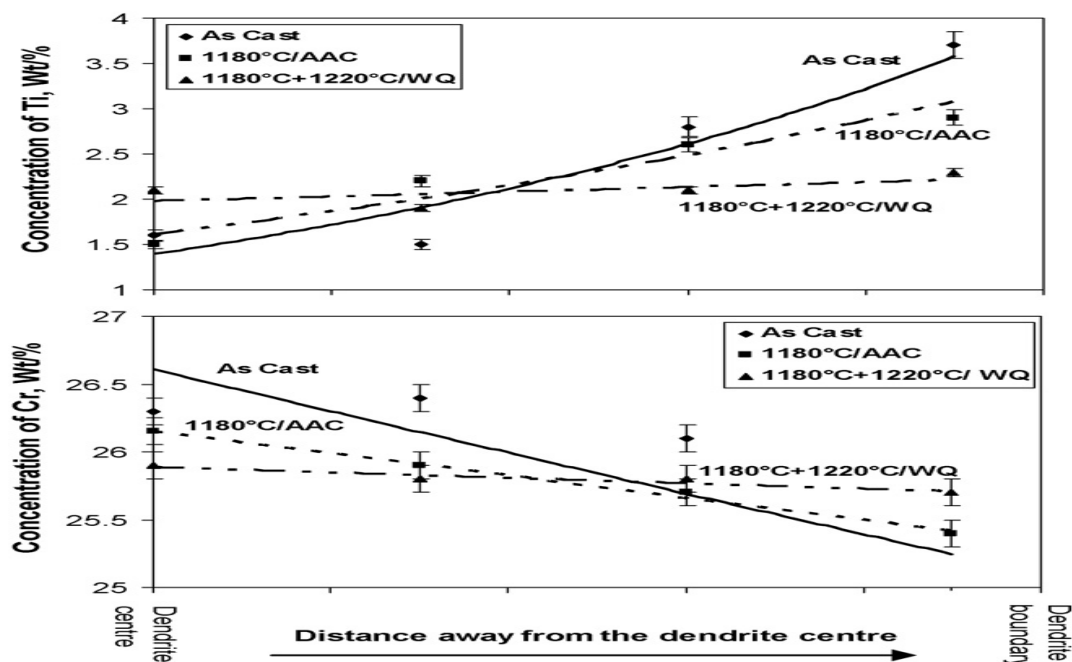
Il ressort clairement de la (figure 7) que Ti préfère se séparer vers les régions interdendritiques, ce qui signifie que le coefficient de partage de Ti est inférieur à 1 tandis que Cr a un coefficient de partage supérieur à 1 car il partitionne sélectivement en dendrite. La ségrégation maximale pour Ti et Cr est très clair dans les conditions telles que coulées. La concentration la plus élevée pour Ti et la plus faible pour Cr étaient trouvé aux joints de grains, cependant, le plus bas et le plus élevé les concentrations de Ti et Cr ont été trouvées au centre de  $\gamma'$  dendrite, respectivement. Après ST à 1180 °C pendant 1,5 h suivi d'AAC, le niveau de la ségrégation de Ti et Cr dans la matrice est remarquablement diminuée par rapport aux conditions telles que coulées. Le taux de refroidissement de l'AAC est relativement plus lent que WQ, ce qui donne la possibilité d'alliage éléments à ré-ségréger pendant le refroidissement par air après le ST processus, mais il n'a pas atteint le même niveau de ségrégation à l'origine. ST de 1180 + 1220 °C pendant 4 h avec WQ donne presque un niveau d'homogénéisation pour Ti et Cr dans la matrice, comme indiqué dans (figure.7). Température de solution plus élevée et durée plus longue du processus conduisent à un niveau élevé

d'homogénéisation dans la matrice. Lela distribution homogénéisée de Ti et Cr a été piégée par destaux de refroidissement de WQ.

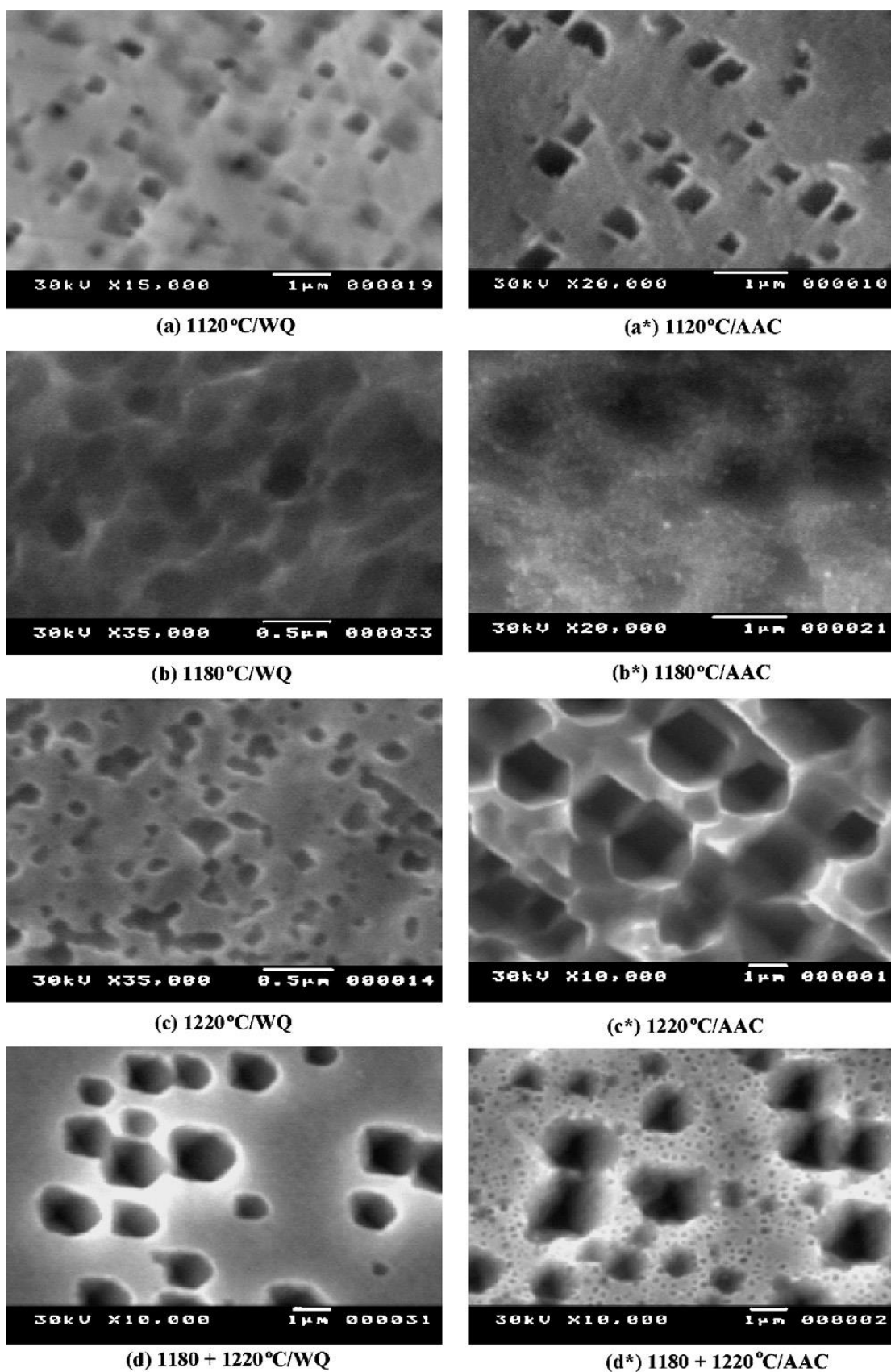
### 3) Effet de la température de la solution sur $\gamma'$ précipite :

L'effet de ST sur la dissolution, la formation et la morphologie de  $\gamma'$  phase a été étudiée. La (figure 8) montre que le ST conventionnel fournit un  $\gamma'$  précipité bimodal dans la microstructure. Ça peut être vu que, les  $\gamma'$  particules précipitent sous forme de cuboïde et forme sphéroïdale également. Ces  $\gamma'$  particules existent dans le microstructure sous forme de précipité fin en cas de WQ tandis que AAC donne la chance aux  $\gamma'$  précipités d'être plus grossiers, comme le montre (figure.8).

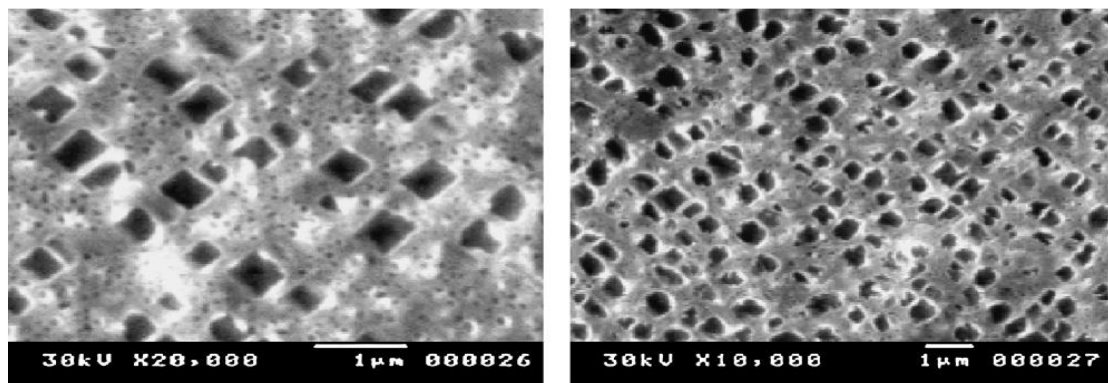
Lorsque la température ST augmente à 1180 et 1220 °C, les  $\gamma'$  précipités duplex sont apparus. Le primaire  $\gamma'$  grossier grossit en taille et change sa morphologie des  $\gamma'$  particules cuboïdes à ovales ou sphéroïdales. L'agglomération de fines  $\gamma'$  particules conduisant à former des grossiers peuvent être remarqués sur la (figure.9) ainsi que. Ceci est plus remarquable dans le cas d'AAC que de WQ. Le Vf des précipités  $\gamma'$  primaires diminue à mesure que le ST augmente, tandis que le Vf du secondaire  $\gamma'$  augmente. Ce dernier est précipité et a augmenté en taille pendant le cycle de refroidissement, en particulier avec AAC. Comme le montre la (figure.8) (d\*) avec AAC, Evidemment le primaire grossier les précipités sont entourés par les secondaires. La vitesse de refroidissement élevée associée à WQ résultant de précipités trop fins à détecter par le SEM utilisé.



