



Ecole Nationale Polytechnique
Département de Métallurgie
Laboratoire de Science et Génie des Matériaux

Mémoire de Magister en Matériaux et Mécanique Productive

Option : Sciences des Matériaux

Présenté par :

SIFI Ouahid

Ingénieur d'état en Sciences des Matériaux de l'USDB

Intitulé

Influence de la microstructure sur la tenue mécanique des superalliages à base de nickel utilisés pour des applications à hautes températures dans les turbines à gaz

Directeur de mémoire (Thèse) :

DJEGHLAL Mohamed Elamine

Professeur

ENP

ENP 2012

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de laboratoire science et génie des matériaux (ENP), sous la direction de monsieur DJAGHLAL Mohamed Elamine (directeur de thèse), Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance pour m'avoir tellement apporté des valeurs scientifiques et humaines.

Je tiens à remercier monsieur SALHI Essaid, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, pour avoir accepté de présider le jury, malgré ses nombreuses obligations.

Je remercie également les professeurs MESRATI Nadir, BOUABDELLAH Mabrouk, LARIBI Merzak, tous Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, d'avoir accepté d'être les examinateurs de mon mémoire de magister.

Je remercie également monsieur BADJI Riadh, Maitre de recherche (CSC cheraga), pour leur aide et leur soutien au cours de ce travail.

Je tiens également à remercier très vivement monsieur BRITAH Abdelmalek et monsieur BOUDIAF Achraf pour leurs aides en matière de microscopie électronique à balayage au sein de l'EMP d'Alger.

Je tiens aussi à remercier toute ma famille pour son soutien. et je pense très fort à celle qui a partagée mon quotidien, qui m'a toujours soutenu.

Merci à tous.

ملخص

هذا العمل يتمثل في دراسة البنية المجهرية لخليط النيكل الفائق، المستخدم في زعالييف مولد الغاز 9D2، التابع لشركة سونلغاز، بعد 50000 ساعة من الخدمة. من أجل هذا قمنا بإجراء توصيف البنية المجهرية والخواص الميكانيكية، ثم قمنا بخضوع عينات من هذه الزعالييف للعلاج الحراري الانحلالي في درجات حرارية مختلفة، يتبعها علاج رجعي، بهدف دراسة تأثير الحرارة على البنية المجهرية والخواص الميكانيكية. أثبتت النتائج المتحصل عليها أن كفاءة خليط النيكل الفائق راجعة للتأثير الرسوبات المتصلبة $Ni_3(Al,Ti)$ (حسب الحجم والشكل والانتشار) و إلى رسوبات الكربون.

كلمات مفتاحيه : خليط النيكل الفائق، البنية المجهرية، علاج الرجعي، العلاج الحراري الانحلالي، الترسيب.

Résumé

Notre travail consiste à étudier la microstructure des superalliages à base nickel, constituants les aubes de turbine à gaz 9D2 de la société SONELGAZ, après 50000h de service. Pour cela on a procédé à une caractérisation microstructurale et mécaniques, ensuite nous avons fait subir aux éprouvettes des aubes, des traitements de mise en solution à différentes températures, suivi d'un traitement de revenu étagé, afin d'étudier l'influence de la température sur leurs microstructures et propriétés mécaniques. Les résultats obtenus montrent que la performance de nos superalliages est due à l'influence de la phase durcissante gamma prime $\gamma' Ni_3 (Al, Ti)$ (taille, forme et distribution), et les carbures.

Mots clés: le superalliage à basse de nickel, microstructure, traitement de revenu, traitement de mise en solution, précipitation.

Abstract

Our work is to study the microstructure of nickel-base superalloys, used for blade of gas turbine 9D2, from Sonelgaz company, after 50000h of service. For that, we proceeded to a microstructure and mechanics characterization, and then we underwent the sample of blade for solution treatment at different temperature at various temperatures, preceded by an aging treatment, in order to study the influence of the temperature on their microstructures and mechanical properties. The results obtained show that the performance of our superalloys is due to the influence of the hardening phase $\gamma' Ni_3 (Al,Ti)$ (size, shape and distribution), and them carbides.

Key words: Nickel-base Superalloy base nickel, microstructure, aging treatment, solution treatment, precipitation.

Sommaire

Introduction Générale	1
chapitre 1 : Turbine à gaz	3
1-introduction	3
2- Le principe de fonctionnement de la turbine TG 9D2	3
3- Les aubes de turbine 9D2	4
CHAPITRE 2: Les superalliages à base de nickel	6
1. Superalliages	6
2. Superalliages à base de Nickel	6
2.1. Composition chimique des superalliages à base de nickel	6
2.2. Caractérisations microstructurales des superalliages à base de nickel	7
2..2.1.La phase gamma γ	7
2.2.2. La phase gamma prime (γ')	7
2.2.3. La phase gamma seconde (γ'')	8
2.2.4. La phase delta (δ)	8
2.2.5. Les composés eutectiques	9
2.2.6. Les carbures et les phases topologiquement compactes (T.C.P)	10
a) Les phases TCP (topologically closed packed)	10
b) Les carbures	12
2.3. Mode d'élaboration des superalliages à base de nickel	12
3. Traitements thermiques des superalliages à base nickel	13
3.1 Traitement de mise en solution	13
3.2 Traitement de revenu (précipitation/vieillessement)	15
3.2.1. Influence de la vitesse de refroidissement	16
4. Mode de durcissement des superalliages à base nickel	16
4.1 Durcissement par formation d'une solution solide γ	16
4.2 Durcissement par précipitation des phases durcissantes γ' et γ''	17
4.3 Durcissement par précipitation des carbures de Cr, Mo, W et Ti	18
5. Le rôle des éléments d'alliages dans les superalliages à base de nickel	18
5.1. Influence des éléments gamma-gènes sur le durcissement par solution solide des superalliages à base du nickel	19
6. Le rôle de la phase gamma prime γ' dans le superalliage à base de nickel	20

CHAPITRE 3: Matériaux et méthodes expérimentales	22
1. Introduction	22
2. Mise au point du matériau étudié	23
2.1. Découpe et repérage des échantillons	23
3. Analyse de la composition chimique	24
4. Traitement thermique	25
4.1. Traitement de mise en solution	25
4.2. Traitement de revenu (précipitation)	26
5. Techniques d'analyse	27
5.1. Analyse métallographique par microscope optique MO	27
5.2. Observation au MEB et microanalyse chimique des particules EDS	28
5.3. Traitements et analyse quantitatives des métallographies	29
5.3.1. Traitement d'image	29
5.3.2. Analyse quantitative des métallographies	30
a) Calcul de la distribution de la taille des grains	30
b) Calcul de la distribution de la taille des précipités γ'	31
c) Calcul de la fraction surfacique (taux de phase) de la phase durcissante γ'	32
5.4. Analyse des phases par diffraction des rayons X (DRX)	33
a) Diffractogramme expérimentale	35
b) Ouverture de diffractogramme dans le logiciel OriginLab	35
c) Analyse et traitement de diffractogramme à l'aide du logiciel OriginLab	36
5.5. Caractérisation mécanique par essai microdureté (VICKERS)	36
CHAPITRE 4: Résultats et interprétations	38
1. Caractérisation du matériau à l'état de réception	38
1.1 Analyse chimique et identification des alliages des aubes	38
1.2. caractérisation microstructurale du matériau à l'état de réception	40
1.2.1. Observation par microscopie optique MO	40
1.2.2. Observation par microscopie électronique à balayage MEB	43
1.2.2.1. Aube 1 (Inconel 738)	44
- Les constituants eutectiques γ/γ' et les phases TCP	47
- Les carbures primaires MC et secondaires $M_{23}C_6$	47
1.2.2.2. Aube 4 (Nimonic 80A)	52
1.3. Caractérisation mécanique par microdureté des aubes à l'état de réception	55
2. traitement thermique	58
3. Traitement de mise en solution	58

3.1. Analyse microstructurale des aubes 1 et 4 après mise en solution	58
3.1.1 Caractérisation par microscopie optique de l'aube 1 (Inconel 738)	58
3.1.2. Caractérisations par microscopie optique de l'aube 4 (Nimonic 80A)	59
3.1.3 Caractérisation par microscopie électronique à balayage de l'aube 1 (Inconel 738)	63
a)-Influence de la température de mise en solution sur le taux de précipités γ'	66
b)-Influence de la température de mise en solution sur les carbures et les joints des grains	69
c)-Influence de la température de mise en solution sur les constituants eutectiques et les phases TCP	70
3.1.4 Caractérisation par microscopie électronique à balayage de l'aube 4 (Nimonic 80 A)	71
3.2. Caractérisation mécanique par essai de microdureté	73
3.2.1. Influence de la microdureté en fonction de la taille et le taux des précipités γ' de l'aube 1 (Inconel 738)	74
3.2.2. Influence de la microdureté en fonction la taille de grain de l'aube 4 (Nimonic 80A)	76
4. Traitement de revenu (précipitation)	77
4.1. Analyse microstructurale après mise en solution+ revenu étagée	77
4.1.1. Caractérisation au MO de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738)	77
4.1.2. Caractérisation au MO de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A)	78
4.1.3. Caractérisation au MEB de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738)	81
4.1.4. Caractérisation au MEB de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A)	84
4.2. Analyse des phases par diffraction des rayons X	86
4.2.1- paramètre de maille da la phase gamma γ dans l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution	86
4.2.2. Identification des phases dans l'aube 1 (Inconel 738) après revenu	87
4.3. Caractérisation mécanique par essai de microdureté	89
Conclusion générale et perspective	91
References bibliographiques	94

Introduction Générale

Le choix des matériaux utilisés dans les turbines à gaz dépend essentiellement des sollicitations thermiques et mécaniques extrêmes, qu'ils sont capables de supporter surtout à la sortie de la chambre de combustion, pour garantir une durée de vie acceptable à la pièce.

Les superalliages sont caractérisés par d'excellentes propriétés mécaniques et une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température avec le contrôle de ses microstructures, et pour cela les superalliages à base de nickel sont largement utilisés dans la fabrication des aubes de turbine à gaz, qui sont en contact direct lors de leur exploitation avec les gaz chauds. De ce fait, ces aubes sont soumises à des températures élevées, à des contraintes statiques et dynamiques importantes, à une érosion et une corrosion à chaud qui peuvent être très sévères pendant le service, les aubes subissent alors des dégradations naturelles ou accélérées dues aux différentes causes. Ces dégradations ou détériorations sont d'origine métallurgique ou mécanique.

Les aubes de turbine positionnée à la sortie de la chambre de combustion sont en contact avec des gaz brûlés, milieu particulièrement chaud et agressif. On peut s'attendre à ce que les processus d'oxydation – corrosion à chaud aient de ce fait une influence significative sur les processus d'endommagement et la durée de vie des matériaux. Cet aspect est pris en compte dans cette étude par l'analyse comparée des traitements de mise en solution.

Le superalliage utilisé pour les aubes de turbine à gaz est très difficilement soudable, des fissures se forment très souvent lors de ce procédé. Ce manque de soudabilité constitue un véritable problème pour l'utilisation de ce matériau car on trouve des grandes difficultés pour le réparer par le rechargement, et pour cela la rupture d'une aube de turbine à gaz en service est totalement interdite. Il est donc absolument nécessaire de comprendre au mieux l'influence de la microstructure des aubes sur le comportement mécanique.

Les superalliages pour les aubes en service sont soumis à des températures élevées. Dans ces conditions, leur microstructure métallurgique est susceptible d'évoluer, les effets pouvant être accélérés jusqu'à la défaillance par l'action du rechargement mécanique et thermique. Donc le but de ce travail est la régénération des caractéristiques microstructurales (joints de grains, les phases, les carbures) des aubes de turbine à gaz 9D2 de la société SONELGAZ, après 50000 heures de service, par un traitement de revenu.

Pour ce faire on suit les démarches suivantes :

1. Recherche bibliographique sur les superalliages à base de nickel
2. Etude des caractéristiques microstructurales des aubes à l'état de réception dans différents étages de la turbine.
3. Etude de l'influence de la microstructure sur la tenue mécanique des aubes.
4. Effet des traitements thermiques à haute température (mise en solution) sur la stabilité microstructurale des superalliages à base de nickel des aubes.

5. Effet de traitement de revenu sur les superalliages des aubes de la turbine à gaz.

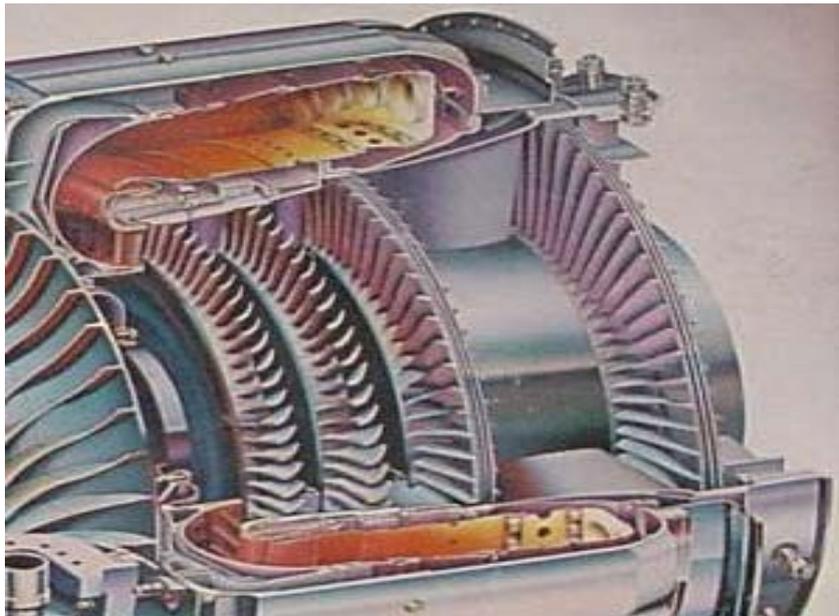


Figure 1 : la chambre de combustion et les aubes de turbine



Figure 2 : Destruction des aubages de turbine par sur -température

CHAPITRE 1: Turbine à gaz

1. Introduction

L'énergie électrique est produite dans des centrales à différents principes tel que : Centrales nucléaires, centrales hydrauliques et centrale thermiques ainsi que centrales d'énergie renouvelables (solaires, éoliennes ...). Le principe de production dans ces centrales est pratiquement le même, où on retrouve les machines utiles qui sont la turbine et l'alternateur, mais chaque centrale utilise pour son fonctionnement l'énergie disponible.

La centrale de BAB EZZOUAR (SONELGAZ) a été mise en service en 1978 par le constructeur CEM (compagne électromécanique de France). Elle comprend quatre groupes de turbine a gaz identique, ils sont de type TG 9 D2 dont la puissance unitaire est de 27 MW (un total de 108 MW).

La turbine a gaz TG 9D2 est constituée d'un ensemble d'organes dont les trois composants principaux sont : Un compresseur, une chambre de combustion et une turbine comme il est représenté dans la figure 3.

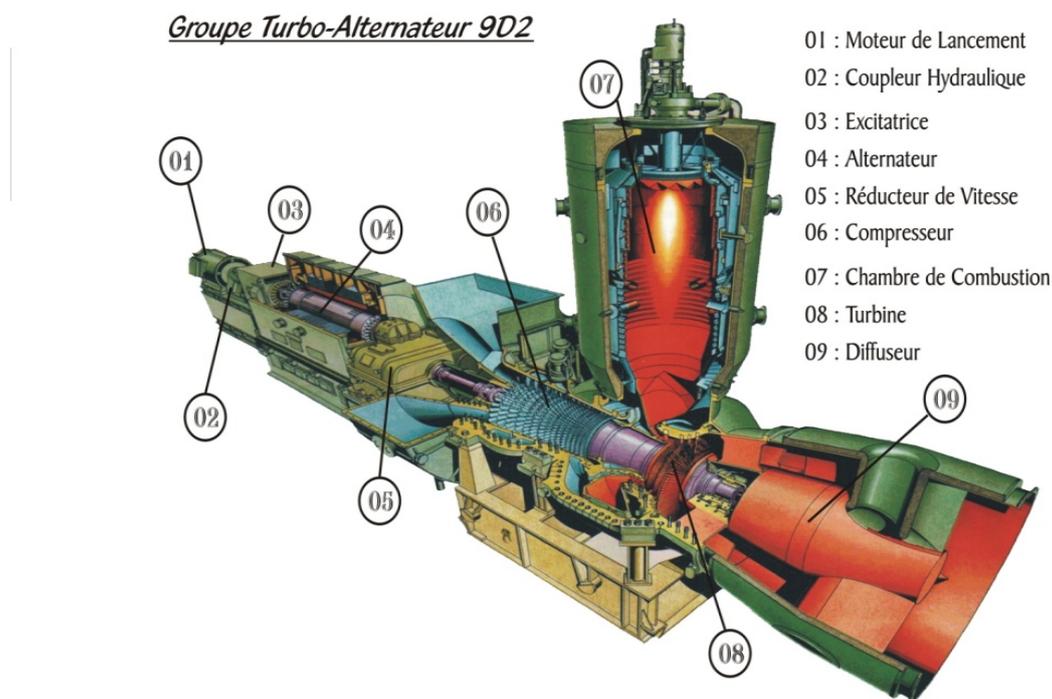


Figure 3: Groupe Turboalternateur DE BAB EZZOUAR

2. Le principe de fonctionnement de la turbine TG 9D2

La turbine à gaz TG 9D2 fonctionne suivant le principe de cycle ouvert :

On alimente le moteur de lancement à partir du réseau à travers un transformateur auxiliaire de 1250 KVA, 11.5KVA/400V. Le couple moteur est transmis à la ligne d'arbre par l'intermédiaire du coupleur hydraulique à travers un tourbillon d'huile, ce dernier se remplit par une pompe d'exécution classique mise en fonction dès le démarrage du moteur de lancement. Un compresseur axial comportant des ailettes qui aspirent l'air ambiant à travers le caisson de filtration et le comprime jusqu'à 8 bars. Puis l'air

pénètre verticalement dans une volute d'aspiration d'un seul coté du compresseur où il est uniformément reparti au moyen d'aubes de guidage. La température de l'air au refoulement du compresseur est de 300°C. L'air comprimé est admis dans la chambre de combustion par une conduite, et seulement 30 à 40% de cet air va servir au mélange gazeux de combustion et l'autre volume va servir au refroidissement de la turbine (aubes) et les briques métalliques de la chambre de combustion, ainsi pour centrer la position de la flamme.

A la sortie de la chambre de combustion, les gaz chauds atteignent la température de 850°C environ, et se détendent sur la turbine produisant l'énergie mécanique nécessaire pour la mise en rotation de la ligne d'arbre, ensuite ces gaz s'échappent vers la cheminée par un diffuseur axial pour être rejetés à l'extérieur.

La mise au régime de la turbine est assurée d'une part par sa propre accélération, et d'autre part, par le moteur de lancement. Ce n'est qu'après que la vitesse atteint l'ordre de 2000tr/min et le coupleur vidé, que la turbine assure la rotation seule ; la vitesse augmente progressivement et proportionnellement au débit de combustible.

Le rendement faible de turbine à gaz (25 à 35%) est dû au fait que l'énergie fournie par le combustible est détournée par le compresseur ou perdue sous forme de chaleur dans les gaz d'échappement, Pour améliorer la performance de turbine à gaz industrielle, en termes de rendement et de consommation, une voie consiste à augmenter la température de gaz à l'entrée de la turbine. Ceci nécessite par conséquence de pouvoir déposer d'alliage pour que les aubes de turbine puissent supporter des températures de fonctionnement de plus en plus élevée, tout en conservant les mêmes caractéristiques mécaniques et en particulier en fluage afin de pouvoir atteindre la même durée de vie.

3. Les aubes de turbine 9D2

La turbine est composée de quatre étages, chaque étage est constitué des aubes fixes et mobiles (figure 4a). Le premier étage est placé juste à la sortie de la chambre de combustion, où les gaz chauds atteignent la température de 850°C et une pression de 8 Bars. Le quatrième étage des aubes de turbine est placé à la sortie des gaz d'échappement de la turbine où la température est de 530°C.



Figure 4 : a) aubes de la turbine 9D2 à l'état de réception. b) le circuit de refroidissement interne des aubes.

Le refroidissement de la turbine est l'élément le plus important et doit être protégé par un système de refroidissement efficace, où la distribution de l'air permet d'obtenir une température dans la turbine de 450°C (figure 2b).

Les superalliages à base de nickel sont les matériaux les plus performants utilisés aujourd'hui pour la fabrication des aubes fixes et mobiles des turbines à gaz industrielles. Les deux principales caractéristiques demandées jusqu'à maintenant à ces alliages pour ces applications spécifiques sont une bonne résistance au fluage à des températures pouvant aller jusqu'à 850°C et une très bonne tenue à la corrosion à chaud. Des alliages de référence couramment utilisés dans ce domaine sont ceux connus sous les désignations IN738, IN939 et IN792.

CHAPITRE 2: Les superalliages à base de nickel

1. Superalliages

Les superalliages sont des alliages complexes à matériaux métalliques possédant une très bonne propriété mécanique à température élevée (0.7 à 0.8 fois T^f (fusions)) combinée avec une excellente résistance à l'oxydation et à la corrosion dans des conditions d'environnement et de fonctionnement agressif et extrême.

Les superalliages sont essentiellement à base de fer, à base de nickel et à base de cobalt, avec une structure austénitique, où sa matrice est renforcée par précipitation des phases durcissantes, dans le cas à base de fer et à base de nickel, ou par précipitation des carbures comme dans le cas à base de cobalt à cause de forte quantité de carbone. Leur microstructure peut être assez complexe en raison du potentiel pour des variétés de phases qui peuvent se former dans le traitement thermique ou exposition à des conditions de service.

2. Superalliages à base de nickel

Les superalliages les plus courants dans l'industrie sont les superalliages à base de nickel élaboré par fusion sous vide, leurs microstructures est contrôlée à l'aide des traitements thermiques bien définis en fonction des applications visées, et ils consistent en une matrice austénitique γ , renforcée par la précipitation d'une phase intermétallique cohérente γ' Ni_3 (Al, Ti), et parfois plus une seconde phase γ'' Ni_3Nb dans certain alliage comme par exemple l'inconel 718. Et pour les cas des superalliages exposés à des températures excessives trop élevées, ils peuvent produire d'autres phases telles que la phase d'hexagonales serrée, ETA (Ni_3Ti) et la phase orthorhombique delta (Ni_3Nb), Ainsi des Laves (Fe_2Nb , Fe_2Ti ou Fe_2Mo) fragiles et généralement nocives.

Ces alliages ont un double avantage : d'une part, résister à l'oxydation, à l'air libre, où en présence de gaz, et d'autre part, garder un niveau de résistance suffisant sous des sollicitations élevées. Par ailleurs, ces alliages doivent également répondre à une autre exigence : la bonne tenue au fluage, c'est à dire la tenue à chaud sous des contraintes mécaniques assez élevées.

Les excellentes propriétés mécaniques à haute température sont dues à deux types de renforcement, soit à l'ajout des éléments durcissants en solution solide dans la matrice γ -Ni, soit à la précipitation de la phase durcissante γ' Ni_3 (Al, Ti) ou γ'' - Ni_3Nb .

2.1. Composition chimique des superalliages à base de nickel

Les superalliages alliages à base de Nickel contiennent généralement entre 10 à 15 éléments dans des proportions notables, avec 10 à 20% de chrome et 5 à 10% de cobalt, et 8% d'éléments γ' -gènes (Aluminium et Titane), ce qui engendrera un renforcement par formation des précipités d'une phase de type Ni_3 (Al, Ti) dans une matrice austénitique majoritairement composée de nickel, dans laquelle se trouve des éléments γ -gène comme le chrome, le cobalt, le tungstène et le molybdène [1].

Les éléments principaux et majeurs présents dans les superalliages sont : Le titane. L'aluminium, le niobium, le tantale, le chrome, le cobalt, le molybdène, et le tungstène.

A titre d'exemple, les compositions chimiques nominales (% en poids) de quelques alliages sont rassemblées dans le tableau 1:

Alliage	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Nb	Fe
IN939	Base	19	22,5	-	2	1,9	3,7	1,4	1	
IN738	Base	8,5	16	1,7	2,6	3,4	3,4	1,7	0,9	0.07
IN792	Base	9	12,4	1,9	3,8	3,1	4,5	3,9	-	-
IN 100	Base	15.0	10.0	3.0	-	6.0	1.0	4.0	-	-
Inconel 718	Base	0.5	19	3.05	-	0.5	0.95	0.05	5.15	18
René 80	Base	9.5	14	1.5	3.8	3	4.9	2.8	-	-
Nimonic80	Base	1	21	-	-	1.8	2.7	-	-	1.5

Tableau 1 : Composition pondérale (%en poids) de quelques superalliages à base nickel utilisée dans les turbines à gaz [2].

2.2. Caractérisations microstructurales des superalliages à base de nickel

La microstructure des superalliages à base de nickel est constituée d'une matrice (celle de l'élément chimique nickel (Ni)) symbolisée par γ , de structure cristalline cubique à faces centrées (CFC), durcie volontairement par d'autres éléments d'alliages tels que l'aluminium (Al) et le titane (Ti). Le durcissement est obtenu suite à la précipitation d'une seconde phase intermétallique cohérente notée γ' , de composition chimique bien définie, de type Ni_3 (Ti, Al) et de structure cristalline identique à γ , et aussi peut être durcie par la précipitation d'une phase gamma seconde γ'' de composition chimique Ni_3Nb comme dans le cas de superalliage IN 718. Les performances de ce type d'alliages sont basées sur le contrôle de la solidification et de la précipitation des phases durcissantes, ainsi que sur la maîtrise des cycles de traitements thermiques appliqués, afin d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques à haute température.

2.2.1. La phase gamma (γ)

C'est une solution solide austénitique désordonnée. Le réseau de sa structure est cubique à faces centrées A1 (Figure3a). Son paramètre de maille évolue en fonction de sa composition, il est de $a_\gamma = 3,523 \text{ \AA}$ pour le Ni pur, et comme Le fer, le chrome, le molybdène et le niobium ont des rayons atomiques proches de 12 % de celui de nickel, ils se substituent dans le nickel pour donner une solution solide austénitique désordonnée γ par la distorsion du réseau qui entraîne un durcissement de la solution solide γ . Cette matrice γ constitue la base microstructurale des superalliages à base Ni [3].

2.2.2. La phase gamma prime (γ')

Le titane et l'Aluminium conduisent et imposent la formation d'une seconde phase intermétallique cohérente et stable avec la phase γ , de structure cristallographique cubique à face centrée, et de composition chimique bien définie de type A_3B (Ni_3 (Al, Ti)), et son action durcissante dépend de la quantité formée, de sa composition

chimique, et de sa morphologie. (La figure 1b), montre les atomes de titane ou d'aluminium aux sommets du cube et les atomes de nickel sont au centre des faces.

2.2.3. La phase gamma seconde (γ'')

Le niobium est le principal élément contribuant à la formation de la phase γ'' .il forme avec le nickel les précipités (Ni_3Nb) métastable de structure quadratique centré. (Figure 5c).

Certain alliage a une particularité d'être principalement durci par la précipitation de la phase γ'' de composition Ni_3Nb (IN718) ; et la fraction de cette phase est gouvernée par la bonne teneur en niobium (souvent limitée entre 4.3 à 6 %).

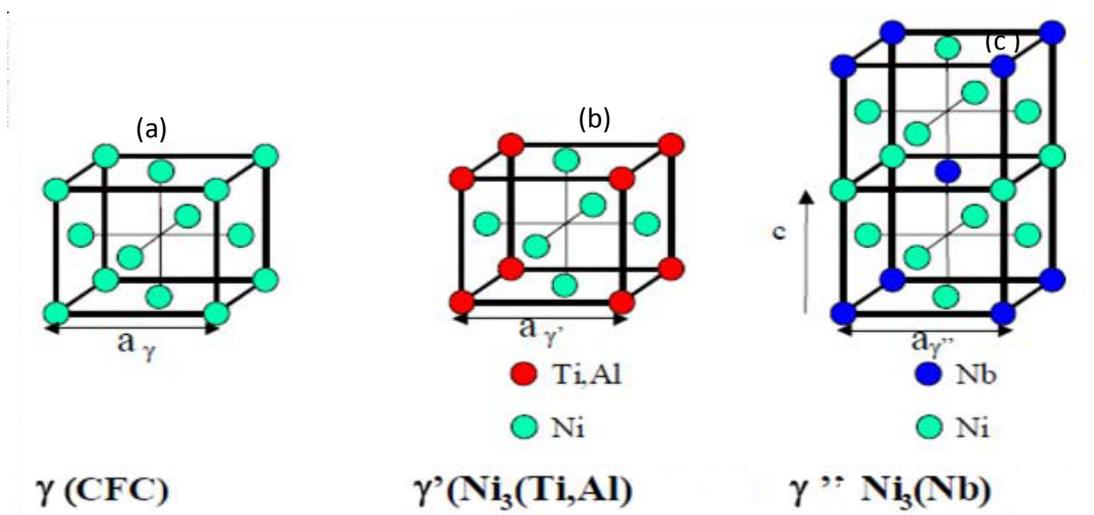


Figure 5: Mailles cristallines des phases γ, γ' et γ'' [4]

2.2.4. La phase delta (δ)

La phase intermétallique de structure orthorhombique ordonnée est la forme stable de la phase γ'' .

Après une longue période à la température de service, la phase γ'' métastable durcissante se décompose en une phase stable $\delta\text{-Ni}_3\text{Nb}$. La phase est également présent au-dessus de solvus γ'' et sa forte fraction volumique est contrôlée, car sa présence permet de limiter le grossissement des grains, mais une trop forte fraction volumique conduit à un durcissement plus faible (moins de précipités durcissantes γ'').

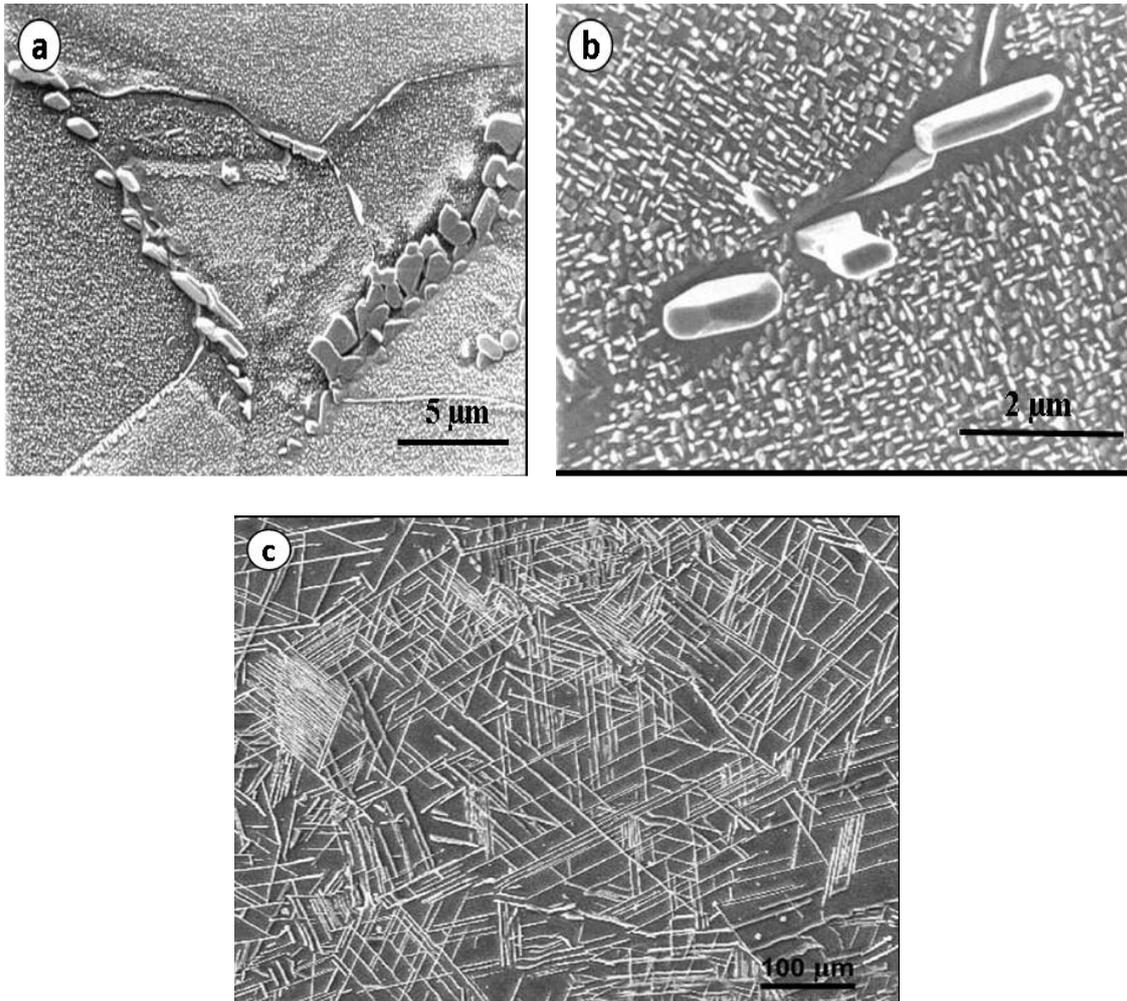


Figure 6: **a)** Phase δ précipitée aux joints de grains. **b)** Phase δ globulaire et appauvrissement du durcissement structural. **c)** Phase δ sous forme d'aiguilles [5].

La phase δ se forme dans le cas de vieillissement de longue durée et dans l'intervalle 700-900°C. Elle est majoritaire si les traitements sont effectués dans l'intervalle [900-1000°C]. De plus, cette phase ne contribue pas significativement au durcissement de l'alliage ; par contre elle semble bénéfique en ce qui concerne la valeur de la ductilité à la rupture.

2.2.5. Les composés eutectiques

Un diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Al-Ti (figure 7) montre que les conditions de fonderie peuvent aboutir à la formation de pavés eutectiques, qui mêlent les phases gamma γ et gamma prime γ' [6].

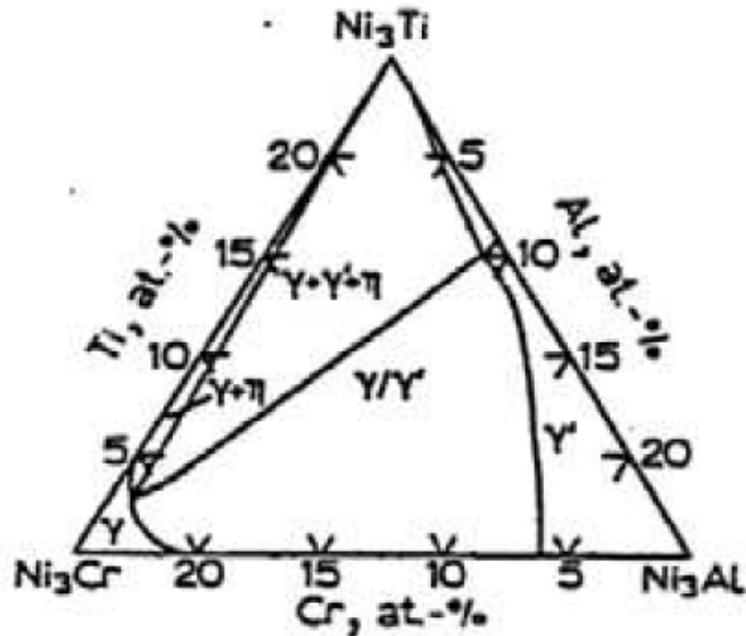


Figure 7: Diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Al-Ti [7].

Les constituants eutectiques γ/γ' sont constitués de précipités γ' sous forme de lamelles, de fines plaquettes ou de radeaux. Ces eutectiques induisent les hétérogénéités locales de déformations. Dans ces zones, les dislocations forment des boucles mais ne peuvent pas cisailer les précipités [7].

2.2.6. Les carbures et les phases topologiquement compactes (T.C.P)

Outre les précipités intermétalliques durcissant γ' et γ'' et non durcissant δ , les superalliages présentent des phases TCP (topologically closed packed), des carbures et carbonitrides primaire de type MX (M=Nb, Ti, etc. Et X=C, N), ils sont fréquemment repartis de manière plus homogène dans l'ensemble des matériaux.

a) Les phases TCP (topologically closed packed)

Cependant, une saturation excessive de la matrice gamma (γ) des superalliages à base de nickel peut favoriser la précipitation de phases intermétalliques fragiles riches en Cr, Mo, W et Re. Les phases TCP les plus fréquemment rencontrées dans les superalliages sont les phases μ , σ , et les phases de laves. Cette terminologie résulte du fait que ces phases sont structurées en couches atomiques denses séparées par de grandes distances interatomiques. La présence de phases T.C.P est généralement considérée comme nocive vis-à-vis des propriétés mécaniques des superalliages, et elle se forme après une longue exposition à haute température (dans la turbine).

Les mécanismes proposés pour expliquer l'altération des propriétés mécaniques sont :

- l'amorçage prématuré de fissures à partir des précipités de phase T.C.P. conduisant à la réduction de la ductilité, voire à la fragilisation de l'alliage;
- l'adoucissement de la matrice résultant du piégeage des éléments durcissants entrant dans la composition des phases T.C.P., et entraînant ainsi une réduction de la résistance au fluage;
- la perturbation de la microstructure régulière γ/γ' [8].

a/1. Phase de laves

La phase de Laves se précipite généralement lors de la solidification ou lors d'un vieillissement prolongé. C'est une phase topologiquement compacte de structure cristallographique hexagonale et de formule générale AB_2 [avec: $A = (Si, Ti, Nb, Mo)$ et $B_2 = (Cr, Fe, Ni)_2$]. 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 maîtrisant les procédés d'élaboration et d'homogénéisation, il est possible de limiter la formation de ces phases [4].

a/2. Phase α Cr et phase σ

La phase α Cr est une phase topologiquement compacte de structure cristallographique cubique à faces centrées. Elle est riche en Cr et apparaît lors de fortes ségrégations, dues à la solidification lors de vieillissement de longue durée ou au cours de service après une longue exposition à hautes températures.

La phase σ est également une phase topologiquement compacte. Cette phase est semi-cohérente ou non-cohérente avec la matrice γ . Sa composition chimique est variable, mais est identifiée par $(Cr, Mo)_x(Ni, Co)_y$ avec x et y peuvent varier entre 1 et 7 et $x > y$. La présence de cette phase TCP a des conséquences néfastes sur la tenue mécanique à haute température. Il a aussi été noté que l'interface entre la phase σ et la matrice était un site privilégié de rupture en fluage à haute température. De plus, privant la matrice γ de Cr, elle limite le durcissement par solution solide [8].

Enfin, lors de l'élaboration des produits en superalliages, la présence d'une très grande quantité de cette phase dans les lingots ne permettra pas leur forgeage. Et Une bonne homogénéisation et un vieillissement adapté à la composition chimique permettent de limiter la présence de ces phases.

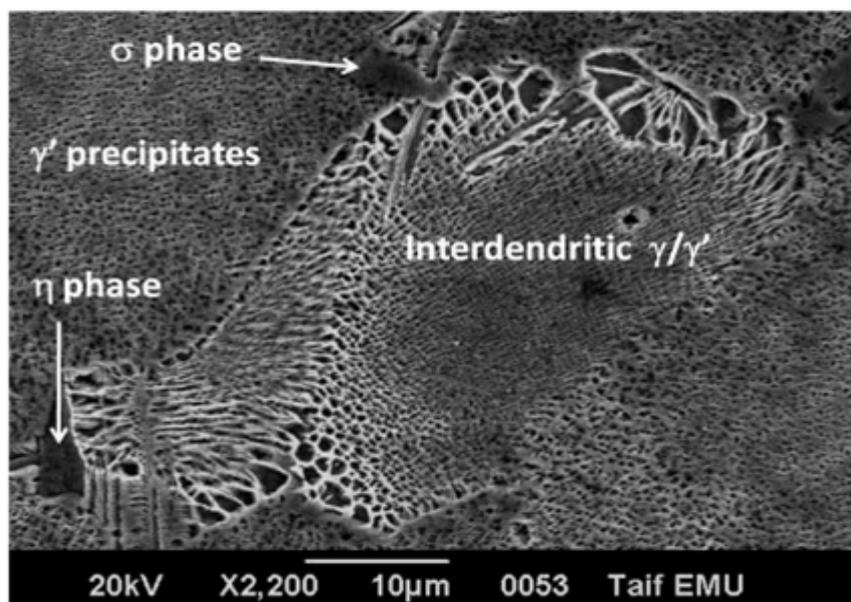


Figure 8: Microstructure des phases eutetique γ/γ' et les phases TCP d'un superalliage à base du nickel [9].

a/3. La phase μ

La structure cristallographique de la phase μ est hexagonale ordonnée. Sa formule chimique est Ni_3Ti . La formation de cette phase est possible lors du survieillissement dans des alliages où le ratio Ti/Al est élevé, ou après solidification dans des alliages présentant des zones de ségrégation où ce même rapport est élevé [10]. La phase μ germe principalement sur les joints de grains de fortes désorientations et va croître en aiguilles vers le cœur du grain ou de manière plus globulaire le long des joints de grain [11].

Sa précipitation et sa croissance se font au détriment des phases γ'' et γ' , 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 [12].

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 μ [13].

b) Les carbures

Les carbures jouent un rôle important dans les superalliages à bases Ni dans la mesure où ils participent au contrôle de la taille de grain lors du forgeage et lors de traitements thermiques. Généralement ces carbures ou carbonitrides sont riches en Ti et se complexent avec le Nb. Ce Nb stabilise les carbures primaires et retardent leur évolution en carbure secondaire et leur remise en solution [14].

Le superalliage à base de nickel présente des carbures et des carbonitrides inter- ou intra-granulaires qui améliorent les propriétés mécaniques à haute température, ils ont un rôle de barrière contre les efforts de cisaillement transmis par une matrice efficacement durcie par les phases γ' ou γ'' .

Les carbures primaires MC se forment au voisinage de point de fusion et en particulier lors de solidification du lingot à l'intérieur de grains. Par contre les carbures secondaires de type $M_{23}C_6$ vont précipiter aux joints de grains et les renforcer.

2.3. Mode d'élaboration des superalliages à base de nickel

Les méthodes d'élaboration et de transformation des superalliages à base de nickel sont non seulement variées mais dépendent aussi de leur domaine d'application. Il existe quatre méthodes d'élaborations des superalliages à base nickel :

- 1- une méthode classique (fusion au four à l'induction sous vide puis forger) dans les cas des pièces dite poly cristalline comme aube pour turbine à gaz.
- 2- par métallurgie des poudres (compression isostatique a chaud) comme les disques de turbine. Cette méthode offre à l'alliage une bonne homogénéité, des tailles des grains très fines ($25\mu m$) et une distribution des phases très uniformes ; ces caractéristiques améliorent les propriétés mécaniques comme la tenue en fatigue.
- 3- par solidification dirigée des structures colonnaires dans le but de supprimer les joints de grains orthogonaux à l'axe de sollicitation afin d'augmenter la résistance au fluage.
- 4- Et l'avancée la plus importante reste la fabrication des pièces sans joint des gains (superalliages monocristallin) grâce à l'ajout d'un sélecteur de grain au procédé de solidification dirigée, comme les aubes monocristallines pour les turboréacteurs.

Dans les quatre méthodes les performances de ce type d'alliages sont basées sur le contrôle de la solidification et de la précipitation des phases durcissantes, ainsi que sur la maîtrise du cycle de traitement thermique appliqués pour obtenir des caractéristiques mécaniques recherchés.