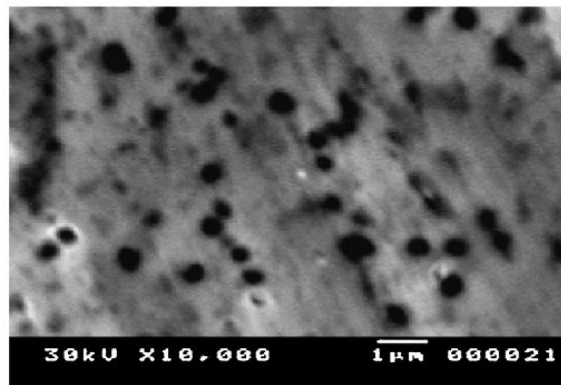
FigureIII.7. Effet de la température de traitement en solution sur l'homogénéisation des éléments d'alliage Ti et Cr dans la matrice[6].



FigureIII.8. Effet des conditions de traitement en solution sur les précipités [6].



(a) AAC



(b) WQ

FigureIII.9. Effet du vieillissement à 845 °C pendant 48 h après solution à 1120 °C / 1,5 h:(a) AAC et (b) WQ[6].

#### 4) Effet du traitement du vieillissement sur $\gamma'$ précipite :

Vieillissement à 845 °C après ST à 1120 °C pendant 1,5 h / AAC conduit à la formation d'un  $\gamma'$  précipité bimodal dans la microstructure. Le primaire grossier  $\gamma'$  précipite en cuboïde morphologie ont une arête cubique d'environ 0,45–0,55  $\mu\text{m}$ .

les particules secondaires  $\gamma'$  sphéroïdales existent en microstructure avec 0,1–0,05  $\mu\text{m}$  de diamètre, comme indiqué sur la (figure.9 (a)). Ces résultats font ne coïncide pas avec les conclusions de Balikci et al. Comme il l'a mentionné ce vieillissement unique à toute température inférieure pendant 24 h consécutives à 1120 °C / 2 h ST ne produit pas de précipités cuboïdes. Cependant, sur la (figure.9 (b)), la microstructure après les mêmes conditions de vieillissement et de traitements en solution mais sous refroidissement WQ condition a des  $\gamma'$  particules sphéroïdales de taille duplex. Alliages traités en solution à 1180 °C / 1,5 h suivi d'un vieillissement à ° 845C pour des temps différents ont également été étudiés. La Figure.11 montre l'effet des conditions de refroidissement (WQ et AAC) après

vieillissement pendant 48 h sur les  $\gamma'$  particules. Les échantillons refroidis avec WQ ont des  $\gamma'$  particules sphéroïdales tandis que d'autres refroidies avec AAC contiennent  $\gamma'$  précipité sphéroïdal plus grossier. Les précipités grossiers résultants provient du temps plus long disponible pour le soluté diffusion d'atomes en cas de refroidissement par AAC que WQ.

La taille duplex des  $\gamma'$  précipités peut être vue sur la (figure 10 (b)) où en cas d'AAC, il y a une combinaison de fin et grossier  $\gamma'$  précipite. Microstructures obtenues après vieillissement dans les mêmes conditions pendant 24 et 48 h pour les échantillons ultérieurs traités avec la solution à 1220 °C / 1,5 h sont présentés sur la (figure 11). En cas de WQ, vieilli les précipités dans la microstructure sont des  $\gamma'$  précipités sphéroïdaux. Les  $\gamma'$  précipités primaires sont grossiers et les secondaires sont très fin et peut à peine être remarqué à un grossissement plus élevé,  $\times 50000$ , comme illustré à la (figure.11(a)).

Les  $\gamma'$  précipités sont de plus grande taille pour l'AAC comparant à WQ après vieillissement en même temps (24 h). La croissance plus élevée de  $\gamma'$  précipite à la fois primaire et secondaire en cas d'AAC que WQ est dû au temps plus long de diffusion des atomes de soluté. Les  $\gamma'$  précipités duplex sont présentés dans les microstructures de WQ et plus remarquable dans le cas de l'AAC, (figure.11 (a) et (b)). Le un  $V_f$  plus élevé des  $\gamma'$  précipités obtenus après AAC indique que l'éjection de soluté de la matrice se poursuit pendant le refroidissement à la poursuite de la croissance. En prolongeant le temps de vieillissement à 48 h pour l'AAC, le  $V_f$  de  $\gamma'$  précipité est plus grand que celui de 24 h. De plus, le secondaire  $\gamma'$  précipite  $V_f$  augmente au détriment du  $\gamma'$  primaire grossier ceux. Pour être résumé, à mesure que le temps de vieillissement augmente les  $\gamma'$  précipités primaires grossiers disparaissent progressivement de la microstructure et les fins  $\gamma'$  précipités secondaires sont les dominantes dans la microstructure. De plus, la morphologie des plus gros précipités se sont transformés en cuboïdes avec un bord cubique d'environ 1–2  $\mu\text{m}$  pendant 48 h au lieu des précipités formés après 24h. La première partie du double ST (soit 1180°C pendant 1,5 h) visait à atteindre un haut niveau d'homogénéisation de tous les alliages éléments en particulier ceux qui contribuent à la formation de  $\gamma'$  précipite comme Ti, Al et Ni car la  $\gamma'$  phase est un composé intermétallique contenant Ni avec Al et / ou Ti. La microstructure contiendrait donc homogène et uniformément  $\gamma'$  particules fines distribuées. La deuxième partie du double On pense que le processus ST (1220 °C pendant 2 h) est responsable de la dissolution de la plupart des  $\gamma'$  précipités primaires grossiers de la microstructure, un processus où la première partie du traitement pourrait également jouer un rôle de soutien. Vieillissement à 845 °C

pendant des temps différents variant de 6 à 48 h après que les conditions ci-dessus de la ST ont été réalisées. Comme montré sur la (figure.12(a)), la microstructure de la solution traitée suit par WQ puis vieilli pendant 6 h contient sphérique grossière uni modale  $\gamma'$  précipite.

Un autre grossissement pour les  $\gamma'$  précipités primaires était remarqué en prolongeant le temps de vieillissement à 48 h, (figure. 12 (b)) De plus, l'agglomération et la coalescence des  $\gamma'$  précipités sont plus évidents pendant 48 h que dans 6 h. De plus, le Vf de  $\gamma'$  précipités pendant 48 h est supérieur à celui correspondant pour les 6 h. Il n'y a aucune preuve de la précipitation de l'amendey' précipite secondaire, selon les capacités du SEM, même à des grossissements plus élevés pendant 6 h et pendant plus longtemps, 48 h, comme indiqué sur la figure 12 (a) et (b). Le résultat Vf et la taille des  $\gamma'$  précipités vieillis changé en utilisant AAC au lieu de WQ après le processus Vf. La microstructure vieillie pendant 24 et 48 h est présentée à la (figure.13 (a) et (B)). Le Vf du  $\gamma'$  précipité primaire grossier est significativement réduit pour AAC par rapport à WQ, (figure.13). Cela signifie que les  $\gamma'$  précipités grossiers augmentent de taille et atteignent leur taille maximale d'équilibre au cours du vieillissement avant dissolution dansy matrice. En augmentant le temps de maintien à 845 °C de 24 à 48 h, la taille atteinte est augmentée tandis que la Vf est diminuée pour les  $\gamma'$  précipités primaires grossiers dans la microstructure, (figure.13 (b)).

Les  $\gamma'$  précipités secondaires produits sont fins, bien répartis dans la microstructure et ont presque la même taille. La taille de ces précipités est plus grande pour le cas de 48 h que pour 24h un et la Vf est plus élevée pendant 48 h par rapport à 24 h, (figure.13 (b)).

On en conclut qu'après vieillissement à 845 °C, le composé ST de 1180 °C / 1,5 suivi de 1220 °C / 2 h donne la meilleure distribution, taille et morphologie ainsi que les plus Vf pour  $\gamma'$  parmi les autres conditions du processus de solution.