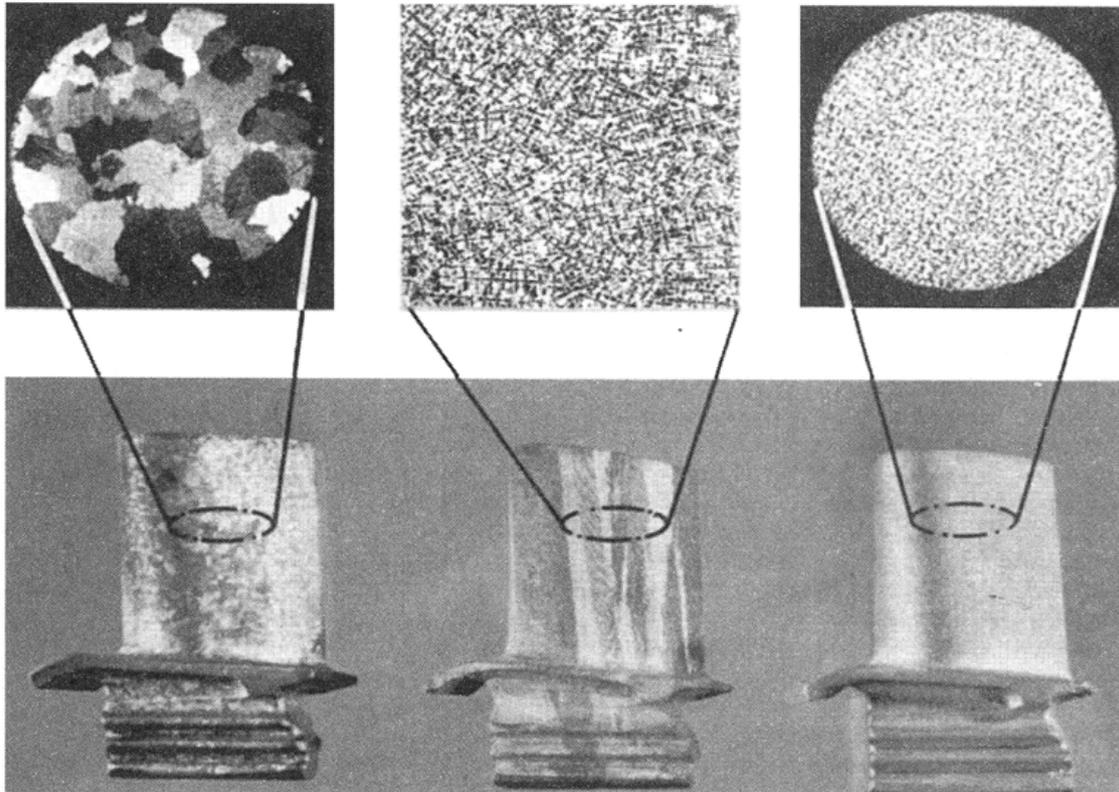


Figure 9 : Aubes élaborées par fonderie à la cire perdue, de la solidification conventionnelle à la solidification monocristalline

3. Traitements thermiques des superalliages à base nickel

Le traitement thermique généralement recommandé pour les superalliages à base de nickel sont suggérés pour produire une fraction volumique importante et la meilleure distribution de taille des précipité gamma prime γ' , ce qui donne une propriété mécanique optimale à haute température.

Les traitements thermiques des superalliages sont constitués d'une mise en solution, suivie d'un où de deux paliers de vieillissement pour mettre en place la microstructure finale avant que la pièce se subisse l'usinage final.

3.1 Traitement de mise en solution

Le traitement thermique de mise en solution est effectué après l'élaboration de superalliage à base de nickel pour homogénéiser leurs microstructures. Ce traitement permet de dissoudre les précipités gamma prime γ' formés en sortie du procédé d'élaboration d'une façon incontrôlable à la fin de forgeage dans la phase gamma γ . Le refroidissement de ce traitement thermique permet en suite de reformer les précipités de phase γ' d'une manière homogène et souhaitable (figure 10).

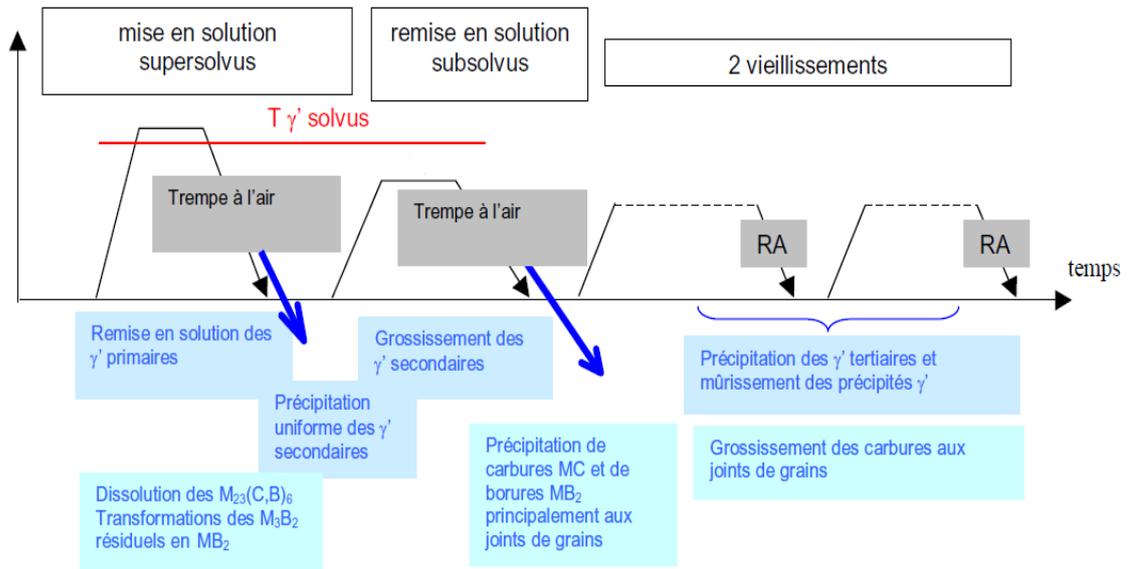


Figure 10 : traitement thermique classique pour les superalliages à base de nickel [15].

Il existe deux types de traitements de mise en solution :

1- Mise en solution subsolvus à une température inférieure à la température de dissolution des précipités γ' ($T_{\gamma'} \text{ solvus}$), ce qui ne permet pas de dissoudre complètement les précipités γ' primaires, et donc la croissance des grains austénitiques est bloquée et garde une taille de grain très fine en donnant une meilleure propriété de traction et de fatigue (figure 7a), par contre ce traitement n'améliore pas la tenue au fluage.

2- Mise-en solution supersolvus, à une température située entre la température de dissolution complète des précipités γ' ($T_{\gamma'} \text{ solvus}$) et la température de brûlure de superalliage permet de créer une microstructure à gros grains pour améliorer les propriétés au fluage (figure 11b) [16].

Le tableau 2 donne la température de solvus de la phase γ' , pour quelques superalliages à base du nickel.

Superalliage	Température de solvus de γ'
Udimet 720	1153 °C
N18	1205 °C
Inconel 718	830°C
IN100	12030°C
Rene 77	1160°C
Wespaloxy	1020°C
Inconel 713C	1200°C
Astroloy	1135°C
DS247	1235°C

Tableau 2 : Illustre la température de solvus de précipités γ' de certains superalliages

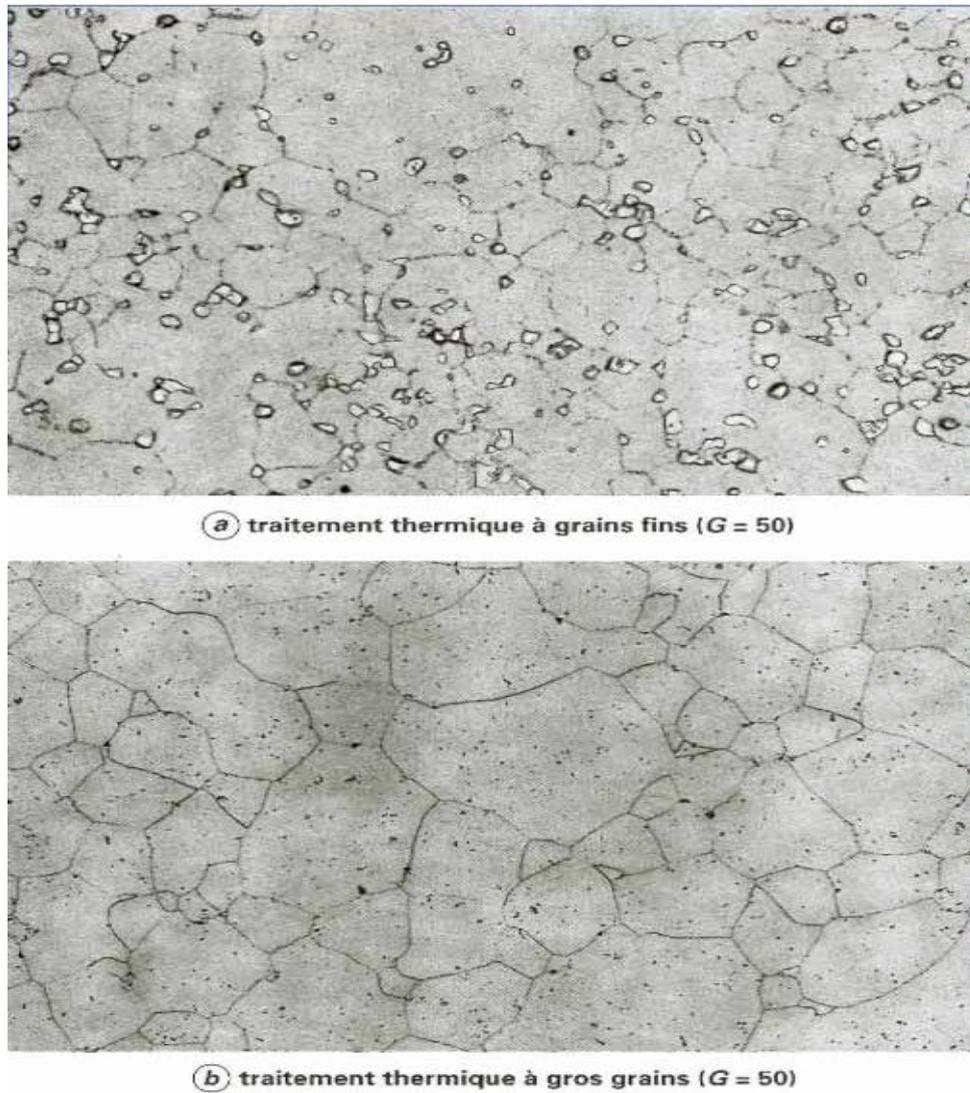


Figure 11 : Traitements thermiques de superalliage Udimet 720.
a) grains fins, b) gros grains [17].

3.2 Traitement de revenu (précipitation/vieillessement)

Le traitement thermique de vieillissement permet de faire apparaître une phase précipitée dont l'action sera bénéfique sur les propriétés mécaniques à haute température. La morphologie, la quantité et la taille de ces précipités influenceront directement sur les propriétés en service des superalliages à base de nickel. Généralement, le traitement thermique de vieillissement est effectué après la mise en solution, et conduit à des températures inférieures, ce qui permet d'augmenter la limite d'élasticité des superalliages, de précipiter le maximum de phases durcissantes, et de grossir les carbures au joints de grains, dans le but d'obtenir des précipités stables pour des applications de longues durées.

Ce traitement se compose de deux paliers différents dont le premier permet la majeure partie de la précipitation des précipités γ' ou γ'' , tandis que le deuxième est principalement effectué afin d'augmenter la stabilité thermique de cette précipitation.

3.2.1. Influence de la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement lors de la trempe après la mise en solution est également un facteur majeur sur la répartition des précipités γ' , plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la précipitation γ' est fine (γ' tertiaires), mais plus le risque de tapures et de création de contraintes internes générant des déformations en cours d'usinage ou des amorçages de fatigue prématurés, augmentent [18].

La figure 12 montre l'influence de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités gamma prime γ' des alliages obtenus par métallurgie des poudres (N18, R95 et Astroloy). Le superalliage est ici traité subsolvus suivi d'un double revenu : mise en solution à 1165°C (4h) refroidissement (variable) + Revenu à 700°C (4h)/refroidissement à l'air + deuxième revenu à 800°C (4h)/refroidissement à l'air [15].

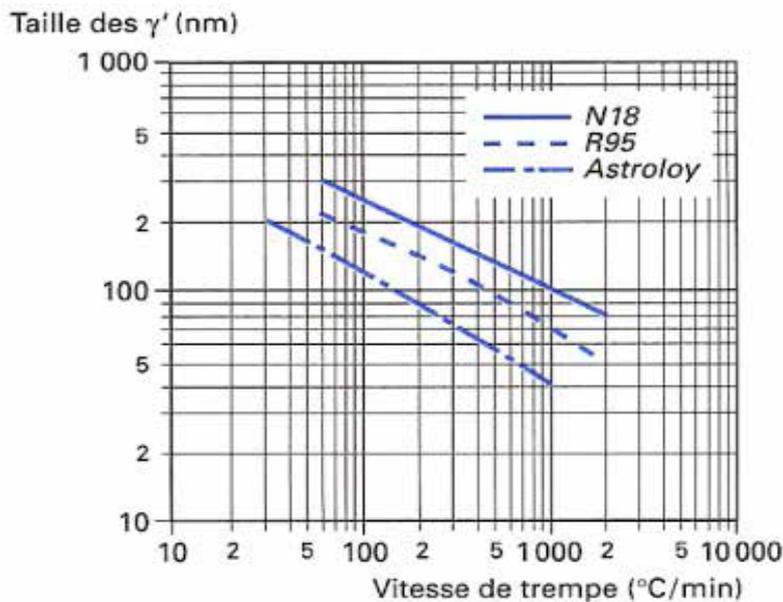


Figure 12 : Influence de la vitesse de trempe sur la taille des précipités γ' des superalliages élaborés par Mdp [15].

4. Mode de durcissement des superalliages à base nickel

Les différents modes de durcissement des superalliages à base nickel sont :

4.1 Durcissement de la solution solide solide γ

Le durcissement en solution solide de la matrice γ est principalement assuré par le chrome, le molybdène, et le cobalt qui se distribuent préférentiellement dans cette phase, et par le tungstène qui se partage à peu près équitablement entre les phases γ et γ' .

Le durcissement est obtenu dans ce cas par distorsion du réseau cristallin par substitution au nickel d'atomes lourds de grand diamètre présentant de faibles vitesses de diffusion comme le tungstène ou le molybdène. Le carbone en solution solide interstitielle peut aussi γ participer. si les caractéristiques de la phase γ sont légèrement supérieures à celles de la phase γ' à la température ambiante, les travaux de **Beardmore et al** ont montré que la tendance s'inversait quand on augmentait la température [19].

4.2 Durcissement par précipitation des phases durcissantes γ' et γ''

Le durcissement par précipités est le mode de durcissement le plus employé dans les superalliages à base nickel. Il est à la base de la majorité des traitements thermiques de ces alliages. La taille, la morphologie et la répartition des précipités pour une fraction volumique donnée, vont conditionner les propriétés mécaniques, particulièrement la limite d'élasticité, la résistance à 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 (solvus γ'), de la vitesse de refroidissement en début de la mise en solution et l'organisation des niveaux de température et de la durée des traitements de précipitation.

Les conditions de précipitation de Ni_3Al dans le cas simple de l'alliage Ni-Al découlent du diagramme d'équilibre (figure 13) établi de 1937 à 1954 en particulier par Taylor.

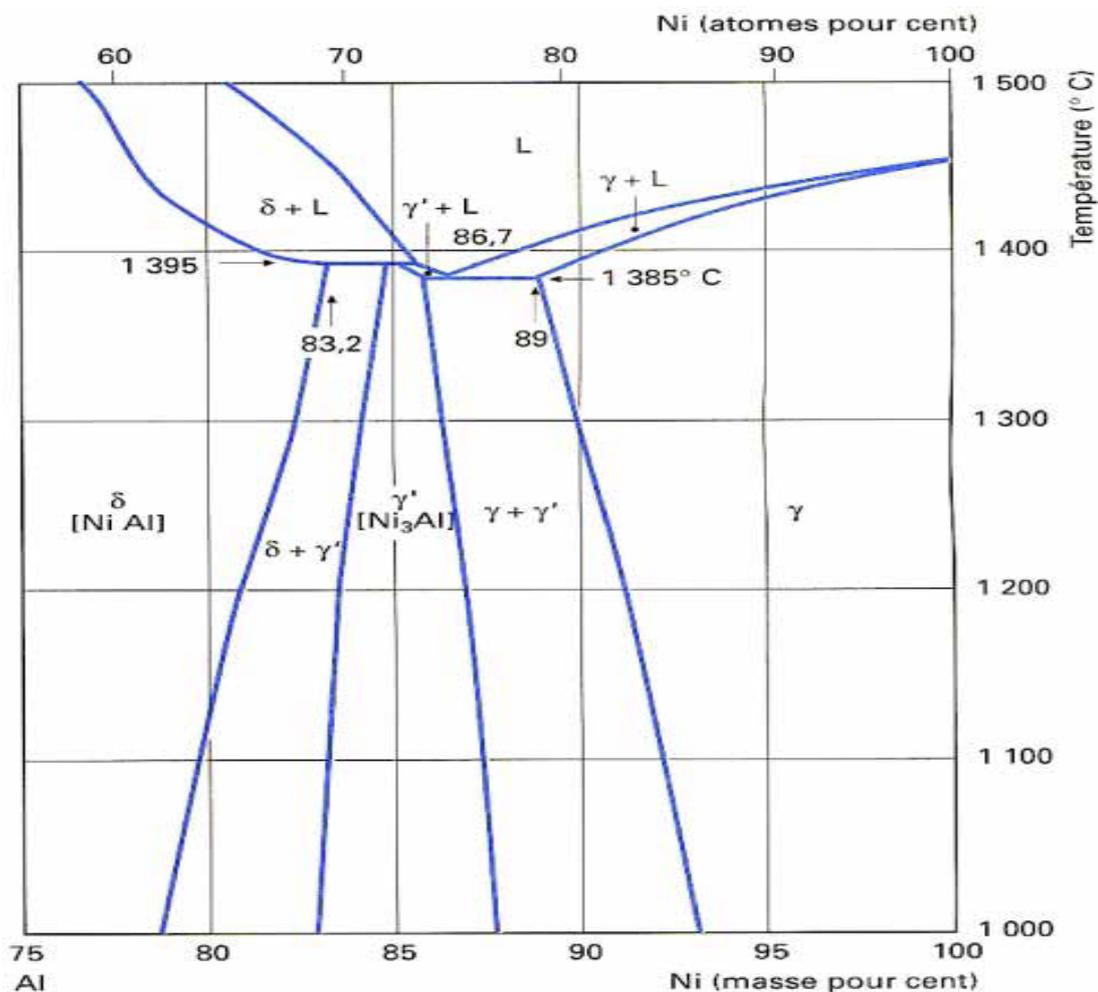


Figure 13 : Diagramme d'équilibre de l'alliage Ni-Al [21].

Les précipités γ' consiste en trois types de précipités (figure 14), Les précipités γ' primaires, les précipités γ' secondaires et les précipités γ' tertiaires. Les précipités γ' primaires n'ont aucun rôle direct sur le durcissement. Ils jouent un rôle indirect sur le contrôle de la taille de grain et de la quantité de précipités γ' secondaires et tertiaires.

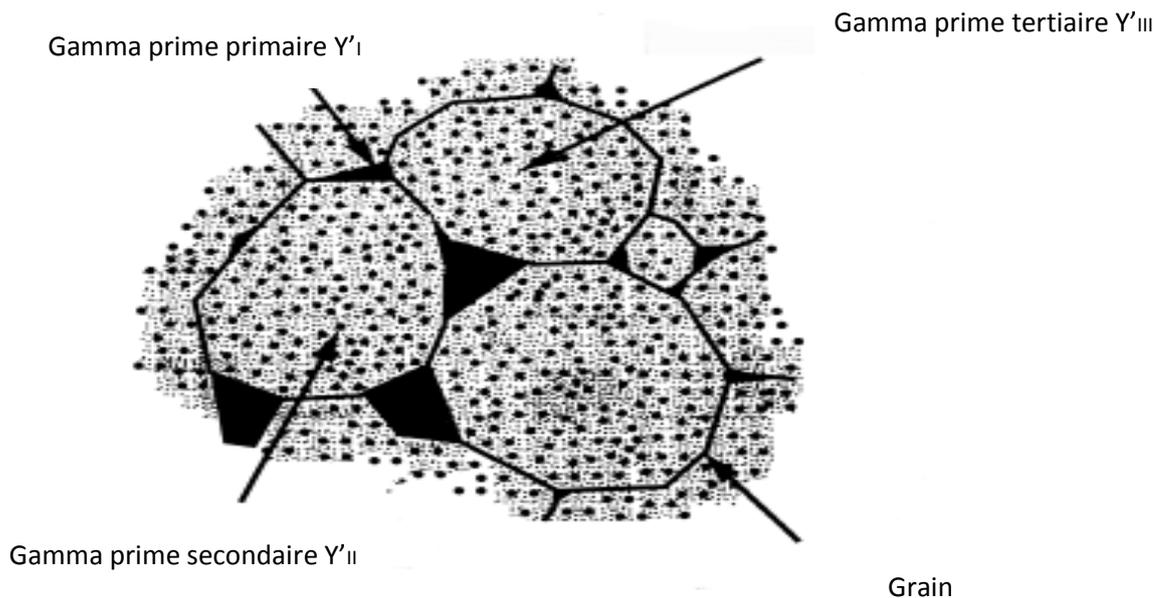


Figure 14 : schéma de la microstructure de la phase γ' de superalliage à base de nickel [22].

4.3 Durcissement par précipitation des carbures de Cr, Mo, W et Ti

La présence des carbures dans les joints de grains améliore les propriétés mécaniques de superalliages (les carbures de chrome étant les plus efficaces), ils jouent un rôle de barrière contre les efforts de cisaillement transmis par une matrice efficacement durcie par les phases γ' et γ'' .

Les carbures primaires MC se forment au voisinage de point de fusion et en particulier lors de solidification de superalliage. Par contre les carbures secondaires $M_{23}C_6$ qui jouent un rôle très important dans la résistance au fluage, sont obtenus par des traitements thermiques de vieillissement.

5. Le rôle des éléments d'alliages dans les superalliages à base de nickel

Dans les superalliages, la solution solide gamma (γ) peut être renforcée par des éléments d'addition. En effet cette phase admet beaucoup d'éléments en solution, solide tel que le molybdène, le tungstène, le chrome, le cobalt, et aussi le rhénium. Le molybdène, le tungstène et le rhénium durcissent la solution solide gamma (γ). Le cobalt renforce légèrement la phase gamma (γ), mais il réduit surtout la solubilité de l'aluminium dans la matrice γ , augmentant ainsi la température de solvus de γ' -Ni₃Al.

La présence d'Aluminium est essentielle à la résistance à l'oxydation à haute température par formation d'une couche d'Alumine Al₂O₃. Il a aussi un rôle à la formation de la phase γ' . Le chrome aussi par la formation en surface des oxydes de chrome Cr₂O₃ participe aussi essentiellement à la protection contre l'oxydation et la corrosion. Il forme aussi les carbures M₂₃C₆. Le fer en substitution partielle de nickel dans les superalliages permet de réduire les coûts sans modifier les propriétés mécaniques. Le titane et le tantale durcissent et stabilisent la phase γ' dans le domaine

de température entre 760°C et 1100°C. Le carbone conduit à la formation des carbures dont certaines sont riches en titane ou en tungstène.

Le molybdène, le bore, le carbone, le hafnium et le zirconium renforcent les joints de grains à haute température. Le niobium apporte une précipitation d'une phase durcissante gamma seconde γ'' , et aussi bien la phase delta δ (Ni_3Nb) stable et non durcissante. La présence d'un taux relativement important de niobium ($\geq 5\%$) avec une faible teneur respectivement en Al (0,2 – 0.8 %) et en titane (0,65 - 1.15%) favorise l'apparition de la phase gamma seconde métastable (Ni_3Nb) γ'' [23]. Le Tableau 3 présente les principaux éléments rencontrés dans les superalliages.

<i>Elément</i>	<i>Effets positifs recherchés</i>	<i>Effets négatifs</i>
Cr	Renforcement de la phase γ , améliore la résistance à la corrosion à chaud et à l'oxydation, formation de carbures M23C6	Formation de carbures M23C6, favorise la formation de TCP
Mo	Renforcement de la phase γ , formation de carbures M6C et MC	Formation de carbures M6C et MC, augmente la densité
W	Renforcement de la phase γ	Favorise la formation de TCP, augmente la densité
Ta	Renforcement de la phase γ' , améliore la résistance à l'oxydation, formation de carbures MC	Formation de carbures MC, augmente la densité
Ti	Renforcement de la phase γ' , formation de carbures MC	Formation de carbures MC
Al	Précipitation de la phase γ' , améliore la résistance à l'oxydation	/
Nb, V	Renforcement de la phase γ' , formation de carbures MC	Formation de carbures MC
Co	Renforcement de la phase γ , augmente le solidus et peut augmenter ou diminuer le solvus	/
Re	Renforcement de la phase γ , ralentit la déstabilisation de la structure γ/γ'	Augmente la densité
C	Formation de carbures	Formation de carbures
B, Zr	Améliore la résistance et la ductilité des joints de grains, inhibant la croissance des carbures	/

Tableau 3 : Effets des principaux éléments d'alliages dans les superalliages à base de nickel [15].

5.1. Influence des éléments gamma-gènes sur le durcissement par solution solide des superalliages à base de nickel

Les éléments gamma- γ gène comme le niobium, le chrome, le molybdène, l'aluminium et le titane sont des éléments chimiques indispensables dans les superalliages, car ils sont les principaux responsables de la tenue mécanique des superalliages à basses du nickel à hautes températures. Leurs premières implications dans le comportement de

ces alliages sont le renforcement de la matrice par solution solide. Comme le tableau 3 laisse supposer, le volume de ces atomes venant en substitution d'atomes de Ni distord la maille CFC de la matrice. L'effet stérique n'est pas le seul facteur responsable du durcissement en solution solide, le degré d'oxydation (valence) doit également être pris en compte.

	Ni	Nb	Al	Ti	Cr	Mo
Masse volumique (g/cm ³)	8.9	8.4	2.69	4.51	7.51	10.2
Rayon atomique pm	162	208	182	200	185	201
Température de la solubilité maximale °C	-	1270	1385	1287	1345	1315
limite de solubilité % atomique à la température de solubilité maximale	-	14	21	15	50	27

Tableau 4 : Quelques propriétés physiques du Ni et des éléments métalliques en substitution dans le Ni (CFC).

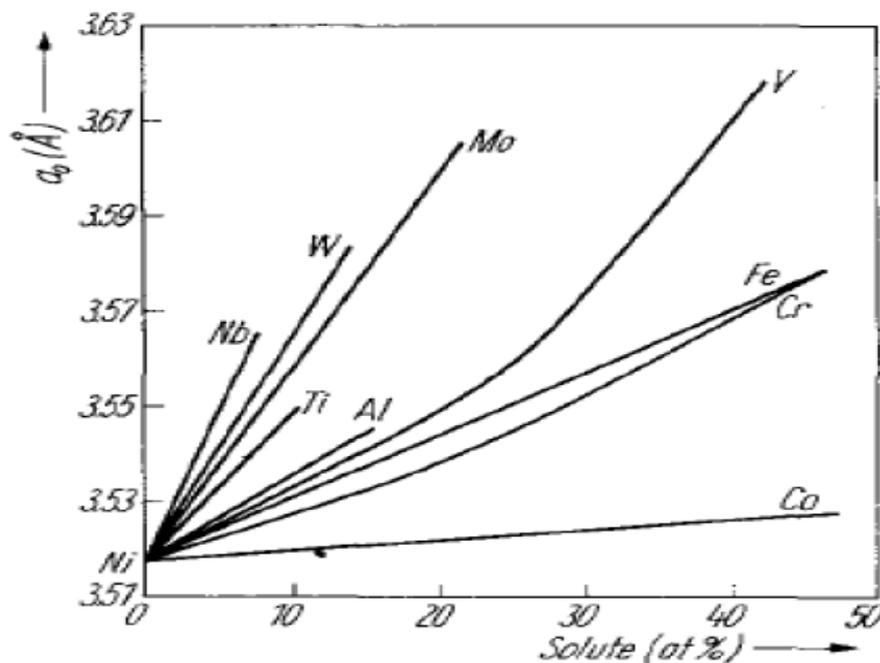


Figure 15 : Evolution du paramètre de maille de la matrice austénitique de Ni en fonction de la solubilité de différents éléments d'alliage [20].

La Figure 15 représente l'évolution du paramètre de maille de l'austénite de nickel en fonction de l'ajout d'élément d'alliage en solution. Des atomes tels que le Nb, le Mo... font varier très rapidement ce paramètre et sont plus ou moins solubles (Tableau 4 et Figure 15), tandis que le Co ne le fait évoluer que peu par rapport aux teneurs en solution qu'il peut atteindre. A cette figure, il est possible d'ajouter à titre d'exemple les travaux de Guo *et al* qui ont montré que dans un alliage Ni-20Cr, le paramètre de maille de la matrice évoluait de 0,3563 nm avec 0% en poids de Nb à 0,3571 nm lorsqu'on

ajoute 2,46% en poids de Nb. Cette évolution du paramètre s'accompagne d'un accroissement de la limite d'élasticité d'environ 44MPa sur un total de 750MPa [20].

6. Le rôle de la phase gamma prime γ' dans le superalliage à base de nickel

De nombreux travaux ont été effectués sur le rôle des deux phases. Les premiers à s'être intéressés à leurs caractéristiques mécaniques sont Copley et Kear (1967) puis Beardmore *et al.* (1969) qui ont montré que les caractéristiques mécaniques de la phase γ sont légèrement supérieures à celles de γ' , et que la tendance s'inverse quand la température augmente. Ceci est illustré sur le graphique de la figure 16 qui représente la variation de la limite élastique à 0,2 % de déformation en fonction de la température pour la phase γ isolée, la phase γ' isolée et différentes fractions volumiques de phase γ' d'un superalliage Ni-Cr-Al (Beardmore *et al.* 1969).

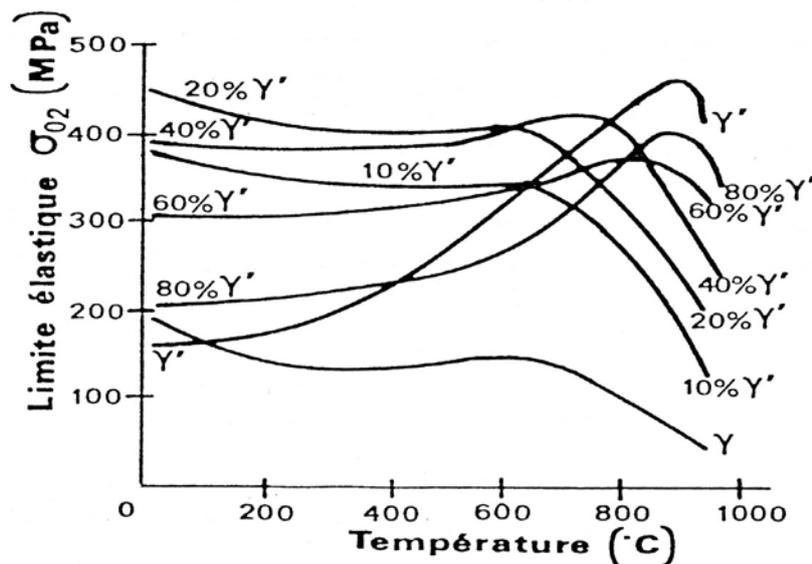


Figure 16 : Variation de la limite élastique à 0,2 % de déformation pour différentes phases d'alliages Ni-Cr-Al d'après Beardmore et al. (1969) [22].

Cette figure montre que le rôle de la phase γ' est d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau biphasé. Le pic de limite élastique du superalliage augmente avec la fraction volumique de γ' et tend vers celui de la phase γ' isolée. Cependant, pour obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques du matériau, il ne faut pas seulement ajuster la fraction volumique des particules γ' , mais il faut également tenir compte de leur taille et du désaccord paramétrique entre les deux phases. En effet, en étudiant des monocristaux de PWA 1480, Shah et Duhl (1984) ont montré que pour une taille de précipités faible, le comportement du superalliage s'identifie à celui d'alliages contenant 50 % des deux phases alors que pour des tailles plus grandes, il est proche de celui de la phase γ' seule. Ainsi, on cherche en général à optimiser ces trois paramètres en jouant notamment sur les conditions d'élaboration et de traitement thermique [22].

CHAPITRE 3: Matériaux et méthodes expérimentales

1. Introduction

Les aubes de turbine à gaz sont utilisées à des températures élevées parfois dépassant les 900°C sous chargement important dû à leur vitesse de rotation (de l'ordre 44730tr/minute), et dans un environnement agressif à cause de combustible (gasoil, kérosène, etc.) .Le refroidissement des aubes est assuré par l'air comprimé à 8 bars environ.

Donc pour garantir une durée de vie acceptable pour les aubes, leurs matériaux constitutifs doivent donc présenter les propriétés suivantes :

- Une résistance au fluage à haute température.
- Une tenue à la fatigue thermomécanique.
- Une bonne résistance à l'oxydation et la corrosion.

Le but de notre travail est d'évaluer l'effet de l'exposition thermique après une longue durée en service sur les propriétés des matériaux et d'enquêter sur la corrélation entre les changements de microstructure et le comportement mécanique des alliages constituant les aubes de turbine à gaz. Pour ce faire, on a procédé à :

Une analyse chimique du matériau étudié et à leurs caractérisations microstructurale et mécanique à son état de réception après 50000h de services.

On suite, on subit à des échantillons découpés à partir des aubes, un traitement de mise en solution à différentes températures, puis un traitement de revenu. Pour étudier le comportement microstructurale au cours de ces traitements, des observations métallographiques ont été réalisées sur des échantillons en utilisant la MO et MEB, à fin d'évaluer la morphologie et la taille de grain, ainsi révéler la présence des précipités de seconde phase. La microanalyse par EDS complète l'étude par la caractérisation de la concentration des éléments dans ces précipités inter et intragranulaire.

Le comportement de croissance des grains due à l'exposition à long terme aux conditions de mise en service a été étudié par mesure de la taille des grains des échantillons. Les renseignements fournis par les observations micrographiques optiques et électroniques ont complété par la diffraction des rayons X et les mesures de la microdureté.

2. Mise au point du matériau étudié

Le matériau utilisé au cours de cette étude nous a été fourni par la société nationale de l'électricité et du gaz (SONELGAZ), sous forme des aubes, usagée une aube de chaque étage (figure 17).



Figure 17: Les aubes de turbine à gaz TG 9D2 (usagée)

2.1. Découpe et repérage des échantillons

Afin de procéder à une caractérisation, les aubes sont découpées par un disque de tronçonnage sous lubrifiant (l'eau), pour le prélèvement de plusieurs échantillons de chaque étage de la turbine (figure 18).



Figure 18 : photographie de l'aube après découpe pour l'étude expérimentale.

On a numéroté les échantillons de chaque aube selon leur étage (figure 19) :

Ech 1 : aube de premier étage où la température est très élevée (La sortie de la chambre de combustion). puis diminuée de l'étage à l'autre.

Ech 2 : aube de deuxième étage.
Ech 3 : aube de troisième étage.
Ech 4 : aube de quatrième étage.

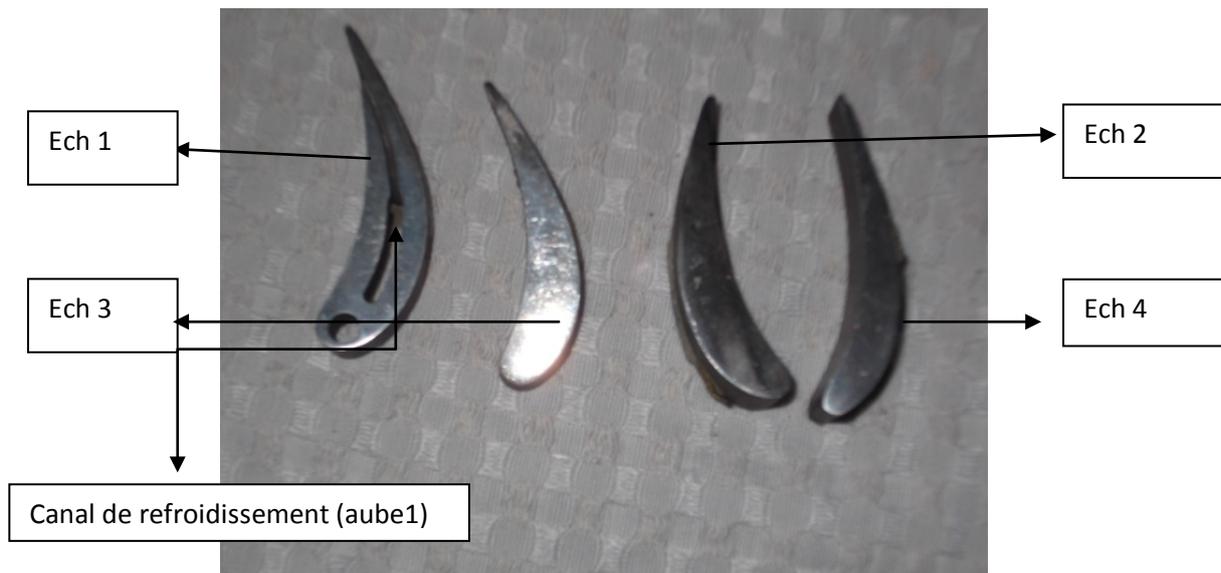


Figure 19 : Echantillonnage des aubes de la turbine.

3. Analyse de la composition chimique

L'analyse chimique de l'alliage a été effectuée au laboratoire métallurgie et chimie du la société industriel SNVI, par la méthode comparative, sur des copeaux des échantillons 1 et 4 des aubes de première et du quatrième étage respectivement, comme est illustré sur la figure 20.

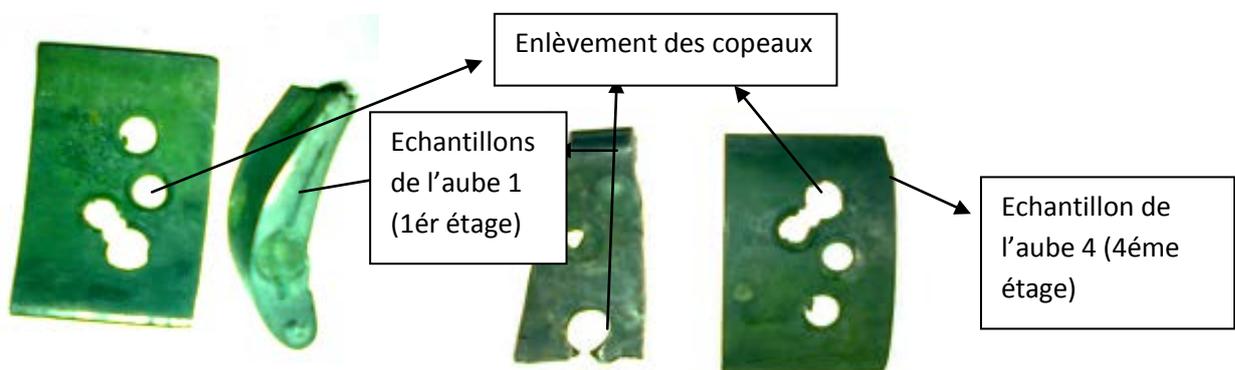


Figure 20 : Enlèvement des copeaux pour l'analyse chimique (aube 1 et aube 4).

La composition moyenne de chaque aube analysée est reportée dans le tableau 1 en pourcentage massique:

Element chimique	Aube 1 (% poids)	Aube 4 (% poids)
C	0,218	0,078
Al	2,66	01.94
Ti	2,76	02.15
Nb	0,96	-
Mo	2,59	0,01
V	0,08	0,1
Cr	16,25	21,49
w	4,98	-
Ni	59,76	72,2
Fe	0,19	1
Co	8,74	0,5
Ta	0,34	
Cu	0,47	0,03
Si	-	0,5

Tableau 5 : composition chimique de l'alliage en poids.

4. Traitement thermique

Afin d'étudier l'influence de la température de traitement et le temps du maintien sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques des alliages constituant les aubes, une série de traitements thermiques a été effectuée. Elle consiste d'une part à un traitement de mise en solution aux différentes températures, pendant différents temps de maintien, suivi d'un refroidissement à l'air libre, d'autre part à un traitement de revenu (précipitation) étagée. La principale vérification de l'efficacité de ces traitements consiste à observer l'évolution de la microstructure des échantillons et à mesurer les fractions et la taille des précipités des phases durcissantes, dans le but de connaître la distribution correspondant aux meilleures propriétés mécaniques.

4.1. Traitement de mise en solution

L'objectif de ce traitement est de dissoudre, partiellement ou totalement les précipités γ' (ou γ'') et les autres précipités qui peuvent exister contenus dans les superalliages en jouant sur la température et la durée du traitement. Pour ce faire, on a fait subir aux échantillons des aubes 1 et 4 un traitement de mise en solution aux différentes températures : 960°C, 980°C, 1050°C, 1100°C, et 1190°C, pendant un temps de maintien de 1h, 1h30 et 2h, suivi d'un refroidissement à l'air, comme illustré sur la figure 21.

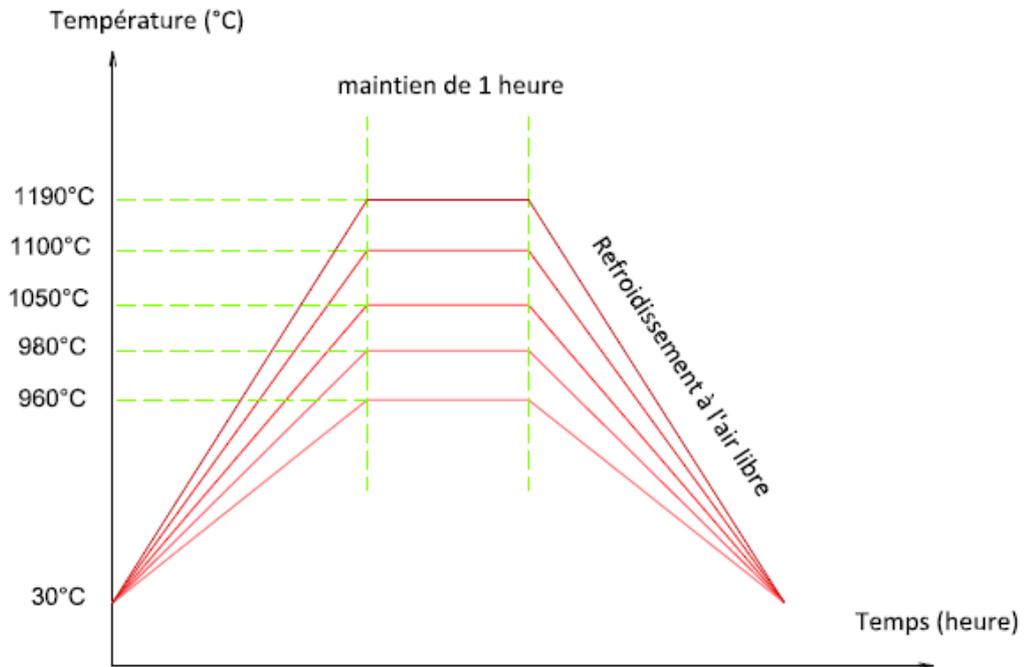


Figure 21 : Schéma de traitement de mise en solution des échantillons de l'aube 1et 4 à différentes températures pour un maintien d'une heure.

4.2. Traitement de revenu (précipitation)

Les traitements de revenu ont pour but de précipiter le maximum de fraction volumique de phases durcissantes et d'optimiser leurs morphologies. L'objectif est bien entendu de maîtriser la précipitation de γ' afin de conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées permettant un usage de longue durée en températures et contraintes élevées. L'augmentation du taux de phase γ' dans le matériau permet en outre d'augmenter ses propriétés mécaniques, en particulier sa tenue au fluage. Ces traitements interviennent à la suite du traitement thermique de mise en solution. Le fait que le traitement thermique de vieillissement soit effectué à la même température que la température d'utilisation des pièces aboutit à une microstructure qui continue à évoluer.

Pour cela on étudie l'influence de la température de traitement sur la taille et la fraction volumique des phases durcissantes, ce qui nous permet d'optimiser leur morphologie et leur distribution les plus efficaces, en regard des objectifs souhaités en termes de propriétés d'usage. Pour cela, les échantillons de l'aube 1et 4, qui ont subi le traitement de mise en solution à la température 1050°C, sont suivis de deux traitements de revenu respectifs aux températures 720°C et 620° pendant 4 heures chacun. Le refroidissement entre ces deux températures se fait dans le four, comme montré la figure 22.