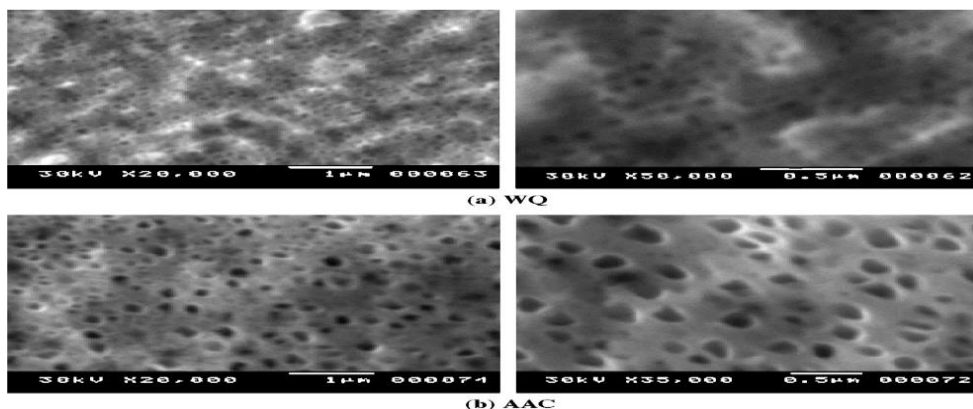
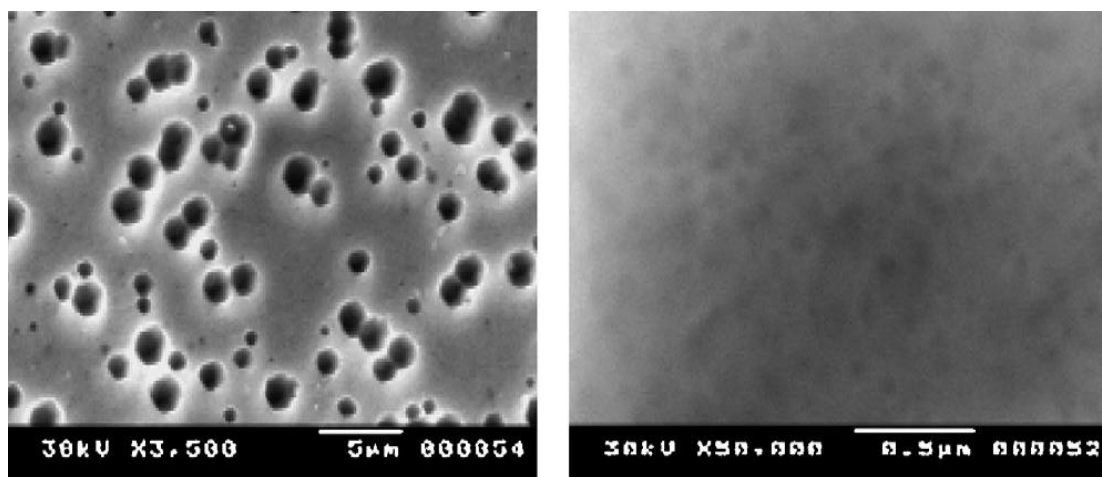
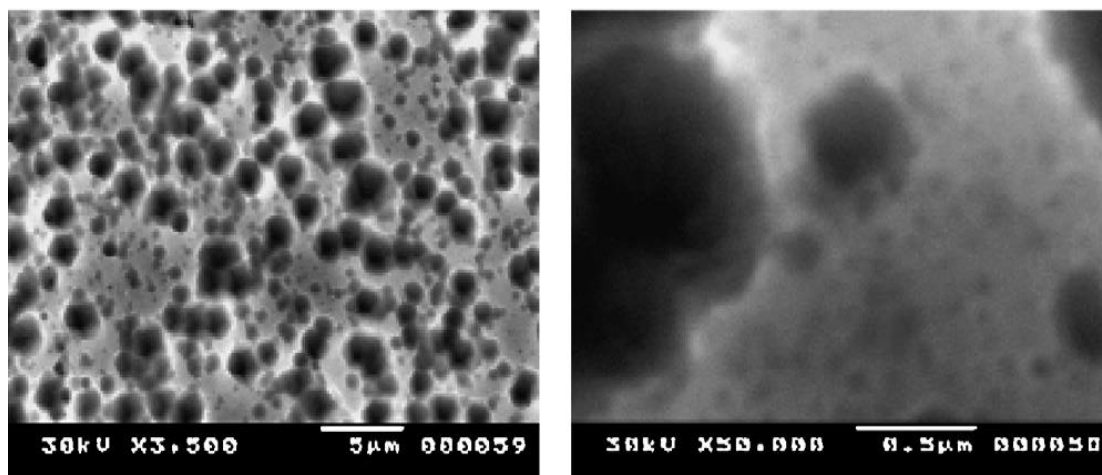


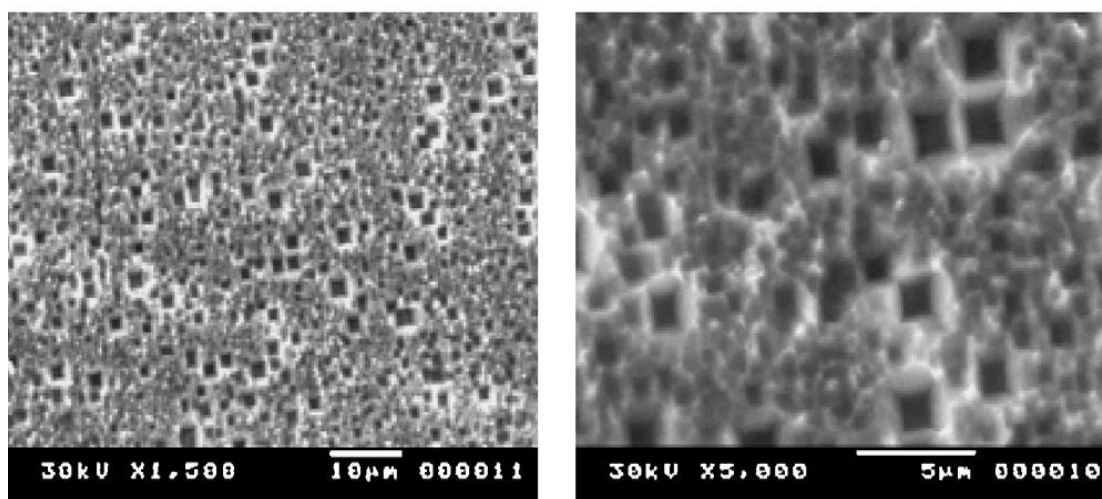
Figure III.10. Effet du vieillissement à 845 °C pendant 48 h après solution à 1180 °C / 1,5 h : (a) WQ et (b) AAC[6].



(a) 24h/ WQ

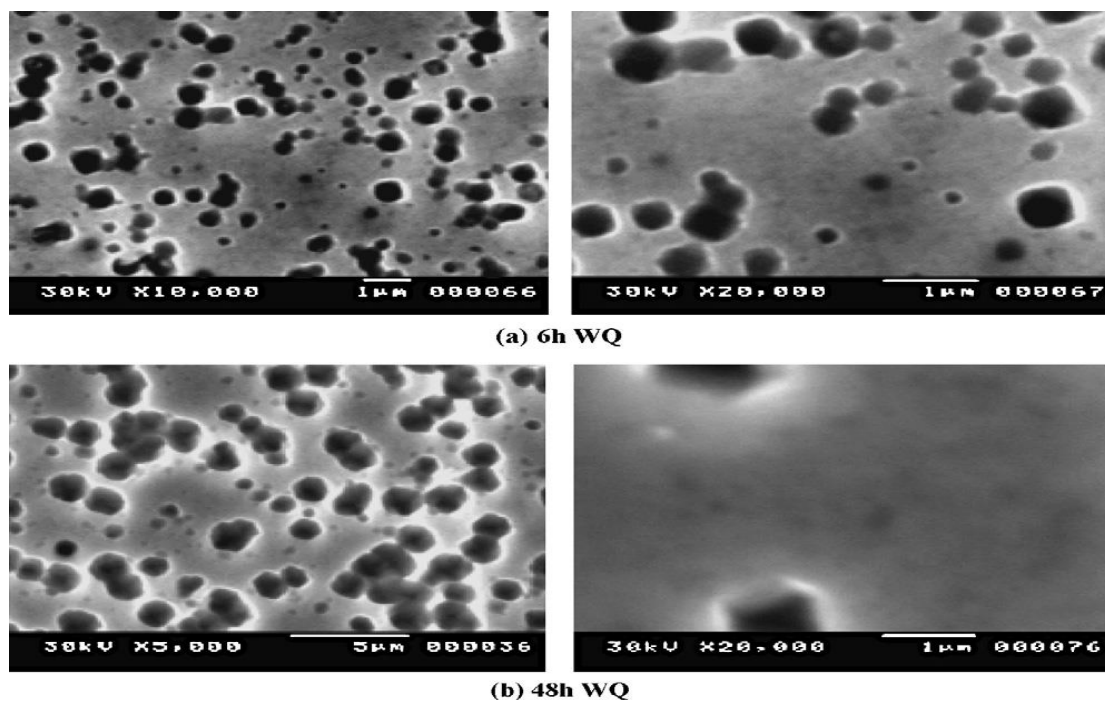


(b) 24h/AAC

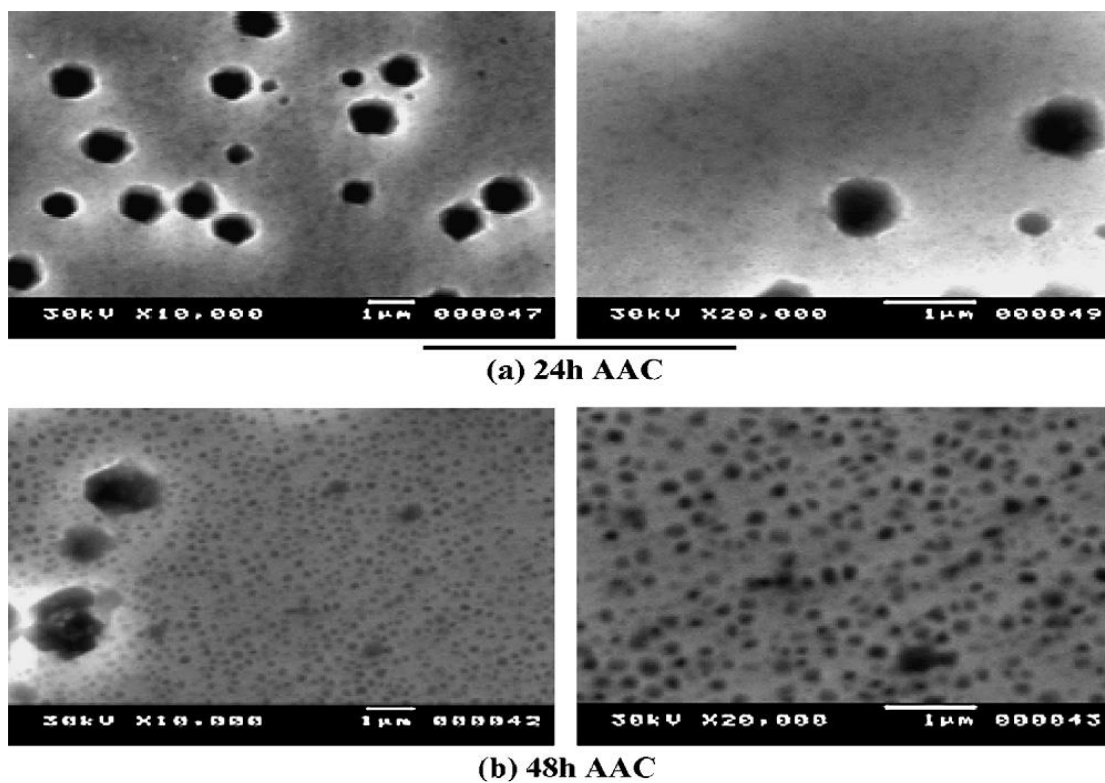


(c) 48h/AAC

**Figure III.11.** Effet du vieillissement à 845 ° C après solution à 1220 ° C / 1,5 h : (a) 24 h WQ, (b) 24 h AAC, (c) 48 h AAC[6].