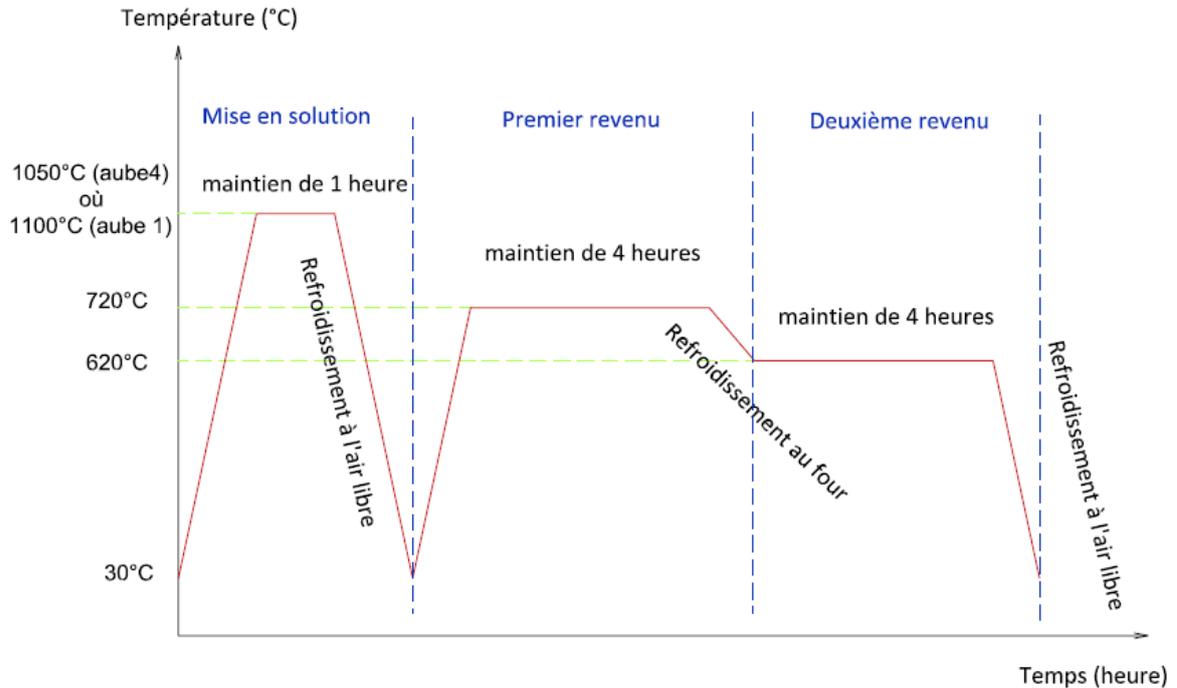


Figure 22 : Schéma de traitement de mise en solution à 1050°C suivi de deux de revenu à 720°C et 620°C respectivement des échantillons de l'aube 1 et 4.

Les traitements thermiques sont effectués au sein du laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) de l'école (ENP), à l'aide d'un four à résistance électrique de marque ControLab qui fonctionne sous air et peut monter jusqu'à une température de 1200°C. Les échantillons sont posés au four à la température ambiante avant de démarrer le chauffage. A la fin de traitement thermique, les échantillons sont refroidis à l'air libre.

5. Techniques d'analyse

Afin de caractériser la microstructure et identifier les phases et les précipités présents dans l'alliage à l'état de réception ou après traitements thermiques, plusieurs techniques de caractérisation essentielles ont été utilisées au cours de ce travail, ce qui nous a permis d'étudier l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques en fonction de la température au cours des traitements de mise en solution et de revenu. Ces techniques sont :

- Analyse métallographique par microscope optique MO
- Analyse métallographique et micro-analyse EDS par microscope électronique à balayage MEB
- Analyse des phases par diffraction des rayons X DRX
- Caractérisation mécanique par l'essai de microdureté.

5.1. Analyse métallographique par microscope optique MO

L'observation par microscope optique nous permet de caractériser la microstructure au sein de l'alliage dans son état de réception et d'analyser son évolution lors du traitement de mise en solution et de revenu. Ainsi d'évaluer les variations des tailles des grains en fonction de la microdureté et de température de traitement.

L'observation est effectuée sur des échantillons qui sont d'abord polis mécaniquement au papier abrasif de carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 1200. La préparation se poursuit par un polissage avec une suspension diamantée de granulométrie 1 μm , jusqu'à disparition des rayures. Les échantillons sont ensuite attaqués avec plusieurs solutions chimiques de manière à révéler la microstructure.

L'observation métallographique a été effectuée au niveau du laboratoire LSGM (Laboratoire de sciences et génie des matériaux) à l'Ecole Nationale Supérieure Polytechnique. L'appareillage utilisé est un microscope optique de marque Olympus couplé avec une camera numérique qui est reliée à un micro-ordinateur permettant l'acquisition directe d'image par le logiciel Archimed version 5.5.0.

5.2. Observation au MEB et microanalyse chimique des particules EDS

Pour compléter les observations en microscopie optique, nous avons aussi utilisé un microscope électronique à balayage de marque Quanta A600 FEI (figure 23) au sein de Laboratoire de Génie des Matériaux de l'Ecole Militaire Polytechnique. Ce microscope est équipé de trois détecteurs différents :

1-un détecteur pour des électrons secondaires permettant d'obtenir un contraste topologique.

2-un détecteur pour des électrons rétrodiffusés qui est nécessaire pour visualiser les contrastes chimiques.

3- une sonde qui permet d'effectuer une analyse chimique ponctuelle EDS.



Figure 23 : Photo du MEB de marque Quant A600 FEI.

L'observation au MEB, nous a permis de caractériser les précipités de la phase durcissante, et d'étudier la variation de la fractions surfaciques de la phase gamma prime en fonction de la microdureté et de la température de traitement. Ainsi de faire quelques micro-analyses chimiques des particules présentes.

La préparation des échantillons est identique à celle décrite précédemment pour l'observation au microscope optique.

5.3. Traitements et analyse quantitatives des métallographies

5.3.1. Traitement d'image

L'image d'entrée obtenue par MEB ou par MO est une image en niveau de gris (figure 24 a et c). Les modules Visilog d'analyse utilisés dans cette étude nécessitent une image binarisée. Pour ce faire, l'image subit un premier traitement d'ajustement du contraste et de la luminosité afin de distinguer les parties que l'on souhaite séparer lors de la binarisation. L'image est ensuite binarisée avec une fonction seuillage qui définit à partir de quel niveau de gris on différencie matrice et précipités (figure 24 b et d).

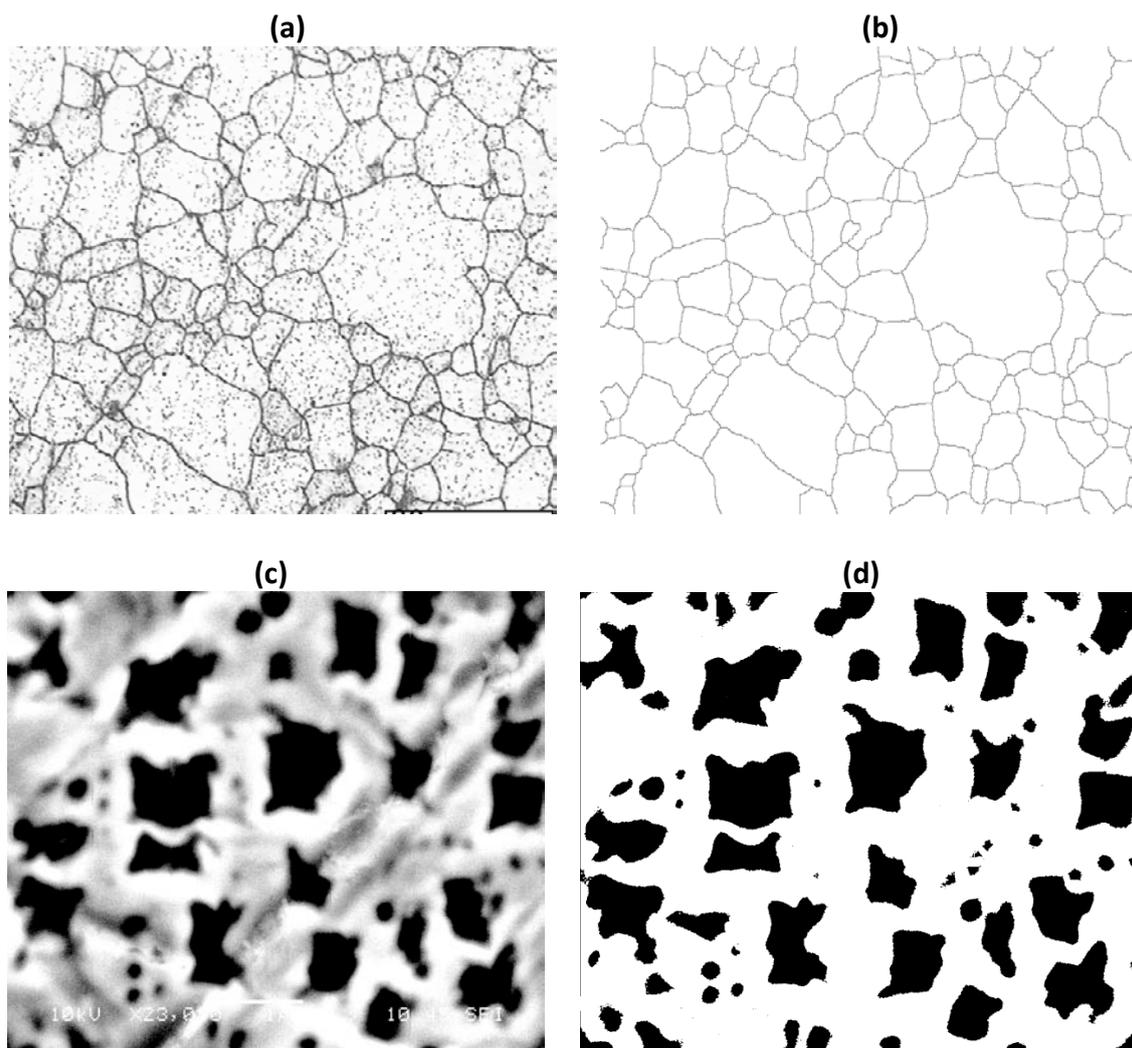


Figure 23 : Exemple de traitement de seuillage sur la structure homogène : image avant traitement (a et c) et après nettoyage et seuillage (b et d).

5.3.2. Analyse quantitative des métallographies

Après le seuillage de l'image par l'outil Photoshop, le logiciel Visilog est utilisé pour calculer une série de données associée à chaque grain pour l'image de MO et à particule noir pour celle de MEB. Telles que la taille de grains et de précipités ainsi la fraction surfacique des phases (taux de phase).

a) Calcul de la distribution de la taille des grains

L'obtention de la taille des grains va nous servir à évaluer l'évolution de la taille moyenne de grain au cours de différents traitements thermiques.

Pour cela, le calcul se fait directement par le logiciel Visilog à partir des images traitées précédemment, après identification des joints de grains (figure 24). Le résultat de calcul est donné dans un histogramme de fréquence qui donne le nombre de grains analysés en fonction de leurs tailles (figure 25).

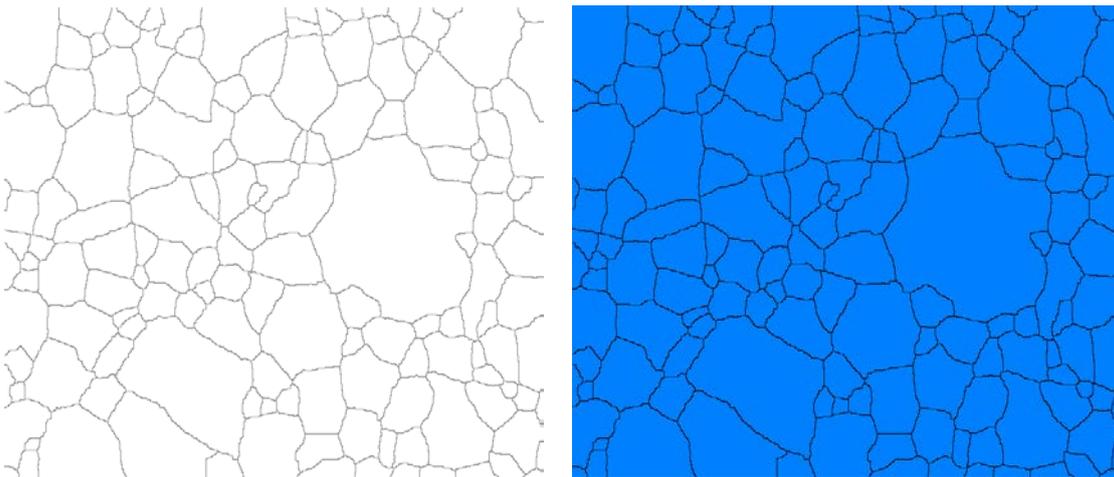


Figure 24 : Calcul de la distribution de la taille des grains des métallographies obtenu par MO à l'aide du macro de logiciel Visilog 6.9.

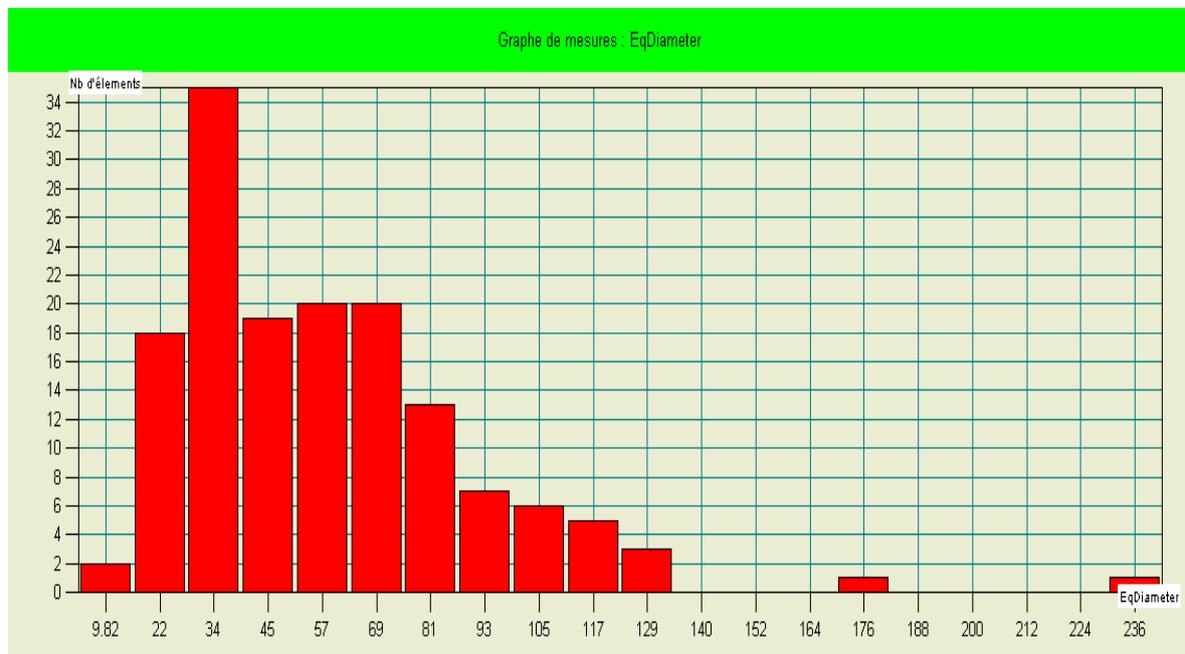


Figure 25 : Histogramme de la distribution de la taille des grains donnée par logiciel Visilog.

b) Calcul de la distribution de la taille des précipités γ'

L'obtention de la taille des précipités γ' va nous servir à évaluer l'évolution de la distribution de la taille des précipités au cours de différents traitements thermiques. Pour cela, le calcul se fait directement par le logiciel Visilog à partir des images traitées précédemment, après identification de différentes particules en présence, les classer selon leur morphologie, en attribuant à chaque forme une couleur spécifique correspondante (figure 26), et enfin estimer leur taille. Le résultat est présenté dans un histogramme de distribution du pourcentage des différentes particules de même morphologie en fonction de leurs diamètres moyens correspondants (figure 27).

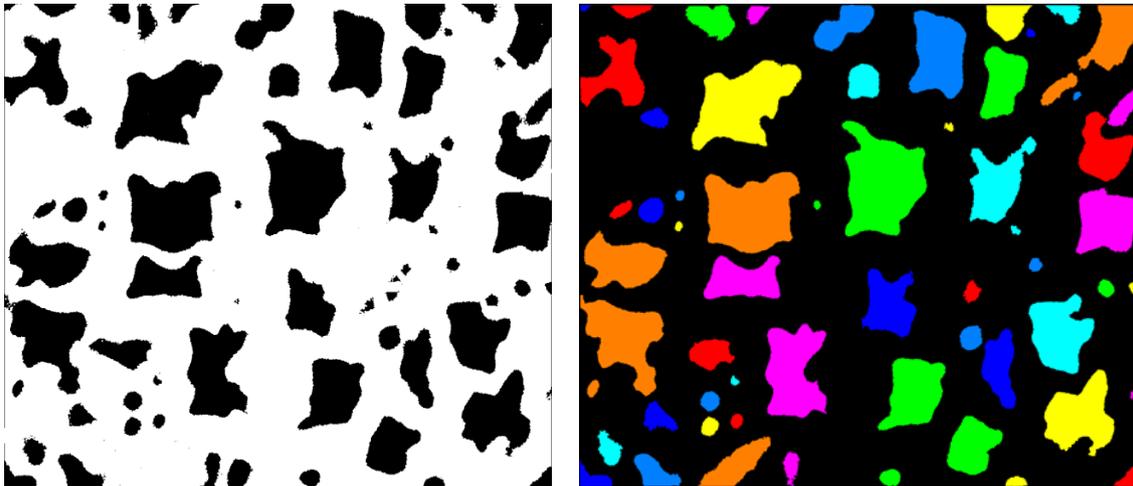


Figure 26 : Calcul de la distribution de la taille des précipités γ' à l'aide de la macro de logiciel Visilog 6.9.

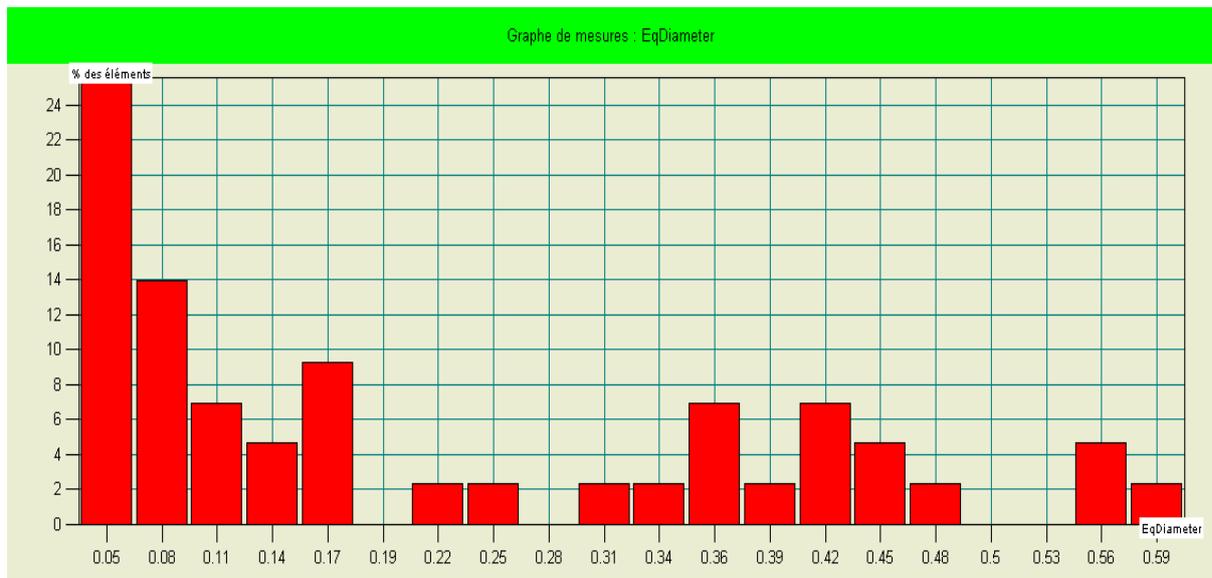


Figure 27 : histogramme de la distribution de la taille des précipités γ' donné pour le logiciel Visilog.

c) Calcul de la fraction surfacique (taux de phase) de la phase durcissante γ'

La phase γ' est responsable de propriétés excellentes de la résistance des superalliages à hautes températures. Par exemple, à cause de l'effet de précipitation de la phase durcissante γ' dans le Nimonic 80A, la température de service peut être augmenté de 620°C dans le (Nimonic 75) [24] à 780°C (Nimonic 80A) [25], pour une durée de vie de 1000h en fluage sous une contrainte de 137 MPa.

Le calcul du taux des précipités γ' se fait toujours par le logiciel Visilog qui repère les différentes phases présente, puis attribue à chaque phase une couleur spécifique (figure 28), pour ensuite évaluer leurs fractions surfaciques. Les résultats sont donnés dans un tableau comme est illustré dans le tableau 6.

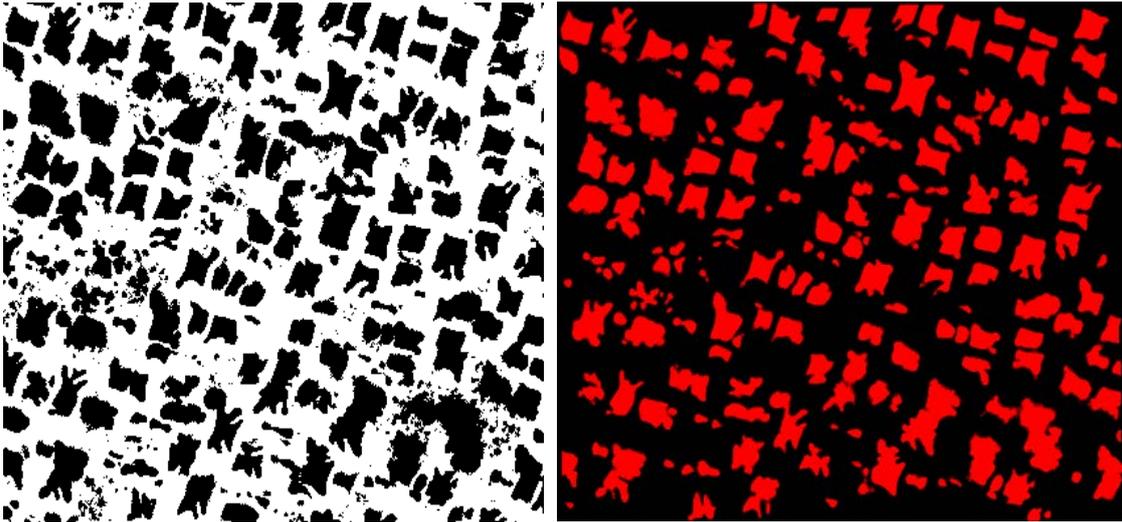


Figure 28 : Calcul de la fraction surfacique de la phase γ' (taux de phase) à l'aide du macro de logiciel Visilog 6.9.

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm	
Surface	Champ =	5,63	μm^2	
Image :	état réception 5 μm x 20000			
Phase 1 :	gamma prime γ'			
Phase 2 :	Matrice gamma γ			
Echantillon :				
Champ	S Ph1 γ' (μm^2)	Taux Ph1 γ' (%)	S Ph2 γ (μm^2)	Taux Ph2 γ' (%)
Champ 1	2,33	41,24	3,33	58,76
Echantillon	2,33	41,24	3,33	58,76

Tableau 6 : Résultat de calcul de la fraction surfacique de la phase γ' (taux de phase) à l'aide de la macro de logiciel Visilog 6.9.

5.4. Analyse des phases par diffraction des rayons X (DRX)

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées à fin d'identifier les phases cristallines présentes dans un matériau, ainsi leurs paramètres caractéristiques, tels que le paramètre de maille, le diamètre moyen des cristallites, texture cristallographique etc. Cette identification est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont due à un empilement des plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans réticulaires est nommé distance réticulaire ou d_{hkl} ou les indices hkl désignent la direction considérée dans le cristal. Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure 29):

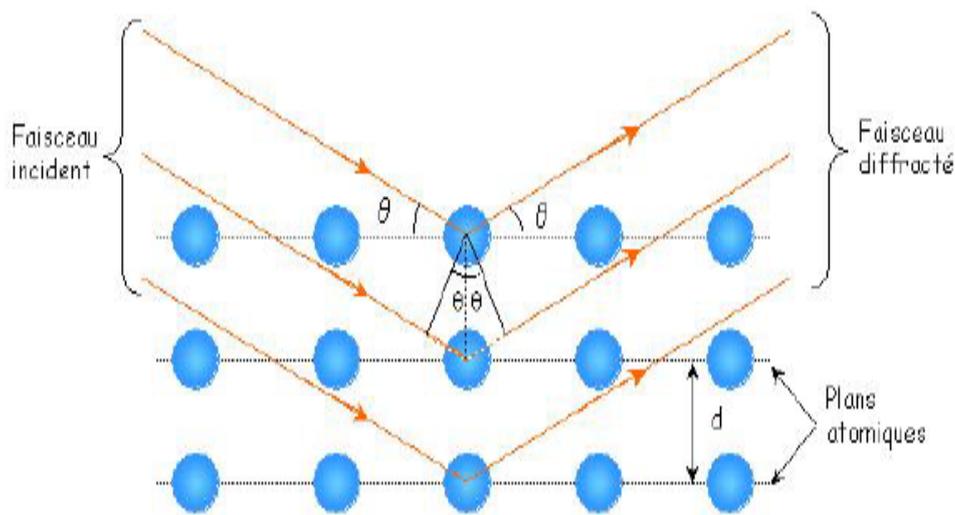


Figure 29: Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg

Si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayon X, on peut mesurer à partir de l'angle θ la distance inter-réticulaire d_{hkl} suivant la loi de Bragg (équation) et ainsi identifier la nature du cristal.

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (1)$$

Où :

- λ : longueur d'onde du faisceau de rayon x
- n : ordre de diffraction
- d_{hkl} : distance entre deux plans réticulaires
- θ : Angle d'incidence de rayon x

La connaissance des positions et la variation de l'intensité des pics permettent l'identification des phases présentes et les textures cristallographiques. Ainsi, le paramètre de maille cristallin a est donné par :

$$a = d \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (2)$$

La relation de Scherrer donne le diamètre moyen D_{hkl} des cristallites dans la direction normale au plan hkl diffractant :

$$D_{hkl} = \frac{k\lambda}{W_t \cos \theta} \quad (3)$$

Avec:

k : Constante de Scherrer, $K \approx 0,9$

λ : Longueur d'onde de la radiation X utilisé (\AA°)

W_t : Largeur du pic à mi-hauteur

θ : Angle du pic de diffraction mesuré (rad).

Dans le présent travail, la diffraction des rayons X est effectuée au Centre de Développement des Technologies Avancées CDTA, sur des échantillons des aubes 1 et 4 à l'état de réception et après les traitements de mise en solution et de revenus, à l'aide d'un diffractomètre de type Brunkers Axs Advanced (figure 30).

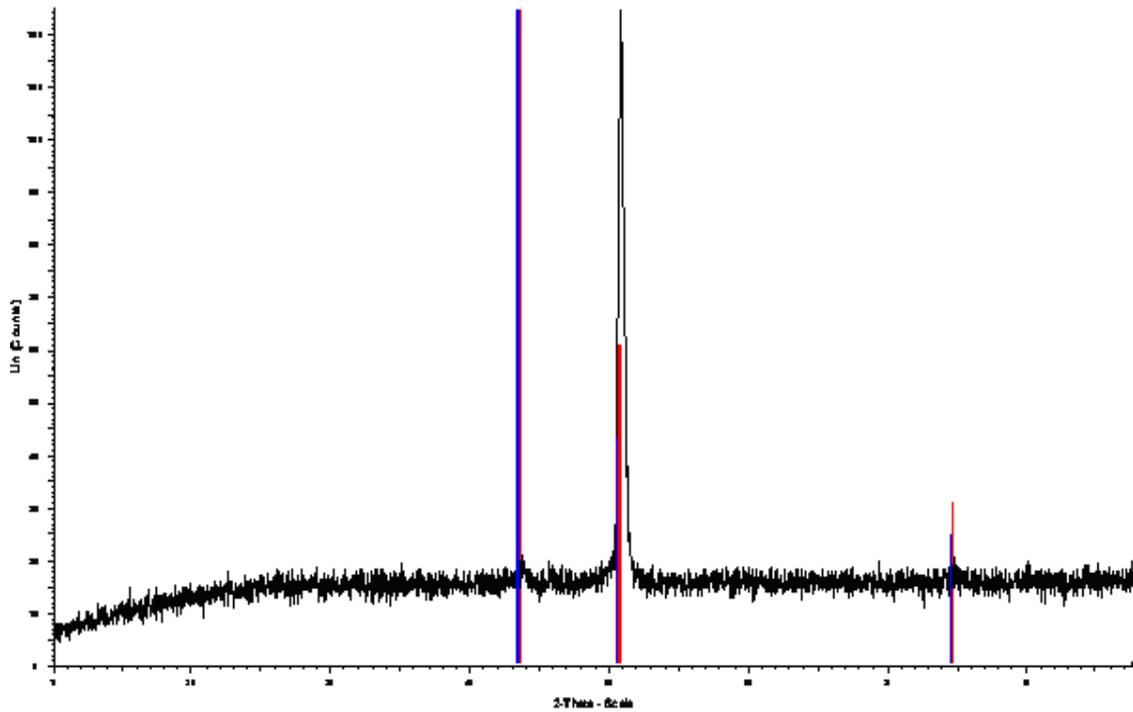


Figure 30 : diffractomètre de type brunkers axs advanced (CDTA).

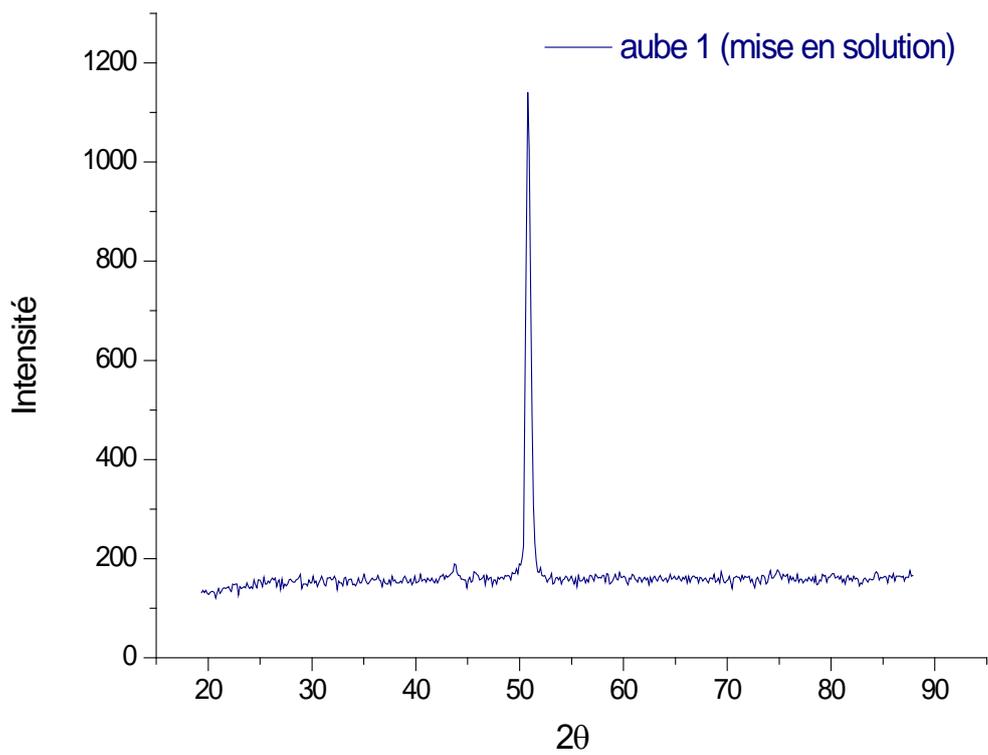
La diffraction a été réalisée en utilisant une anticathode en cuivre d'une radiation $K_{\alpha 1} = 1,54056 \text{ \AA}^\circ$, et un angle d'incidence $\theta = 2,5^\circ$. Les spectres ont été enregistrés dans l'intervalle $5^\circ < 2\theta < 88^\circ$, avec un pas de déplacement de $0,05^\circ$ et de temps de 2s.

Les diagrammes de diffraction des rayons X obtenus, sont traités avec le logiciel OriginPro 8.5 qui permet d'extrapoler les courbes et d'éliminer les bruits de fond, ainsi nous donner les caractéristiques des pics (figure 31), ce qui facilite leurs indexation et l'identification de phases par comparaison aux fiches de la base de données JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pour indexer les pics de diffraction.

a) Diffractogramme expérimentale



b) Ouverture de diffractogramme dans le logiciel OriginLab



c) Analyse et traitement de diffractogramme à l'aide du logiciel OriginLab

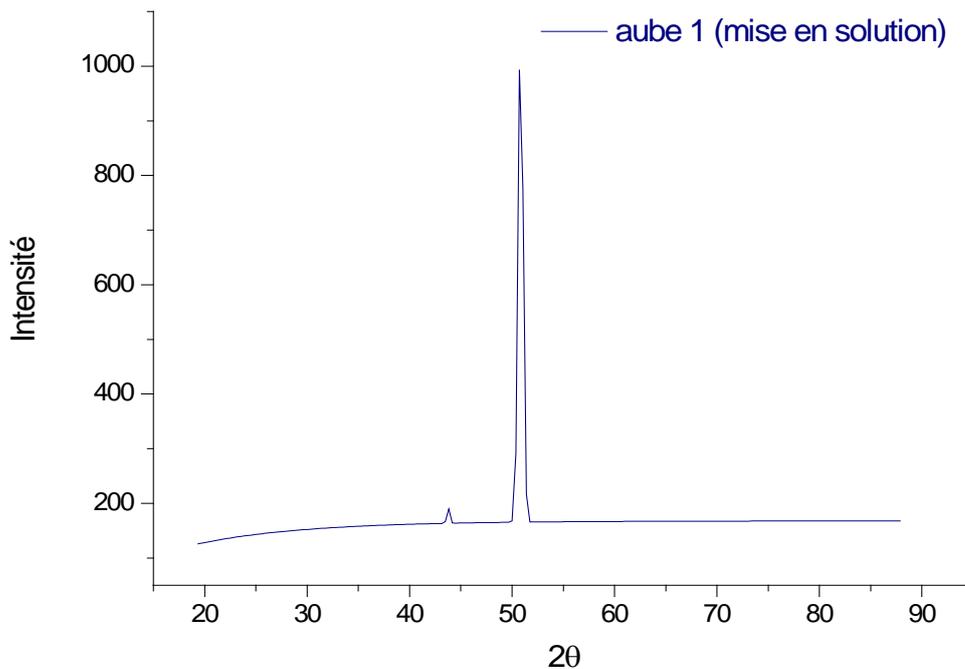


Figure 31 : Analyse des diffractogrammes par le logiciel OriginLab,

5.5. Caractérisation mécanique par essai microdureté (VICKERS)

L'essai de la microdureté est l'une des techniques pour caractériser les cinétiques de durcissement structurale dans l'alliage. Il consiste à créer une empreinte sur une pièce par un pénétrateur soumis à une force d'appui déterminée. Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est 136° . L'empreinte formée est donc pyramidale, voir la figure 32 :

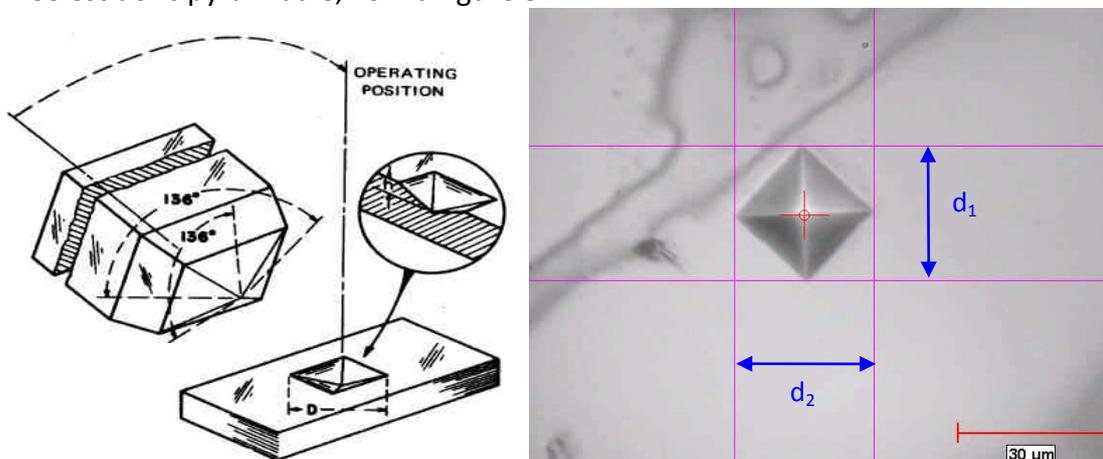


Figure 32 : Principe de l'essai de microdureté Vickers

Si S_e est la surface latérale de cette empreinte (exprimée en mm^2), d_{em} sa diagonale en mm et F la force appliquée en Kgf, la dureté est alors donnée par :

$$H_v = \frac{\text{Force appliquée (Kgf)}}{\text{Aire d'empreinte (mm}^2\text{)}} \quad (4)$$

$$H_v = \frac{F}{S_e} = \frac{2F \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d_{em}^2}$$

$$H_v = 1.8544 \frac{F}{d_{em}^2} \quad (5)$$

Les essais sont réalisés au Laboratoire de Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique, en utilisant un micromètre de marque Olympus à pénétration Vickers, en appliquant une charge de 500 kgf et un temps de pénétration de 15 s.

Les essais sont effectués sur des échantillons polis mécaniquement au papier abrasif de carbure de silicium jusqu'à la granulométrie 1200. Les mesures sont prises sur des échantillons du matériau étudié à son état de réception, après le traitement de mise en solution et après le traitement de revenu. Une moyenne de six mesures a été effectuée lors de chaque essai.

CHAPITRE 4: Résultats et interprétations

1. Caractérisation du matériau à l'état de réception

1.1. Analyse chimique et identification des alliages des aubes

L'analyse de la composition chimique des matériaux étudiés, ainsi que les compositions de deux superalliages données par la compagnie internationale de nickel INC (voir annexe 1), sont présentées sur le tableau 6:

Element chimique	Aube 1 (% poids)	Aube 4 (% poids)	Inconel 738 (coulé)	Nimonic 80A (forgé)
C	0,218	0,078	0,15 - 0,2	0,04 - 0,1
Al	2,66	1,94	3,2 - 3,7	1 - 1,8
Ti	2,76	2,15	3,2 - 3,7	2,1 - 2,7
Nb	0,96	-	0,6 - 1,1	-
Mo	2,59	0,01	1,5 - 2	-
V	0,08	0,1		-
Cr	16,25	21,49	15,7 - 16,3	19 - 21
w	4,98	-	2,4 - 2,8	-
Ni	59,76	72,2	balance	balance
Fe	0,19	1	0,05 max	0 - 1,5
Co	8,74	0,5	8 - 9	0 - 1
Ta	0,34		1,5 - 2	-
Cu	0,47	0,03	-	0 - 0,2
Si	-	0,5	-	0 - 1
Ti + Al	5,42	4,09	> 6 %	> 3 %
Ti / Al	1,0376	1,108	1,3 - 2,4	

Tableau 6 : Composition chimique de l'alliage des aubes 1 et 4, et des superalliages Inconel 738 et Nimonic 80A, en poids.

En comparant les pourcentages massiques des éléments trouvés avec d'autres alliages donnés par la compagnie internationale de nickel INC (Annexe 1), on constate que l'aube 1 est constitué d'un superalliage à base du nickel dénommé **Inconel 738**, et que l'aube 2 est un superalliage à base du nickel surnommé **Nimonic 80A**.

Le tableau 6 nous montre la diversité des éléments chimiques ou le nickel est le constituant du base de nos alliages, plus de 59 % pour l'aube 1 (Inconel 738) et plus 72 % pour l'aube 4 (Nimonic 80A), d'où l'appartenance à la famille superalliage base nickel. Cet élément donne aux matériaux de la stabilité à haute température. La présence du chrome pour une teneur relativement élevée 16,25 % pour l'aube 1 (Inconel 738) et

21,49 % pour l'aube 4 (Nimonic 80A), assure à l'alliage une bonne résistance à la corrosion à chaud, car il favorise la formation d'une couche protectrice de Cr_2O_3 dans le domaine de températures 600°C-950°C concerné par ce type d'agression. Il participe aussi au durcissement en solution solide, par distorsion du réseau où alors en forment des carbures MC [26]. Ces deux éléments confèrent aux aubes la bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température.

Remarquons que la teneur en chrome est inférieure dans l'aube 1 (Inconel 738), et cela malgré que la température du service de l'aube 1 qui est de 850°C est supérieure à celle de l'aube 4 (Nimonic 80A) qui est inférieure à 530°C, car il s'est avéré que cette élément a tendance à former à haute température les phases fragilisants TCP, qui diminuent les propriétés mécaniques du alliage, et peuvent être des sites d'initiation et des chemins de propagation des fissures [15]. La faible teneur en chrome dans l'aube 1 par rapport à celle de l'aube 4, est compensée par une teneur relativement élevée du Co (8,74 %). Cet élément qui se partage assez équitablement entre les phases γ et γ' , renforce légèrement la matrice, mais, il réduit surtout la solubilité de l'aluminium dans celle ci, augmentant ainsi la température de solvus de γ' -Ni₃Al, et la capacité de l'alliage à former la phase durcissante γ' , ce qui apporte un effet favorable à la résistance en fluage. En effet, des travaux ultérieurs d'autre auteurs, ont trouvé que l'alliage Nimonic 80A qui ne contient pas de cobalt, atteint en fluage-rupture à 760°C, une durée de vie de 1000h sous une contrainte de 160MPa, alors que le Nimonic 90 contenant 16,5% de cobalt, la contrainte nécessaire pour obtenir à la même température, la même durée de vie, est égale à 205 MPa [8]. Ce qui fait de l'aube 1 (Inconel) un superalliage plus résistante en fluage par rapport à l'aube (Nimonic 80 A).

En générale le mode de renforcement majeur dans les superalliages, est dû à la précipitation cohérente de la phase γ' [8]. Cette phase durcissante, est obtenue par l'addition d'Al et du Ti [27]. Ce dernier permet également la formation de carbures de type TiC [8], alors que l'aluminium joue aussi, un rôle important vis-à-vis de la résistance à l'oxydation, puisqu'il favorise la formation d'une couche protectrice d'alumine Al_2O_3 à la surface du superalliage.

Ainsi évoqué précédemment, l'Inconel 738 et le Nimonic 801 possèdent des pourcentages en aluminium et en titane tous les deux supérieures à 3 % (Ti+Al=5,42 % pour l'aube 1 et Ti+Al=4,09% pour l'aube 4) et de rapport Ti/Al moyen, voisin de 1. Ces teneurs relativement élevées en éléments durcissants les font entrer dans la catégorie des superalliages base nickel, mais difficilement soudable, avec une meilleure soudabilité de l'aube 4(Nimonic 80A) par rapport à celle de l'aube 1 (Inconel 738) [7]. Remarquons d'après le tableau1, que les teneurs de ces éléments dans l'aube 1 (Inconel 738) sont légèrement inférieures aux teneurs minimales requise pour l'Inconel 738, on pense que cela est dû à la diffusion des ces éléments vers le revêtement à la surface, après longue durée de mise en service à haute température , ce qui provoque la redistribution des teneurs des éléments chimiques, et puisque ce revêtement est éliminé lors de polissage, on aura donc une légère variation de teneur de certains éléments lors de l'analyse chimique. Le même cas est remarqué pour le tantale, malgré la lourdeur de cet élément s, ce dernier contribue au durcissement par solution solide, d'ailleurs il est l'élément durcisseur principal par solution solide [7].

Un phénomène inverse est observé aussi dans l'aube 1, mais pour d'autres éléments, où les teneurs du tungstène et du molybdène sont légèrement supérieures par rapport à celles requises dans l'Inconel 738, car ces éléments lourds qui contribuent au

durcissement par solution solide, présentent une faible vitesse de diffusion, donc ils restent en substitution ou forment les phases TCP dans le substrat [7].

L'analyse chimique révèle aussi d'autres éléments dans l'aube 1 (Inconel 738), comme le niobium qui compense la diminution en chrome, et augmente la proportion de la phase γ' , cet élément donne aussi naissance à des précipitations des carbures de type NbC [16].

D'autres éléments aussi sont trouvés dans les deux aubes telles que le carbone, le vanadium, le fer et le cuivre qui contribuent au renforcement des alliages, par substitution en solution solide ou par précipitation des carbures dans la matrice ou dans les joints des grains.