FigureIII.12. Effet du vieillissement à 845 °C après traitement en solution double à 1180 + 1220 °C pendant 3,5 h avec WQ : (a) 6 h et (b) 48 h[6].



FigureIII.13. Effet du vieillissement à 845 °C après traitement en solution double à 1180 + 1220 °C pendant 3,5 h avec AAC : (a) 24 h et (b) 48 h[6].

### III. 4.Effet de la solution de traitement thermique sur la taille et la distribution du Gamma Prime ( $\gamma'$ ) du superalliage INC 738 :[11]

Cette étude a été réalisée à partir d'échantillons d'aubes de turbine (avec environ 25,000 heures de service) en INC 738. La composition chimique de l'alliage (matériau tel que reçu) était déterminée par un spectromètre à décharge lumineuse (LECO GDS-750 QDP), et est Cr 16,82, Nb 14, Mo 0,28, C 8,53, Co 2,77, W 3,33, Ti 3,51, Al 1,75, Ta 1,75, Ni Bal (% en poids). Une solution standard de chaleur traitement (appelé par la suite SHT) a été appliqué et l'évaluation microstructurale réalisée et comparée pour les trois cas suivants : (A) échantillons surdimensionnés de matériau sans traitement thermique, (B) échantillons traités dans un argon environnement de refroidissement, et (C) échantillons traités dans un refroidissement à l'azote environnement. Le temps et la température de trempage étaient de 2 h à 1120 C, tandis que la vitesse de chauffage était de 16 C / min. Ce traitement thermique était conduit dans un four sous vide (Vacuum Industries), avec une base pression de :

$$2 \times 10^{-3} \text{ Torr} = 2,66644 \times 10^3 \text{ Pa} = 2,63156 \times 10^{-3} \text{ atmosphère.}$$

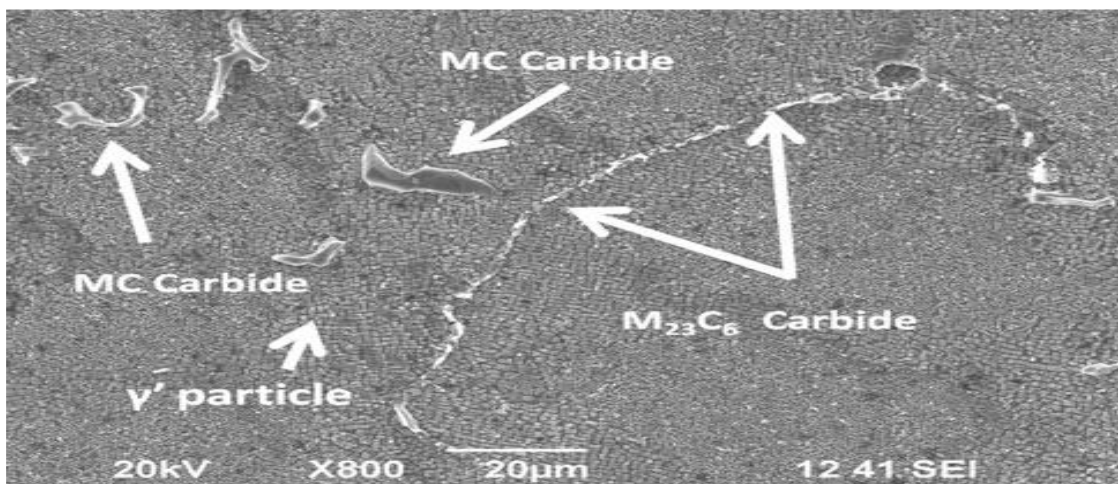
Les échantillons ont été coupés transversalement à travers l'aube de turbine au moyen d'un disque SiC et préparé par métallographie standard techniques d'examen microstructural par microscopie optique (OM) et microscopie électronique à balayage (SEM). Traverser Des coupes des échantillons ont été soumises à une gravure électrolytique avec un H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 50 ml H<sub>2</sub>O et 20 ml de solution HNO<sub>3</sub> application de polarisations 6 V pendant 6 s. Caractérisation microstructurale des échantillons ont été réalisés à l'aide d'un JEOL-6490 SEM équipé de la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie Oxford (EDS-X) et analyse semi-quantitative utilisant un accélérateur tension de 15 kV à une distance de travail de 11 mm. La fraction volumique de  $\gamma'$  a été quantifiée par la phase technique de contraste utilisant un analyseur d'image Olympus PMG-3 et le logiciel fourni, *Materials Pro-Info Analysis*. Un SEM l'image avec un grossissement de 20 000 a été utilisée comme référence champ afin d'obtenir dix mesures le long de chaque précipité pour déterminer la fraction volumique de  $\gamma'$  et la taille du primaire et secondaire  $\gamma'$

#### III. 4.1. Résultats et discussion :

##### III. 4.1.1. Condition A: Alliage tel que reçu sur-vieilli:

L'échantillon de référence de matériau tel que reçu, dans ce cas aube de turbine, fonctionnait depuis près de 25000 h à des températures proches de 850 C dans la partie chaude d'une turbine à gaz. La microstructure de la voilure de l'aube après cette période de

Fonctionnement était constitué de grains dentelés allongés, d'environ 205µm de diamètre, contenus dans une structure dendritique évidée, indiquant que les aubes étaient classiquement moulées. Des précipités de seconde réaction (carbures MC) de carbures primaires étaient également présents, où M représente un ou plusieurs types d'atomes métalliques. Dans de nombreux cas, les carbures existent conjointement. Cependant, ils sont généralement formés par des réactions séquentielles à l'état solide à la suite de la décomposition des carbures MC, qui sont normalement formés à l'état fondu par la réaction des processus de dissolution du carbone lors des morphologies de solidification moulées, de type script et de blocs grossiers et ont été distribués. Principalement dans les régions inter dendritiques. Lors du réchauffage à la température normale pendant un seul âge, les conditions thermodynamiques du carbure. Les précipitations favorisent la formation de nombreux carbures de chrome le long des joints de grains. Certains de ces carbures ont été précédés de petits films continus de carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> qui sont favorisés lorsque les températures d'exposition sont d'environ 790 à 816 C, comme le montre la (figure.14), où des particules sur-vieillies peuvent être observées le long du grain frontières qui indiquent que la réaction suivante a eu lieu :  $MC + \gamma' \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ .

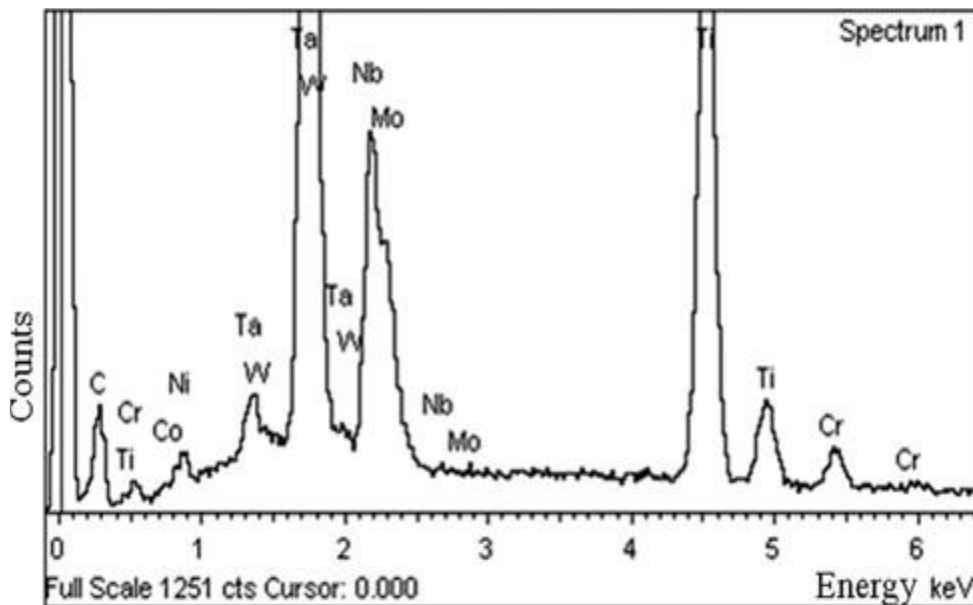


**FigureIII.14.** Image SEM de la microstructure IN738. Carbures le long

Frontière de grain et distribution de carbure de matrice de MC et M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, alliage tel que reçu [11].

Le spectre EDS illustré à la (figure 15) montre la présence de carbures MC (C, Cr, Mo, W, Nb, Ta, Ti et Hf). Les carbures ont tendance à précipiter le long des joints de grains et réduisent ainsi la tendance au glissement des limites de grains. Des éléments tels que

Co, Fe, Cr, Nb, Mo, W, V, Ti et Al sont également des renforçateurs en solution solide, à la fois en  $\gamma$  et en  $\gamma'$ .



FigureIII.15. EDS du carbure de type MC.