1.2. Caractérisation microstructurale du matériau à l'état de réception

La microstructure de nos alliages est présentée à deux échelles. Pour la première, les observations sont réalisées en microscopie optique (MO) sur des échantillons polis puis attaqués à "Kallings" pendant 15 secondes à température ambiante, afin de révéler les joints de grains du matériau.

À cette échelle, on accède à des informations concernant principalement la structure granulaire de l'alliage. La phase γ' et les carbures sont observables de façon plus précise en microscopie électronique à balayage (MEB) en raison de la petite taille des précipités. Pour cette seconde échelle, les observations sont réalisées à l'aide d'un MEB Quanta A 600 FEI.

1.2.1. Observation par microscopie optique MO

Les caractéristiques microstructurales à l'échelle de grain des quartes aubes dans son état de réception (après 50000 h de service) a été réalisée par MO. Les observations ont été effectuées sur des échantillons prélevés du cœur des aubes après une attaque chimique par (réactif Kallings : 100ml HCl+100ml éthanol+5g CuCl_2), elles sont présentées dans la figure 33.

La microstructure des aubes 1,2 et 3 présentent des grains austénitiques de forme dendritique, celle-ci est due aux hétérogénéités chimiques entre le cœur des dendrites et les espaces inter dendritiques ; en effet, la solidification de l'alliage entraîne l'enrichissement ou l'appauvrissement du liquide inter dendritique et le rejet sur le front de solidification de certains éléments peu solubles dans le solide ou le liquide [7], Par contre celle de l'aube 4 est équiaxe et se caractérise par une double population : des gros grains entourés par des petits grains.

Ces microstructures dépendent des conditions de solidification lors de l'élaboration et des conditions de travail du matériau après mise en service ; en effet, La phase austénitique γ a une structure cubique faces centrées CFC. 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. Pour les vitesses de refroidissements élevées, les dendrites croissent adoptant une direction de solidification préférentielle $\langle 100 \rangle$, dite primaire autour de laquelle se développent des branches secondaires.

Les dendrites possèdent alors une forme allongée dite colonnaires, plus ou moins alignée dans la direction du gradient thermique, comme c'est le cas de l'aube 1 et 2, où on pense que la structure est obtenue par solidification dirigée (figure 33-b). 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, comme celle observée dans le cas de l'aube 4 (figure 33-d). Pour le cas de l'aube 3, la microstructure est obtenue par une vitesse de refroidissement intermédiaire, car celle-ci présente un réseau dendritique, dont la croissance des branches se développe selon les trois directions du système cubique, mais les grains sont de forme dendritique. On remarque aussi d'après les métallographies, que les joints des grains dans les microstructures de l'aube 1, 2 et 3 sont dentelés, surtout pour le cas de l'aube 2. Des travaux effectués par d'autres auteurs, ont trouvés que ces joints de grains dentelés possèdent un effet bénéfique sur la résistance au fluage de l'Inconel 738, ainsi qu'ils permettent de limiter le grossissement inter granulaire et de mieux redistribuer les contraintes [28].

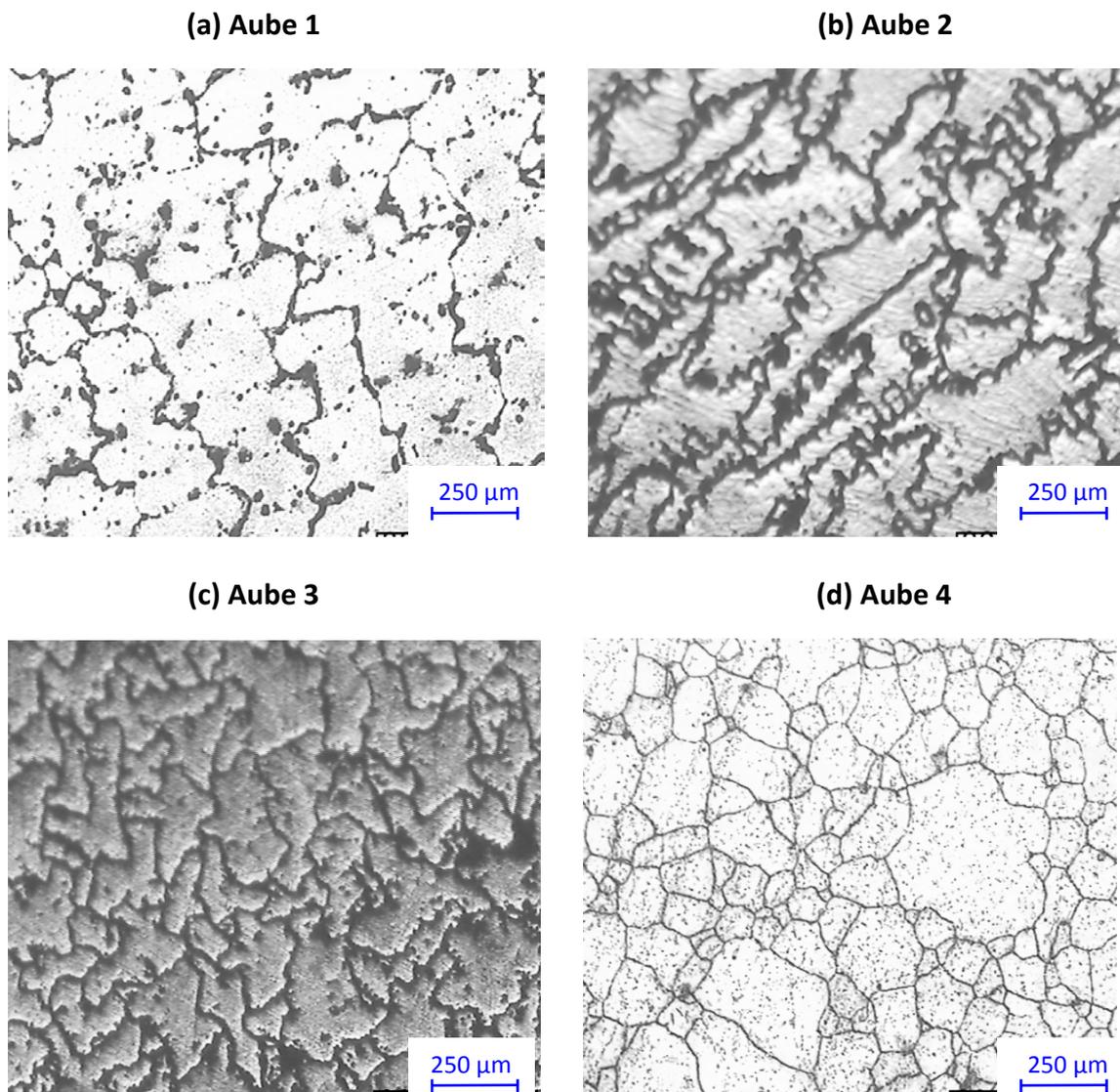


Figure 33: Observation par microscopie optique des échantillons des aubes 1, 2, 3 et 4 à l'état de réception (après 50000 h de service).

Nous notons également pour le cas de l'aube 4 (Nimonic 80A), la présence des macles dans les grains (figure 32). L'existence de ces macles est attribuée au procédé

d'élaboration des aubes ou bien à l'exposition au long service dans la turbine, sous des contraintes mécaniques et thermiques.

La taille des grains dans l'aube 4 (Nimonic 80A) est hétérogène, et caractérisée par la présence d'un double population : des gros grains (92µm-240µm) entouré par une série de petits grains (9 µm-82 µm), avec une taille moyenne de 58 µm. La distribution de la taille est donnée par l'histogramme de la figure 35.

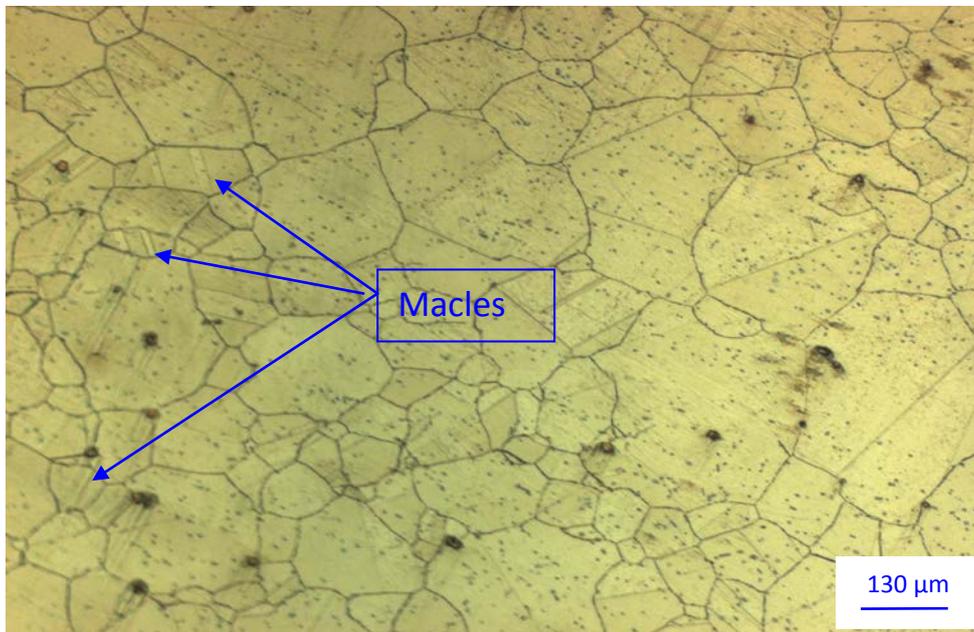


Figure 34 : Observation des des macles dans l'aube 4 à l'état de réception (Après 50000 h de service à une température < 530 °C).

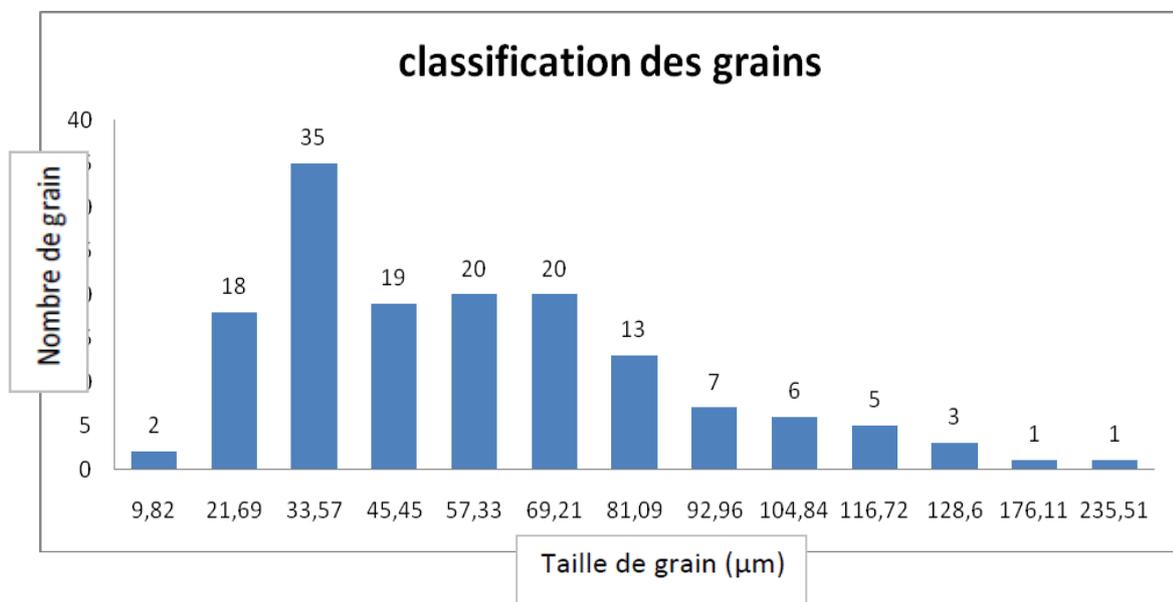


Figure 35: Distribution de la taille des grains de l'aube 4 à l'état de réception (Après 50000 h de service à une température < 530 °C).

Pour le cas de la taille des grains des aubes 1, 2 et 3, on n'a pas pu avoir des métallographies qui nous permettant de les mesurer, mais on remarque que la microstructure de l'aube 1 est plus grossière que celle de l'aube 2, et cette dernière est

plus grosse que celle de l'aube 3. On constate que plus on descend vers les étages inférieurs ou la température de service est plus élevée (étage 1, température 850°C) et plus la microstructure est plus grosse et allongées, ce qui est évident, car cela permet d'apporter à ces aubes une certaine résistance au fluage, ainsi qu'ils sont plus exposés à ce phénomène, ce qui engendrera une coalescence des grains en plus, après une longue durée de mise en service à des températures élevées.

1.2.2. Observation par microscopie électronique à balayage MEB

La figure 36 illustre les microstructures des aubes des quatre étages à l'état de réception (après 50000h de service), obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB).

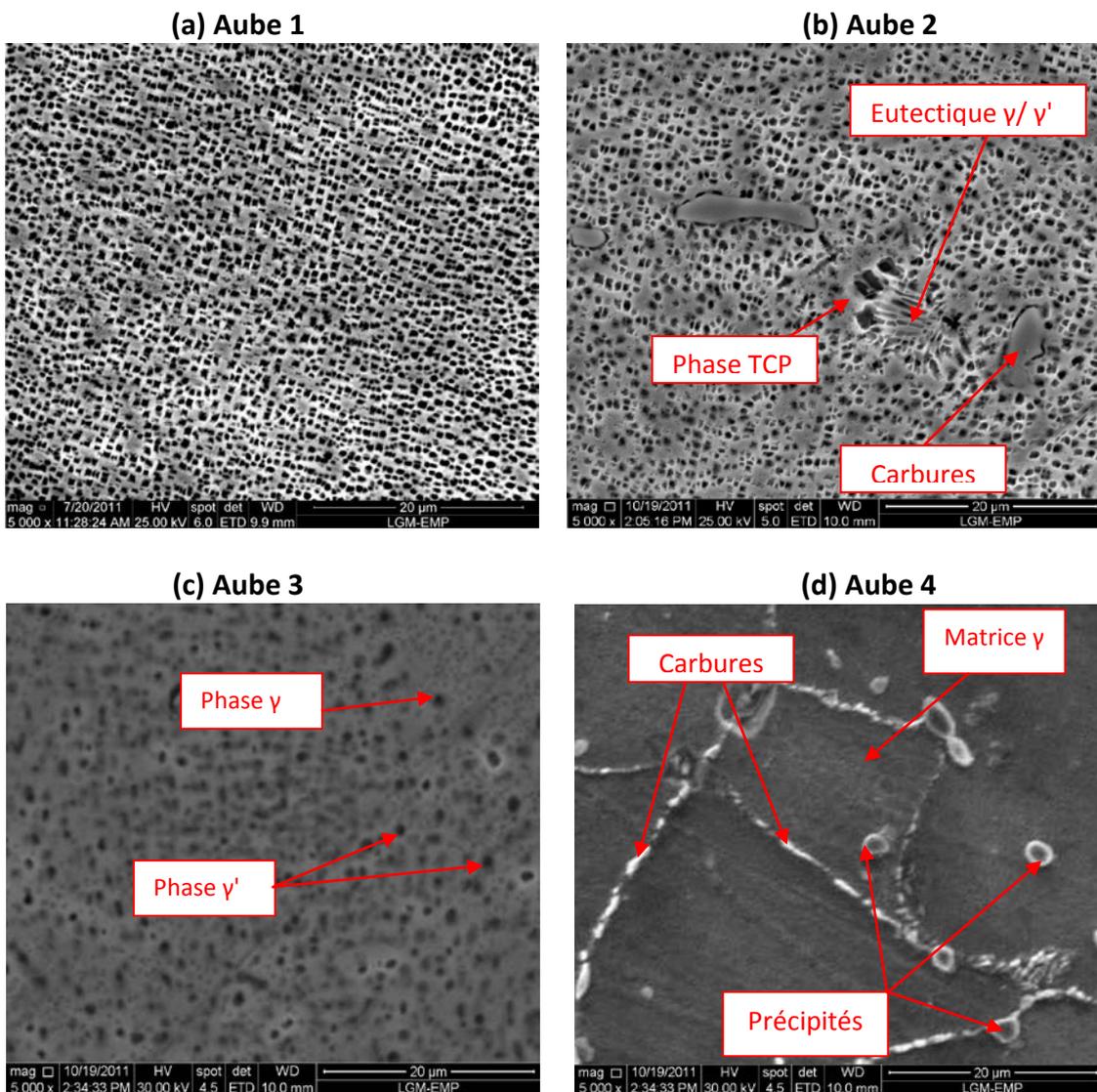


Figure 36 : Observation par microscopie électronique à balayage des échantillons des aubes 1, 2, 3 et 4 à l'état de réception (après 50000 h de service).

Cette figure montre que les microstructures des aubes 1, 2 et 3 sont assez proches, elles consistent en une matrice austénitique γ (zone plus clair), des particules noirs des

précipités durcissants γ' Ni_3 (Al, Ti) intra et inter granulaires, des constituants eutectiques γ/γ' , et des phases TCP, ainsi que des carbures. La différence en microstructure des aubes est observée en quantité de la phase durcissante γ' qui est plus importante dans l'aube 1 (Inconel 738) que celle dans l'aube 2, et encore moins dans l'aube 3.

Par contre l'aube 4 qui est constitué du superalliage Nimonic 80A, présente une microstructure différente de celle des autres aubes, elle consiste en une matrice austénitique γ et des particules de phase secondaire qui bordent les joints de grains où dans les grains, et qui se présentent sous forme allongée ou en disque.

1.2.2.1. Aube 1 (Inconel 738)

La microstructure de l'aube 1 (Inconel 738) à l'état de réception consiste en une matrice austénitique γ et des précipités durcissants γ' Ni_3 (Al, Ti), ainsi que d'autres précipités, tels que les carbures primaires de type MC, ou secondaires de type M_{23}C_6 . L'observation de la précipitation γ' révèle deux populations de précipités que l'on appellera « γ' secondaires» et « γ' tertiaires». Les précipités γ' secondaires ont des formes cubiques avec des tailles de quelques 1/10 de micromètres, par contre, les très petites particules restantes en forme sphérique et de taille de quelques dizaines de nanomètres sont celles des précipités γ' tertiaires. Ils sont présents dans les couloirs de la matrice, entre les précipités secondaires (figure 37 et 38).

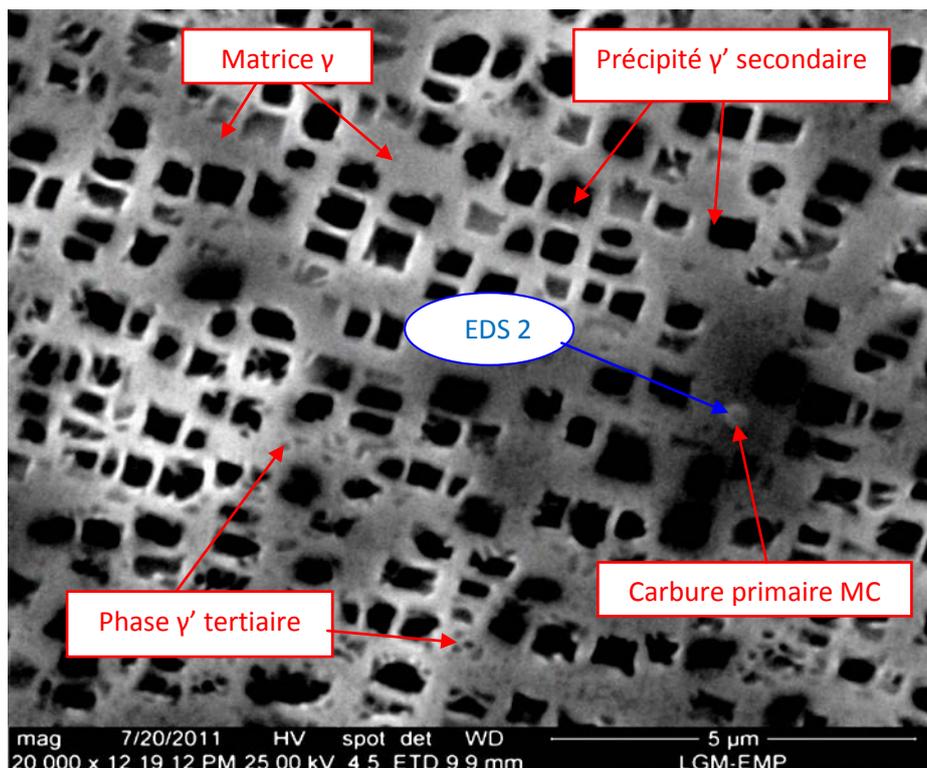


Figure 37 : Observation par MEB du superalliage Inconel 738 constituant l'aube 1 à l'état de réception (après 50000 h de service).