Il existe des limites naturelles aux concentrations qui peuvent être ajoutées sans provoquer déprécipitation. Il est particulièrement important d'éviter certaines phases fragilisant es telles que Laves et Sigma). La (figure 16) montre des particules de  $\gamma'$  primaire et  $\gamma'$  secondaire, des particules intermétalliques qui se sont produites dans les régions dendritiques et inter dendritiques avec ce qui est essentiellement la forme de cube en dés «ogdoadiquement» (amas de particules de cubes) .La taille des particules de la zone inter dendritique  $\gamma'$  a été obtenue à partir de dix mesures par champ avec une taille moyenne de 1,48  $\mu\text{m}$  (écart type  $r = 0,14$ ) et une fraction volumique moyenne de  $\gamma'$  78,90 et ( $r = 1,20$ ). La (figure 17), montre le spectre EDS qui correspond au gamma prime  $\gamma'$  primaire du nickel à base de superalliage, qui contient des éléments tels que Co et Cr en plus des éléments Ni qui confèrent à l'alliage une résistance à la corrosion à des températures élevées. Al et Ti sont des éléments qui favorisent le durcissement par précipitation, tandis que Cr et Al sont essentiels pour la résistance à l'oxydation en  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ , Ti). La (figure 18 (a) et (b)) montre la morphologie et la distribution de  $\gamma$ , cette distribution est attribuée à l'alliage sur-vieilli après avoir été en service pendant plus de 25000 h à 850 C. En raison de l'exposition de l'alliage à des températures élevées pendant de longues périodes de temps, le grossissement, la coalescence et l'agglomération du

précipité  $\gamma'$  primaire ont clairement augmenté au détriment des petites particules sphériques connues sous le nom de  $\gamma'$  secondaire (voir figure.18a ). La nette disparité de la taille des particules entre les régions dendritiques et inter dendritiques et la présence de plusieurs  $\gamma'$  hors équilibre (voir figure.18b) ont été attribuées à la diffusion d'Al et Ti ( $\gamma'$  former) vers lenoyau dendritique. (La figure 18(b)) montre la taille et la morphologie du  $\gamma'$  secondaire dans des conditions de service et représente une mesure de 0,37  $\mu\text{m}$  dans la région noyau-dendritique. La (figure 18 (b)) montre une taille  $\gamma'$  primaire de 1,5  $\mu\text{m}$  dans la région dendritique. Les résultats montrent une fraction volumique  $\gamma'$  de 78%.

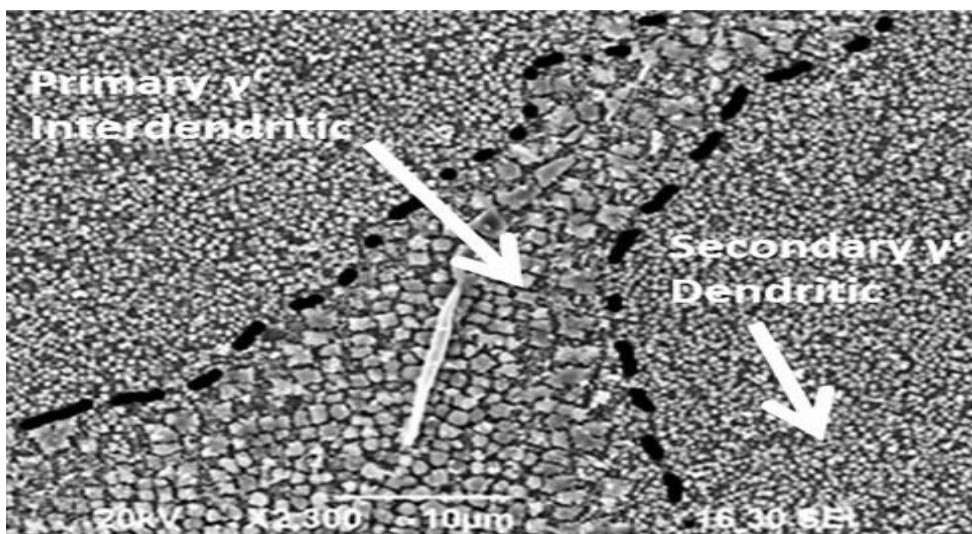


Figure III.16. Distribution des  $\gamma'$  primaire et secondaires dans la matrice [11].

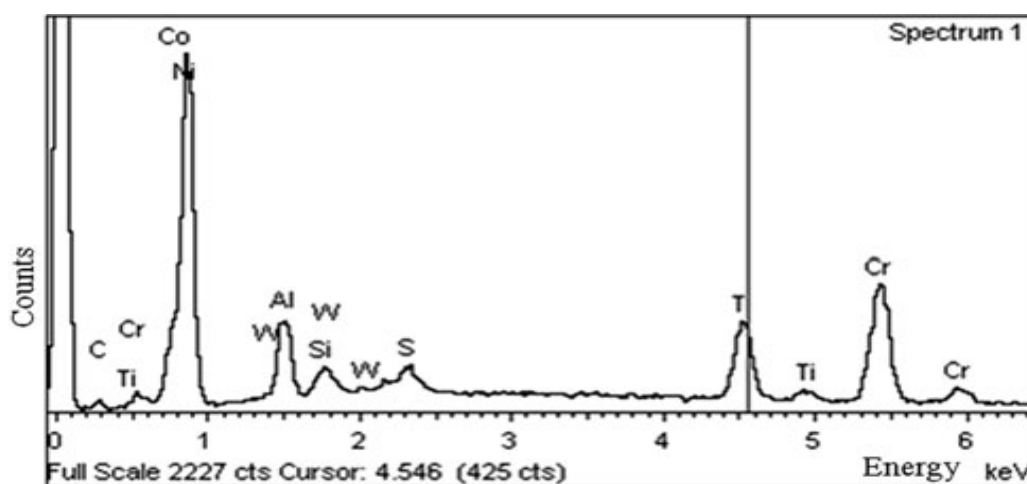


Figure III.17. Spectres EDS des caractéristiques de la microstructure, indiquer  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ , Ti) [11].

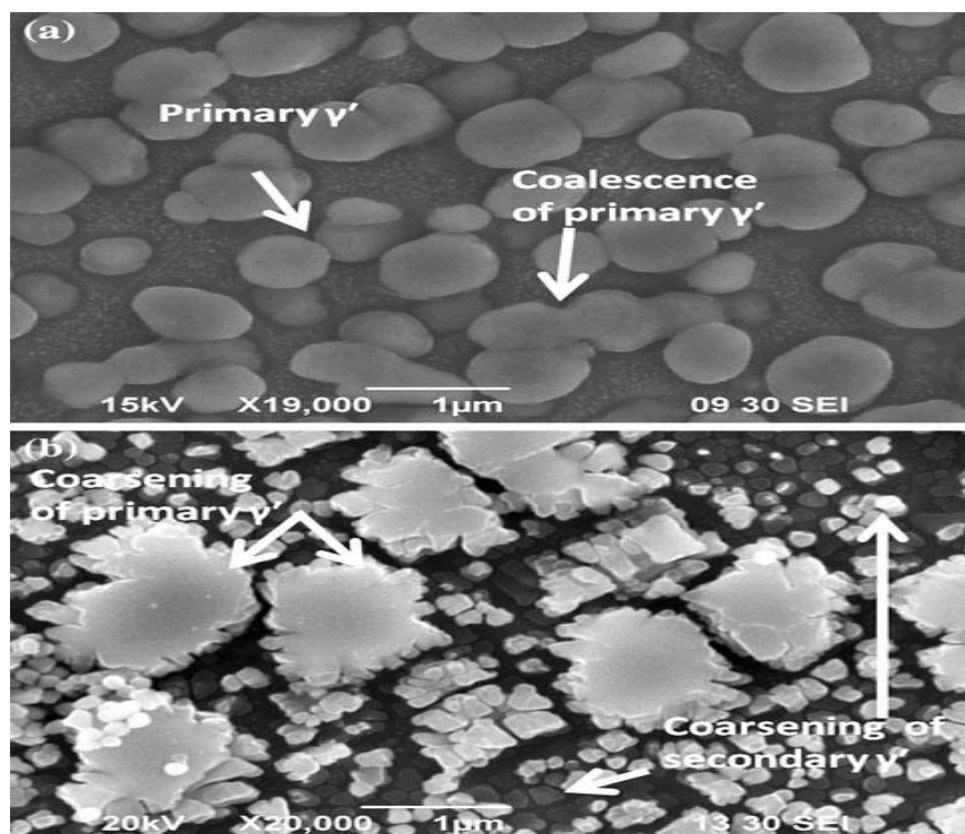


Figure III.18. Morphologie de  $\gamma'$  (a) tel que reçu et (b) secondaire et Primaire  $\gamma'$ [11].

### III. 4.1.2. Condition B: Traitement thermique en solution à 1120 C et 2 h en utilisant de l'argon comme milieu de trempé:

Lorsqu'un superalliage est refroidi après traitement en solution, une grande variété de morphologies de précipité peut être observée. Pendant trempé. Cela peut s'expliquer par la croissance préférentielle des coins du cube, qui est associée à une contrainte locale plus élevée et peut atteindre des niveaux de sursaturation plus élevés. Shidu et ses collègues (dans leurs recherches sur la distribution de  $\gamma'$  après traitement thermique de solution standard, ont trouvé que le traitement thermique de solution standard à 1120 C pendant 2 h entraînait une dissolution impartiale des précipités de  $\gamma'$  dans les régions inter dendritiques, en revanche avec une dissolution presque complète des particules primaires de  $\gamma'$  dans les régions centrales. Cela a provoqué la précipitation de fines particules de  $\gamma'$  secondaires à se produire principalement dans les noyaux de dendrite et dans une moindre mesure dans les régions inter dendritiques pendant le refroidissement à partir de la température de traitement de la solution,

comme le montre la micrographie SEM de la (figure 19). La taille des particules  $\gamma'$  dans les noyaux dendritiques et les régions inter dendritiques a été attribuée à la partition des atomes de soluté pendant la solidification, ce qui entraîne un noyau de dendrite  $\gamma'$  étant enrichi en atomes d'Al en ségrégation.

Les particules de la région inter dendritique  $\gamma'$  diminuent pendant le refroidissement après le traitement thermique de la solution, comme le montre la (figure 19). Ces régions inter dendritiques consistent en une distribution bimodale de plus grands précipités cuboïdes primaires  $\gamma'$  avec des tailles allant de 0,7 à 0,61  $\mu\text{m}$  et des sphéroïdes secondaires plus petits  $\gamma'$  précipite d'une taille d'environ 0,25  $\mu\text{m}$ . Les particules  $\gamma'$  formées dans les noyaux de dendrite ont été remplacées par de petites particules  $\gamma'$  sphéroïdales de taille moyenne de 0,25  $\mu\text{m}$ . En plus de ces deux types de précipités  $\gamma'$ , des  $\gamma'$  assez importants des particules d'une taille de 1 à 1,5  $\mu\text{m}$  ont également été observées le long des joints de grains. La taille moyenne du précipité a été mesurée à 0,59  $\mu\text{m}$  ( $r = 0,09$ ) et la fraction volumique moyenne était de 54,86% ( $r = 0,88$ ).

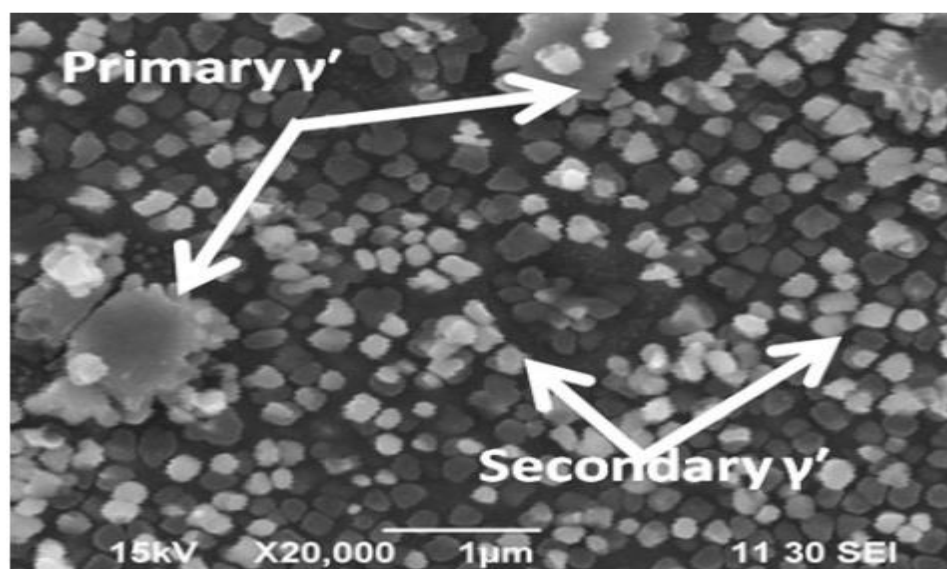


Figure III.19. Microstructure de l'échantillon refroidi dans un environnement argon [11].

**III. 4.1.3. Condition C : Traitement thermique en solution à 1120 C et 2 h avec de l'azote comme agent de trempe :**

Dans un superalliage monocristallin, la taille du précipité obtenue après refroidissement à partir du traitement en solution reste dans la plage de 0,2 à 0,5 $\mu$ m, quelle que soit la vitesse de refroidissement, qu'il s'agisse d'une trempe rapide (100 C / s) ou d'un Refroidissement très lent (0,02 C / s) (Réf 23). Une taille moyenne des précipités de 0,50  $\mu$ m ( $r = 0,09$ ) avec une fraction volumique moyenne de 40,37 (0,75) a été mesurée à partir de dix observations. La (figure 20) montre la zone dendritique où la taille de  $\gamma'$  est de 0,11, tandis que dans la région inter dendritique la taille de  $\gamma'$  est de 0,70  $\mu$ m. SHT a entraîné une dissolution partielle du  $\gamma'$  primaire précipité. Par conséquent, la microstructure est constituée d'une structure cubique de  $\gamma'$  d'une taille moyenne d'environ 0,11  $\mu$ m et reprécipitées sous forme de fines particules secondaires de  $\gamma'$ . La fraction volumique de  $\gamma'$  a été déterminée comme étant de 40%, 28% de moins que le Vf d'une solution de traitement thermique conduite à 1120 C pendant 2 h avec trempe à l'argon. Comme le montre la micrographie SEM de la (figure.20), l'espacement entre la phase  $\gamma'$  est plus large que dans les échantillons sans traitement thermique en solution. L'espacement entre les plages était plus faible plus de 1  $\mu$ m. L'augmentation du temps de traitement thermique de la solution favorise la dissolution de  $\gamma'$  au sein de la redistribution matricielle  $\gamma'$ . SHT à 1120 C pendant 2 h dans un environnement de refroidissement à l'azote favorise qu'une dissolution partielle des précipités  $\gamma'$  dans les régions inter dendritiques avec des particules  $\gamma'$  de taille moyenne allant de 0,70 à 0,57  $\mu$ m. Le traitement thermique de la solution conduit à une dissolution complète des particules de la phase  $\gamma'$  primaire et a causé de très fines particules  $\gamma'$  secondaires sphériques unimodales avec des diamètres d'environ 0,11  $\mu$ m à ré-précipiter pendant refroidissement. Le (tableau 3) montre la quantité de Vf de  $\gamma'$  obtenue après traitement thermique de la solution et dans différents environnements de refroidissement. Différents environnements de refroidissement et température SHT de 1120C provoquent une diminution de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$ . Des éléments tels que Al, Ti diffusent dans la matrice de  $\gamma/\gamma'$  c'est car le Co à haute température favorise la diffusion de ces éléments et la solubilité de  $\gamma'$ . Bettridge a déterminé, grâce à un diagramme, la solubilité ternaire d'Al et Ti à des températures élevées, démontrant l'arrangement de Co dans la matrice  $\gamma$ . Grosdidier, qui a d'abord présenté la méthode originale d'évaluation des effets de taille et de forme du gamma prime dans les superalliages, a proposé dans ses recherches qu'une fraction volumique de 30% de gamma donne les meilleures propriétés de résistance au fluage dans les superalliages à base de nickel. Cependant, la vitesse de refroidissement était de 780 C / min, 4 fois plus rapide que celle obtenue dans cette recherche. En effet, dans la recherche de Grandidier, le traitement thermique de vieillissement

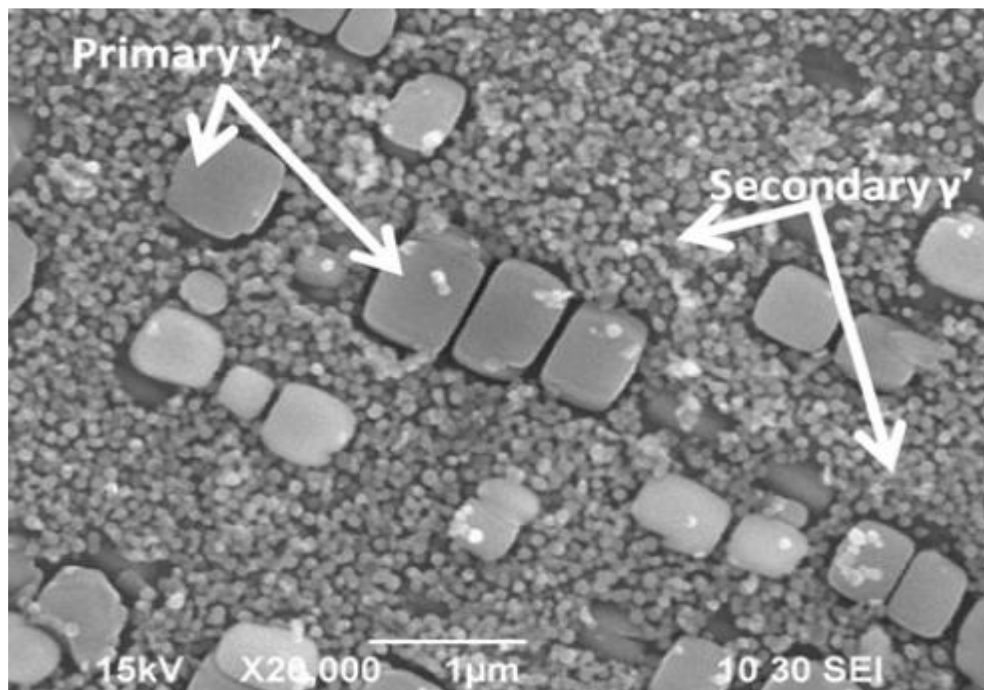
suit le traitement en solution, ce qui précipite la croissance gamma et confère une plus grande résistance et résistance aux alliages à base de nickel à haute température. Dans ce travail, un traitement en solution standard et le refroidissement

Sous atmosphère d'azotefournir les conditions adéquates pour obtenir 40% de la fraction volumique à des vitesses de refroidissement relativement faibles. Le traitement en solution développé pour le superalliage INC 738.

Condition	Average size $\gamma'$ (10)	% $V_f \gamma'$	Cooling rate
Over-aged (+25,000 h)	Dendritic = 0.37 $\mu\text{m}$ Interdendritic = 1 $\mu\text{m}$	Mean = 78 $\sigma = 1.20$	
HTS (argon)	Dendritic = 0.25 $\mu\text{m}$ Interdendritic = 0.61 $\mu\text{m}$	Mean = 54.86 $\sigma = 0.88$	87 °C/min
HTS (nitrogen)	Dendritic = 0.11 $\mu\text{m}$ Interdendritic = 0.57 $\mu\text{m}$	Mean = 40.37 $\sigma = 0.75$	287 °C/min

$\sigma$  = Standard deviation

**Tableau III.3.**Fraction volumique de  $\gamma'$  obtenue après traitement thermique en solution avec différents milieux de trempé[11].



**Figure III.20.**Microstructure de l'échantillon refroidi à l'azote Environnement [11].

produit une distribution bimodale des précipités gamma prime (cuboïdes et sphéroïdes) dont il a été démontré empiriquement qu'ils donnent une meilleure résistance au fluage qu'une variété D'autres distributions. Stevens et Flewitt ont démontré qu'un tel traitement thermique produit une fraction pondérale gamma  $\gamma'$  totale (qui est approximativement équivalente à la fraction volumique d'environ 45% qui est divisée en proportions à peu près égales de  $\gamma'$  cuboïdes (0,5-1  $\mu\text{m}$  de diamètre) et  $\gamma'$  sphéroïdes (0,05-0,1  $\mu\text{m}$  de diamètre). Nos expériences concordent avec ces résultats, principalement dans le cas d'un refroidissement à l'azoteatmosphère, où le traitement thermique en solution a abouti à une dissolution complète des particules de phase  $\gamma'$  primaire et des particules  $\gamma'$  secondaires sphériques uni modales très fines qui ont ré-précipité pendant le refroidissement, produisant ainsi la distribution bimodale souhaitée. Stevens et Flewitt ont également étudié l'effet de la fraction volumique sur la résistance au fluage dans un superalliage à base de nickel en appliquant un traitement thermique et un vieillissement en solution. La fraction volumique de 45% gamma et la redistribution binomiale des précipités gamma ont obtenu les meilleures performances aux tests de fluage. Par conséquent, l'optimisation de la fraction volumique est un facteur indirect de la performance mécanique de l'alliage: les aubes qui ont été refroidies dans une atmosphère d'azote dans les conditions données devraient avoir de meilleures propriétés mécaniques que l'alliage tel que reçu et les aubes qui ont été refroidis avec de l'argon. Après traitement en solution, ces superalliages à base de nickel sont généralement soumis à un traitement thermique de vieillissement (durcissement par précipitation) pour donner une plus grande résistance à l'alliage avec un fonctionnement prolongé et des températures de fonctionnement jusqu'à 850 C. Ce processus augmente la quantité de fraction volumique de gamma et la taille des précipités; les précipités croissent et fusionnent, entraînant la diminution des propriétés mécaniques de l'alliage ainsi que la durée de vie en termes de résistance au fluage. Dans le but de permettre la croissance des précipités qui se produit après le traitement de vieillissement, il est important de maintenir les deux; la plus grande quantité de précipités en solution et la fraction volumique la plus faible, après traitement thermique en solution.

### **III. 5. Partiel :**

La microstructure de l'Inconel 738LC poly cristallin coulé (IN738LC) dans différentes conditions de traitement thermique a été étudiée. Le casting la microstructure de cet alliage est constituée d'une matrice austénitique, précipités, carbure MC et  $\gamma'/\gamma$  eutectique. La microstructure du traitement conventionnel en solution, 1120 ° C / 2 h / refroidissement à air

accéléré (AAC), contient un précipité bimodal. Un traitement en solution à plusieurs températures de 1120, 1180 et 1220 ° C pendant 1,5 h ainsi que 1180 ° C / 1,5 h + 1220 ° C / 2 h a été réalisé sous atmosphère d'argon. Un refroidissement par air accéléré (AAC) et une trempe à l'eau (WQ) ont été appliqués après le traitement en solution. De plus, un traitement de vieillissement à 845 ° C a été effectué pour toutes les conditions de mise en solution suivi de WQ. Le traitement en solution à 1180 ° C / 1,5 h + 1220 ° C / 2 h donne la meilleure homogénéité pour différents éléments d'alliage et une taille uniforme pour les précipités fins. L'AAC augmente la fraction volumique et a tendance à agglomérer les précipités par rapport à WQ.

### **III.6.Partie II :**

Dans cet article, l'influence de la vitesse de refroidissement et des milieux de refroidissement après un traitement thermique en solution standard sur la taille et la distribution de la phase gamma prime ( $\gamma'$ ) dans le superalliage à base de nickel INCONEL 738 dans des conditions de sur-vieillessement est décrite. La fraction volumique du gamma prime dépend de la composition chimique de l'alliage, de la température de traitement en solution et de la vitesse de refroidissement ; dans les alliages vieillis (c'est-à-dire avec plus de 25 000 h de service), la fraction volumique de  $\gamma'$  est d'environ 78,8%. Cependant, il a été démontré que pour maintenir une excellente résistance au fluage, une fraction volumique d'au moins 60% ou moins est nécessaire. Dans ce travail, la fraction volumique a été optimisée entre 40 et 55% au moyen d'un traitement thermique en solution standard à 1120 ° C en utilisant différents gaz de refroidissement. Une fraction volumique de  $\gamma'$  de 54,8% a été obtenue en utilisant de l'argon comme milieu de refroidissement à une vitesse de refroidissement de 87 ° C / min, produisant un précipité de distribution partielle de  $\gamma'$  primaire et secondaire. De meilleurs résultats ont été obtenus sous atmosphère d'azote à une vitesse de refroidissement de 287 ° C / min, conduisant à une fraction volumique de 40% et obtenant une précipitation totale du  $\gamma'$  primaire et secondaire.

### **III.7.Conclusions :**

Des deux articles sur les travaux dans le domaine terrestre on peut conclure les points suivants :

1. La fraction volumique (fV) de  $\gamma'/\gamma$  eutectique dans la microstructure du moulage IN738LC diminue à mesure que la température du processus ST augmente et le

eutectique  $\gamma'/\gamma$  disparaît entièrement de la microstructure avec les conditions double ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h.

2. ST élimine la ségrégation et améliore la distribution et l'homogénéité des différents éléments d'alliage dans la microstructure de l'alliage IN738LC. La meilleure Distribution et l'homogénéité des éléments d'alliage s'accompagne de 1180°C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h de traitement.
3. Un traitement conventionnel en solution, 1120 °C / 1,5 h, donne  $\gamma'$  précipité bimodal tandis que d'autres conditions de ST fournissent des particules unimodales.
4. La vitesse de refroidissement avec AAC donne plus de temps pour la diffusion de soluté résultant en une précipitation de  $\gamma'$  particules secondaires. De plus, le  $V_f$  des  $\gamma'$  précipités est plus élevé en cas d'AAC en comparaison avec WQ.
5. Parmi les conditions ST, ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h fournit la taille sphéroïdale fine optimale des  $\gamma'$  précipités par rapport à un ST conventionnel.

Des deux articles sur les travaux dans le domaine aéronautique on peut conclure les résultats suivants :

1. Le traitement thermique en solution a conduit à une ré-précipitation des particules de  $\gamma'$  primaires et secondaires et au rajeunissement du superalliage, réduisant  $V_f$  de 78,8 à 40% par un changement du milieu gazeux de l'environnement de refroidissement.
2. Un environnement de refroidissement à l'argon a entraîné une précipitation incomplète du  $\gamma'$  primaire et secondaire. Malgré une vitesse de refroidissement plus lente de 87 C / min, un espacement entre les particules  $\gamma'$  était toujours obtenu.
3. La taille des particules de  $\gamma'$  primaire a diminué de 1,5 à 0,57  $\mu\text{m}$  et la taille des particules de  $\gamma'$  secondaire de 0,37 à 0,11  $\mu\text{m}$  lorsqu'un environnement de refroidissement à l'argon a été utilisé et que la vitesse de refroidissement a augmenté à 287 C / min. Avec cette configuration de refroidissement particulière, la plus grande qualité de  $\gamma'$  en solution a été obtenue.
4. La fraction volumique est un indicateur indirect des propriétés mécaniques des superalliages ; par la suite, l'optimisation de la fraction volumique de l'ordre de 40 à 55% conduit à de meilleures propriétés mécaniques de l'alliage, ceci conformément à la littérature récente.

1. La fraction volumique de  $\gamma'/\gamma$  eutectique dans la microstructure du moulage IN738LC diminue à mesure que la température du processus ST augmente et le eutectique  $\gamma'/\gamma$  disparaît entièrement de la microstructure avec les conditions double ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h.
2. ST élimine la ségrégation et améliore la distribution et l'homogénéité des différents éléments d'alliage dans la microstructure de l'alliage IN738LC. La meilleure distribution et l'homogénéité des éléments d'alliage s'accompagne de 1180°C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h de traitement.
3. Un traitement conventionnel en solution, 1120 °C / 1,5 h, donne  $\gamma'$  précipité bimodal tandis que d'autres conditions de ST fournissent à particules uni modales.
4. La vitesse de refroidissement avec AAC donne plus de temps pour la diffusion de soluté résultant en une précipitation de  $\gamma'$  particules secondaires. De plus, le  $V_f$  des  $\gamma'$  précipités est plus élevé en cas d'AAC en comparaison avec WQ.
5. Parmi les conditions ST, ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h fournit la taille sphéroïdale fine optimale des  $\gamma'$  précipités par rapport à un ST conventionnel.

# Références

- [1] G.C. Bieber, R.J. Mihalisi, Second International Conference on the Strength of Metals and Alloys, vol. IV: Asilomer, ASM, 1970, p 1031.
- [2] E. Balikci, A. Raman, R.A. Mirshams, Metall. Mater. Trans. A 28A (1997) 1993.
- [3] L.Z. He, Q. Zheng, X.F. Sun, H.R. Cuan, Z.Q. Hu, A.K. Tieu, C. Lu, H.T. Zhu, Mater. Sci. Eng. A 398 (2005) 128.
- [4] Article in Materials Science and Engineering A · July 2008 487 p 152–161.
- [5] Journal of materials science 39(2004) p 7401 – 7404.
- [6] N. El-Bagoury et al. / Materials Science and Engineering A 487 (2008) p 152–161.
- [7] B. C.G. and J. Galka, "Cast Nickel-Base Alloy". United States Patent 3.459.545, 5 August 1969.
- [8] P. Schilke, "Advanced Gas Turbine Materials and Coatings," General Electric Company, New York, 2004.
- [9] A. Thakur, "Micro structural Responses of a Nickel Base Cast IN- 738 Super alloy to a Variety of Pre-weld Heat-treatments (Master's Thesis)," *University of Manitoba*, pp. 4,13-14, 1198.
- [10] Alloy IN 738 Technical Data Sheet· The International Nickel Company, pp. 1-11.
- [11] Journal of Materials Engineering and Performance ISSN 1059- 9495 J. of Materi Eng and Perform ,DOI 10.1007/s11665-012- 0385-y September 4, 2012.

**CONCLUSIONS  
GENERALES**

## Conclusions générales :

L'étude sur les superalliages à base de nickel INC 738 LC nous a permis de connaître l'effet des cycles thermiques sur la microstructure de poly cristallin IN738LC.

- L'INC 738 LC est un superalliage à base de nickel renforcé à la fois par une solution solide et durcissement par précipitation.
- INC 738 LC se compose d'un cfc (face centrée cubique)matrice de solution solide austénitique, généralement appelée phase gamma, avec des précipités intermétalliques qui constituent la phase appelée gamma prime et par précipitation des carbures et borures.
- Cette étude nous a permis de connaître les valeurs de la résistance mécanique max et min du superalliage INC 738 LC, pour des traitements thermiques

La composition chimique et les propriétés du matériau à haute température (1150°C) vont également jouer un rôle par l'intermédiaire de la dissolution et de la précipitation de la phase  $\gamma'$ , ainsi que de la mise en radeaux de la microstructure.

Les traitements thermiques nous ont permis d'améliorer les performances caractéristiques mécaniques du superalliage pour résister à des températures élevées.

Les travaux dans le domaine terrestre on peut conclure les points suivants :

- La fraction volumique (fV) de  $\gamma'/\gamma$  eutectique dans la microstructure du moulage IN738LC diminue à mesure que la température du processus ST augmente et le eutectique  $\gamma'/\gamma$  disparaît entièrement de la microstructure avec les conditions double ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h.
- ST élimine la ségrégation et améliore la distribution et l'homogénéité des différents éléments d'alliage dans la microstructure de l'alliage IN738LC. La meilleure distribution et l'homogénéité des éléments d'alliage s'accompagne de 1180°C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h de traitement.
- La vitesse de refroidissement avec AAC donne plus de temps pour la diffusion de soluté résultant en une précipitation de  $\gamma'$  particules secondaires. De plus, le Vf des  $\gamma'$  précipités est plus élevé en cas d'AAC en comparaison avec WQ.
- Après le traitement en solution, plusieurs changements microstructuraux ont été observés. Les carbures MC primaires se dissolvent dans le carbure M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et  $\gamma'$  un grand

Nombre de particules ré-précipitées pendant le processus de refroidissement ultérieur  
Avec l'augmentation de la température ST.

- La concentration la plus élevée pour Ti et la plus faible pour Cr étaient trouvés aux joints de grains, cependant, le plus bas et le plus élevé les concentrations de Ti et Cr ont été trouvées au centre de la dendrite, respectivement. Après ST à 1180 °C pendant 1,5 h suivi d'AAC.
- Lorsque la température ST augmente à 1180 et 1220 °C, les  $\gamma'$  précipités duplex sont apparus. Le primaire  $\gamma'$  grossit en taille et change sa morphologie des  $\gamma'$  particules cuboïdes à ovales ou sphéroïdales.
- Il existe des limites naturelles aux concentrations qui peuvent être ajoutées sans provoquer de précipitation. Il est particulièrement important d'éviter certaines phases fragilisantes telles que Laves et Sigma).

Les travaux dans le domaine aéronautique on peut conclure les points suivants :

- Le traitement thermique en solution a conduit à une ré-précipitation des particules de  $\gamma'$  primaires et secondaires et au rajeunissement du superalliage, réduisant  $V_f$  de 78,8 à 40% par un changement du milieu gazeux de l'environnement de refroidissement.
- La taille des particules de  $\gamma'$  primaire a diminué de 1,5 à 0,57  $\mu\text{m}$  et la taille des particules de  $\gamma'$  secondaire de 0,37 à 0,11  $\mu\text{m}$  lorsqu'un environnement de refroidissement à l'argon a été utilisé et que la vitesse de refroidissement a augmenté à 287 C / min. Avec cette configuration de refroidissement particulière, la plus grande qualité de  $\gamma'$  en solution a été obtenue.
- La fraction volumique de  $\gamma'/\gamma$  eutectique dans la microstructure du moulage IN738LC diminue à mesure que la température du processus ST augmente et le eutectique  $\gamma'/\gamma$  disparaît entièrement de la microstructure avec les conditions double ST de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h.
- La taille des particules de  $\gamma'$  primaire a diminué de 1,5 à 0,57  $\mu\text{m}$  et la taille des particules de  $\gamma'$  secondaire de 0,37 à 0,11  $\mu\text{m}$  lorsqu'un environnement de refroidissement à l'argon a été utilisé et que la vitesse de refroidissement a augmenté à 287 C / min. Avec cette configuration de refroidissement particulière, la plus grande qualité de  $\gamma'$  en solution a été obtenue.
- La concentration la plus élevée pour Ti et la plus faible pour Cr étaient trouvés aux

Jointes de grains, cependant, le plus bas et le plus élevé les concentrations de Ti et Cr ont été trouvées au centre de  $\gamma'$  dendrite, respectivement. Après ST à 1180 °C pendant 1,5 h suivi d'AAC.

- L'augmentation du temps de traitement thermique de la solution favorise la dissolution de  $\gamma'$  au sein de la redistribution matricielle  $\gamma'$ .
- Le traitement thermique de la solution conduit à une dissolution complète des particules de la phase  $\gamma'$  primaire et a causé de très fines particules  $\gamma'$  secondaires sphériques uni modales avec des diamètres d'environ 0,11  $\mu\text{m}$  à ré-précipiter pendant refroidissement.

# Résumé

**Résumé :**

L'Inc 738 Lc est un superalliage à base de Nickel durci par précipitation, a été utilisé avec succès pour la fabrication des aubes 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, des cycles thermiques bien définis sur des échantillons en INC 738 LC, pour améliorer la résistance mécanique.

Nous avons étudié les travaux des chercheurs sur l'effet des traitements thermiques sur Inc 738 lc poly cristallin.

Notre étude de l'effet des traitements thermiques sur les superalliages à base nickel nous a permis de connaître le comportement et les propriétés des éléments alliés retrouvés dans les superalliages Inc 738 lc après chaque cycles thermiques.

Où nous avons conclu ce qui suit :

Après les traitements thermiques, la structure fine du superalliage à base de nickel change au fur et à mesure que les différents éléments d'alliage se répartissent et deviennent homogènes.

- ST élimine la ségrégation et améliore la distribution et l'homogénéité des différents éléments d'alliage dans la microstructure de l'alliage IN738LC.

- La meilleure distribution et l'homogénéité des éléments d'alliage s'accompagne de 1180 °C / 1,5 h + 1220 °C / 2 h de traitement.

**Mots clés :** Superalliage à Base Nickel, INC 738, Traitements Thermiques.

**ملخص:**

إنكونال 738، هو خليط سببكية ممتاز بأساس النيكل، اكتسب صلابته بالترسب، وقد استعمل في صناعة مراوح التوربينات لعدة سنوات، فهو مقاوم للزحفان و متزن في الدرجات الحرارية العالية.

وقد أجريت

العديد من الأعمال العلمية لفهم وإقامة علاقات الارتباط بين المقاومة الميكانيكية مع التغيرات الهيكلية المجهرية لمرحلات ارتفاعات مختلفة.

في هذا العمل، قمنا بدراسة حرارية محددة جيداً لعينات INC 738، لتحسين المقاومة الميكانيكية.

قمنا بإجراء دراسة عن أعمال الباحثين حول تأثير المعالجات الحرارية على Inc 738 lc poly cristalline.

سمحت لنا دراستنا حول

تأثير المعالجات الحرارية على السبائك الفائقة القائمة على النيكل لمعرفة سلوكها وخصائص عناصر السبائك الموجودة في السبائك الفائقة Inc 738 lc بعد كل دورة حرارية.

حيث توصلنا إلى الماييلي:

بعد المعالجات الحرارية، يتغير الهيكل الدقيق للسبائك الفائقة القائمة على النيكل حيث يتم توزيع عناصر السبائك المختلفة وتصبح متجانسة.  
 - يقضي ST على الفصل ويحسن التوزيع والتجانس لعناصر السبائك المختلفة في البنية المجهرية لسبائك IN738LC.  
 - أفضل توزيع وتجانس لعناصر صناعة السبائك مصحوب بمعالجة 1180 درجة مئوية / 1.5 ساعة + 1220 درجة مئوية / 2 ساعة.  
 الكلمات الرئيسية: سبائك فائقة قائمة على نيكيل، انكونال 738، معالجات حرارية.

### Abstract:

INC 738 LC is a precipitation hardened nickel base super alloy that has been used successfully in gas turbine blades for years. It has good creep resistance and high temperature stability.

Several scientific works have been carried out to understand and make correlation relations between mechanical resistance with micro structural changes of the different interacting phases.

In this work, well-defined thermal cycles on samples in INC 738 LC, to improve mechanical resistance.

We studied the work of researchers on the effect of heat treatments on Inc 738 lc poly crystalline.

Our study of the effect of heat treatments on nickel-based super alloys allowed us to know the behavior and properties of the alloying elements found in INC 738 LC super alloys after each thermal cycle.

Where we concluded the following:

After the heat treatments, the fine structure of the nickel-based super alloy changes as the different alloying elements are distributed and become homogeneous.

- ST eliminates segregation and improves the distribution and homogeneity of the different alloying elements in the microstructure of the IN738LC alloy.

- The best distribution and homogeneity of the alloying elements is accompanied by 1180 °C / 1.5 h + 1220 °C / 2 h of treatment.

**Keywords:** Nickel Base Super alloy, INC 738, Heat Treatments.