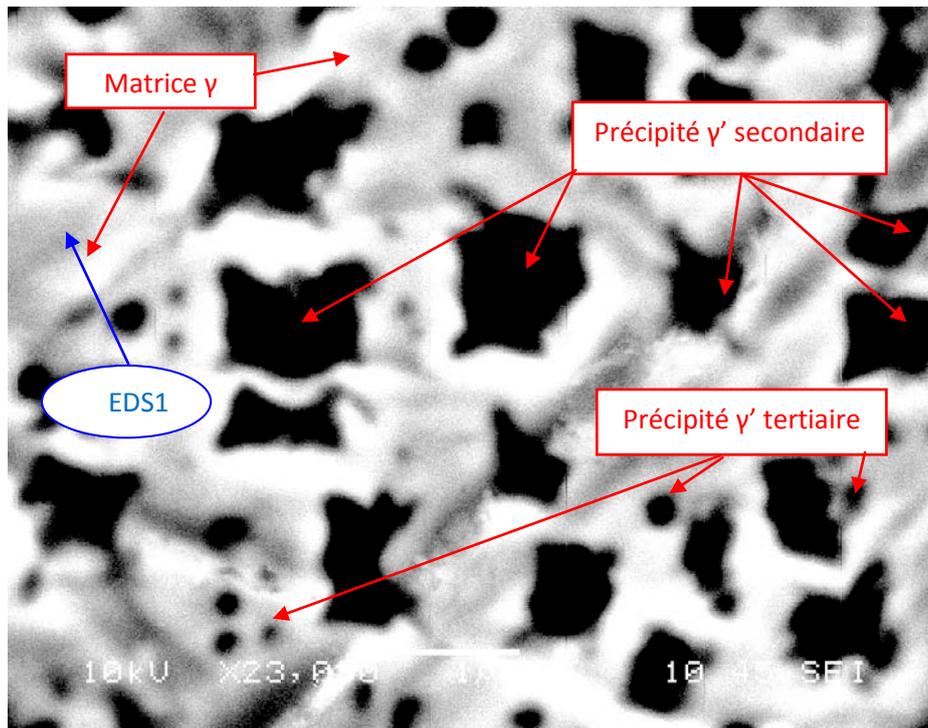
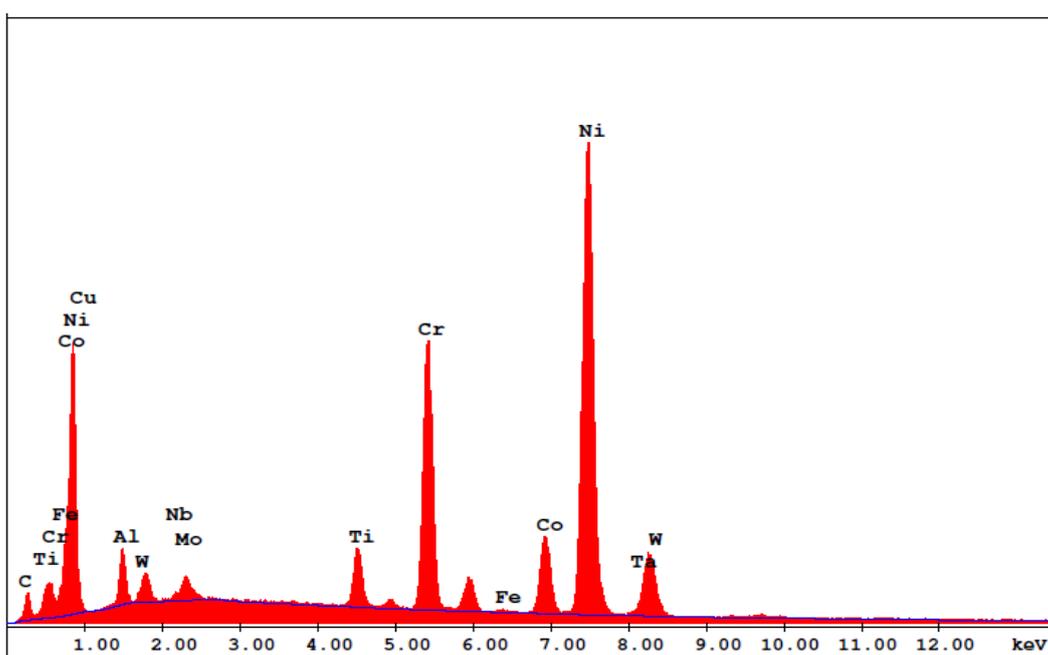


Figure 38 : Observation par MEB des populations des précipités γ' secondaire et tertiaire du superalliage Inconel 738 constituant l'aube 1 à l'état de réception (Après 50000 h de service).

La microanalyse chimique de la matrice γ de l'aube 1 (Inconel 738), révèle que celle-ci est constituée essentiellement de l'élément Ni et du Cr, ainsi que d'autres éléments de substitution tels que le Co, W, Al, Mo, Ti, Ta, etc. (figure 39). Par contre la microanalyse des précipités γ' , n'a pas pu être détectée à cause de leur taille plus fine. On constate que le renforcement de la solution solide de l'aube 1 (Inconel 738) est dû essentiellement au chrome et au cobalt, ainsi qu'aux éléments restants avec un effet moins faible.



EDAX ZAF Quantification (Standardless)						
Element Normalized						
SEC Table : Default						
Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
CuL	1.20	0.89	0.0021	0.9594	0.1786	1.0002
AlK	3.36	5.82	0.0086	1.0593	0.2414	1.0006
NbL	0.68	0.34	0.0039	0.9197	0.6166	1.0016
MoL	2.20	1.07	0.0132	0.9076	0.6603	1.0020
TiK	2.75	2.69	0.0263	0.9807	0.9129	1.0681
CrK	15.70	14.13	0.1596	0.9802	0.9512	1.0903
FeK	0.15	0.13	0.0016	0.9840	0.9397	1.1457
CoK	7.85	6.23	0.0731	0.9661	0.9556	1.0089
NiK	55.47	44.22	0.5405	1.0033	0.9674	1.0038
TaL	1.76	0.45	0.0145	0.7988	1.0322	1.0000
W L	2.90	0.74	0.0217	0.7940	0.9404	1.0000

Figure 39 : Microanalyse chimique par EDS de la matrice γ de l'aube 1 (Inconel 738). (EDS1)

L'observation au MEB a permis d'identifier en plus des phases γ , γ' et les carbures MC, d'autres phases secondaires constituant l'aube 1 (Inconel 738), il s'agit de constituants eutectique γ/γ' , les phases TCP, ainsi que d'autres carbures en début de formation des microfilms continus dans les joints des grains. On remarque aussi dans les joints des grains, en particulier au voisinage de constituant eutectique γ/γ' , la formation soit des microfissures, soit des microfilms des précipités γ' coalescés (figure 40).

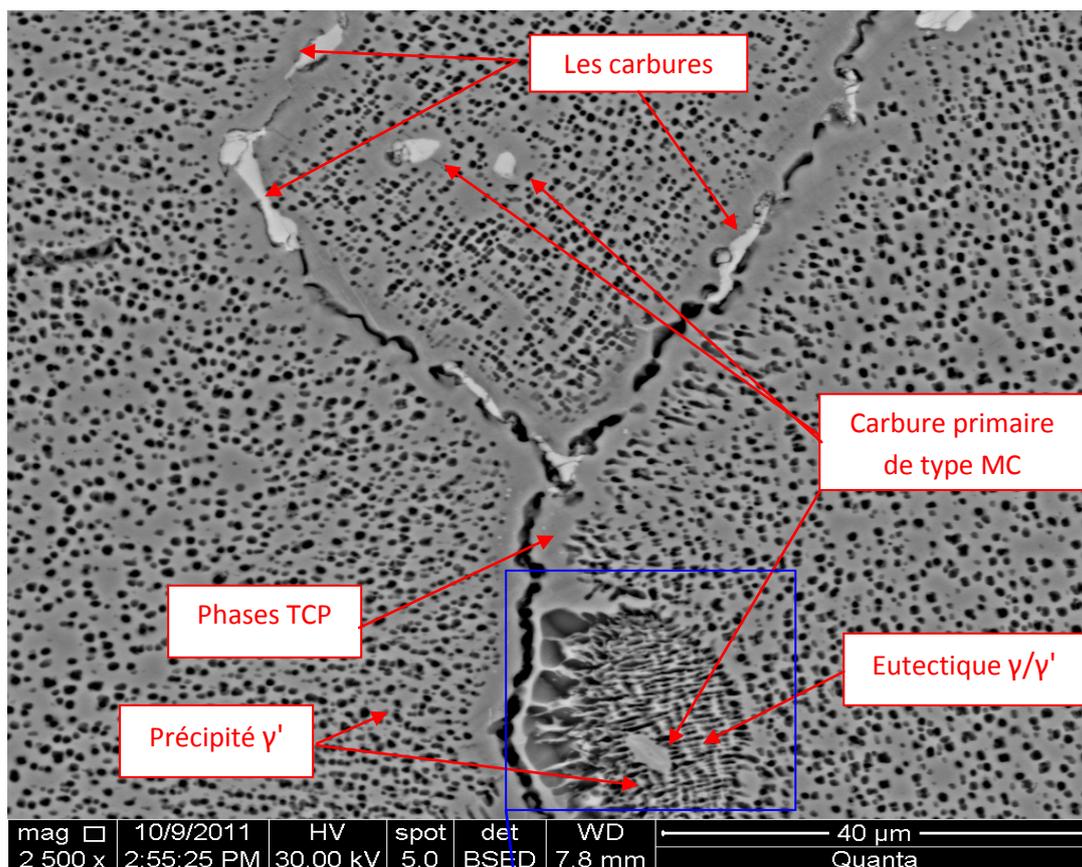


Figure 40 : Observation par microscopie électronique à balayage des carbures, phases TCP et des constituants eutectiques γ/γ' dans l'aube 1 (Inconel 738).

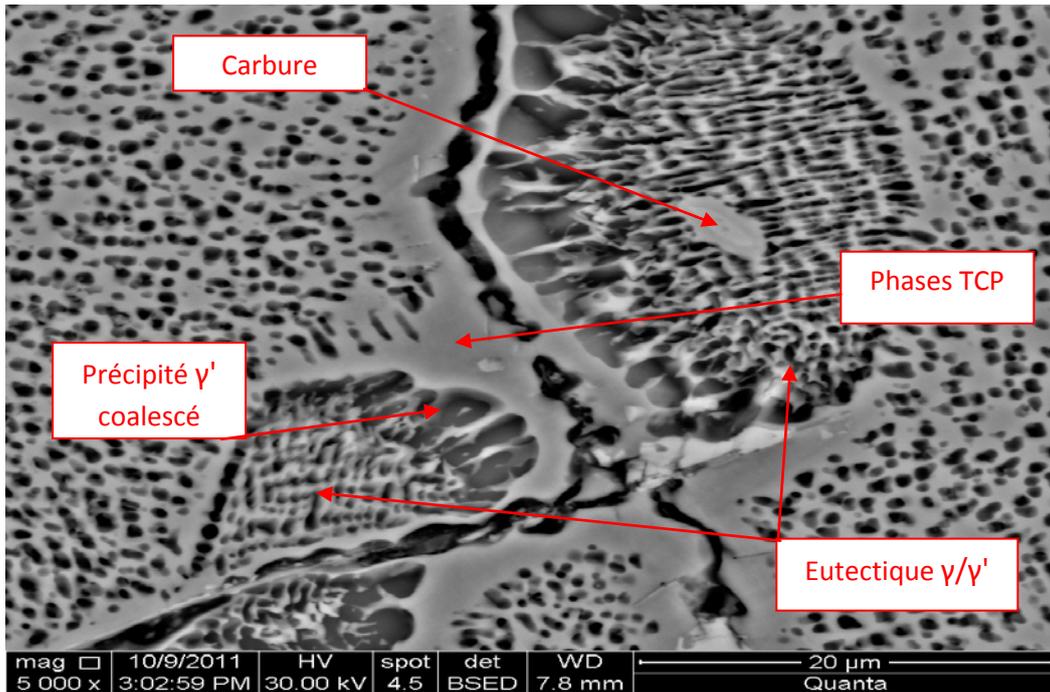


Figure 41 : Observation par MEB des constituants eutectiques γ/γ' de l'aube 1 (Inconel 738).

- Les constituants eutectiques γ/γ' et les phases TCP

Les constituants eutectiques se situent dans les zones dendritiques. Dans ces régions eutectiques on trouve des particules coalescées de précipités γ' , les phases TCP, et ainsi que d'autres particules minoritaires, tels que les carbures MC, carbonitrures de titane ou d'autres type de carbures (figures 40 et 41) [29].

- Les carbures primaires MC et secondaires $M_{23}C_6$

Ces carbures se logent préférentiellement sur les joints des grains (figure 40), qui se répartissent d'une façon allongée, mais on peut aussi les trouver à l'intérieur du grain, ou répartis dans les constituants eutectiques (figure 42).

Les carbures primaires de type MC apparaissent très tôt lors de la solidification de l'alliage au cours de leur élaboration. Ils ont un rôle majeur d'ancrer les joints afin d'éviter les phénomènes de recristallisation [30]. Ces carbures contiennent de grandes quantités d'élément tel que le tantale, le titane et le niobium. Et ces éléments se participent aussi à la formation, et stabilisation de la phase durcissante γ' dans le domaine de température 760°C-1100°C [26].

La microanalyse par le système EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) d'un précipité dans l'aube 1 (figure 42 et 43) a révélé ce type de carbure. D'après l'analyse quantitative, celle-ci révèle des éléments essentiels constituant ce précipité. On constate qu'il peut s'agir des carbures tels que: TaC, TiC et NbC. L'existence du niobium dans ce précipité, permet de stabiliser les carbures primaires et retardant leur évolution en carbure secondaire et leur remise en solution [14].

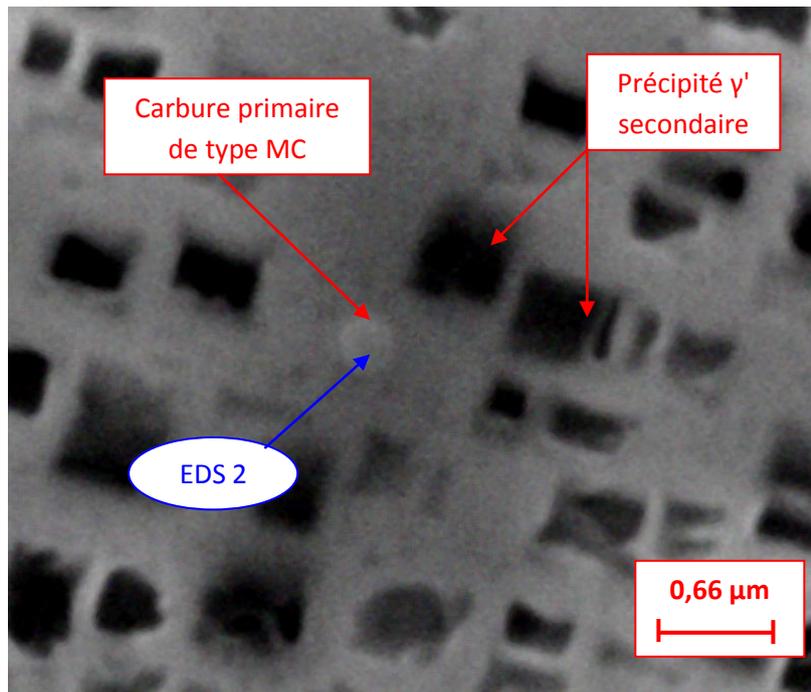


Figure 42 : Observation par MEB d'un carbure primaire de type MC dans l'aube 1 (Inconel 738).

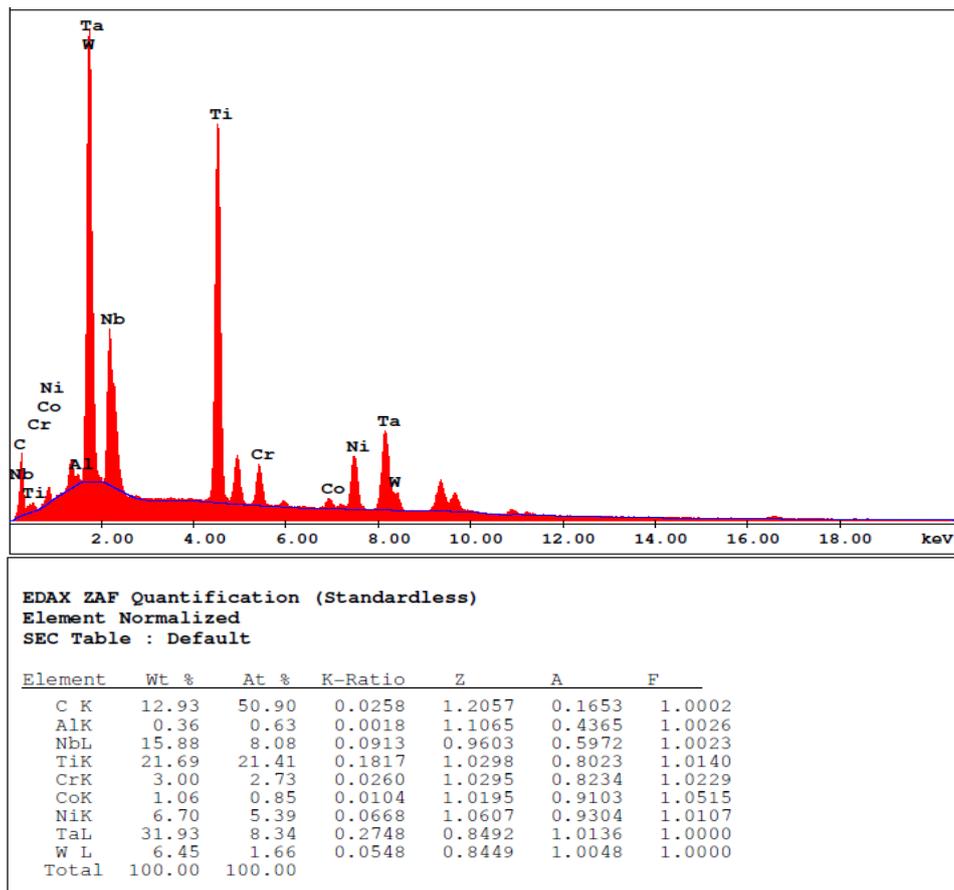


Figure 43 : Microanalyse chimique par EDS d'un carbure primaire de type MC situé dans la matrice de l'aube 1 (Inconel 738) (EDS2).

La microanalyse par EDS, a permis de révéler aussi, les même éléments constituant d'un autre précipité dans l'aube 1 (Inconel 738): Ta, Ti et Nb (figures 44,45), il s'agit toujours d'un carbure primaire de type MC, tels que: TaC, TiC et NbC.

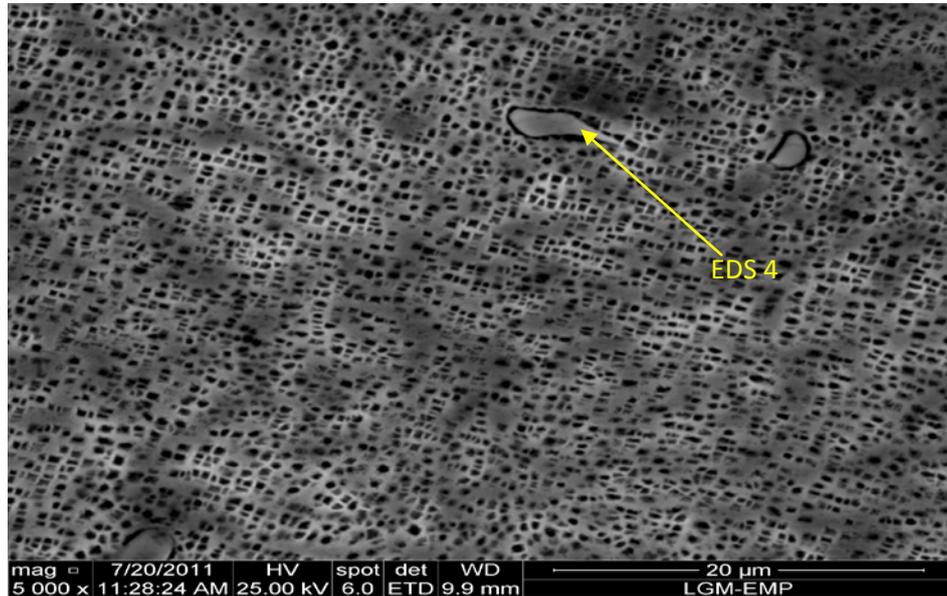


Figure 44 : Observation par MEB d'un carbure de type MC dans l'aube 1 (Inconel 738).

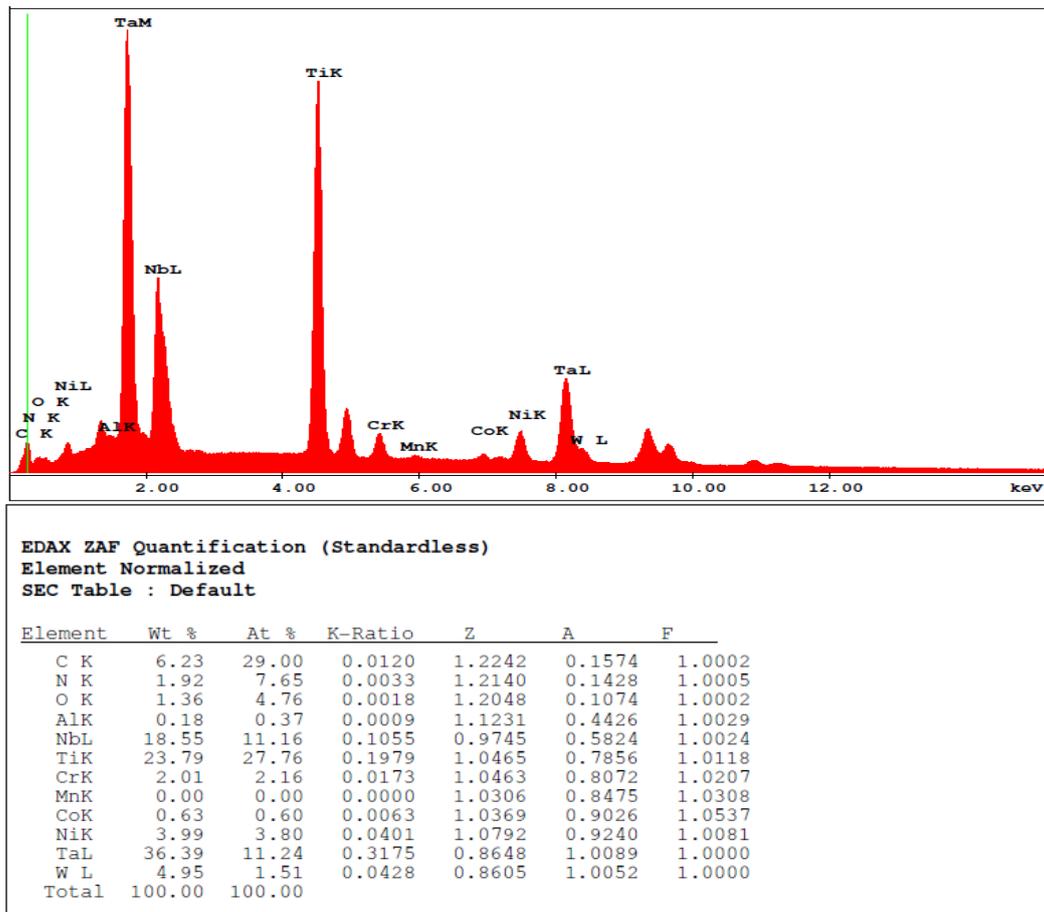


Figure 45 : Microanalyse chimique par EDS des carbures primaires de type MC situé dans le joint de grain de l'aube 1 (Inconel 738). (EDS4)

Il est connu que les carbures primaires dans les superalliages à base de nickel sont instables, ils sont décomposés graduellement à haute température. Cette décomposition est accompagnée par la formation des particules secondaires des carbures $M_{23}C_6$ et la phase gamma prime γ' . La formation de ces carbures secondaires se produit à la fois par la dégénérescence des carbures MC primaires, et par précipitation dans la solution, qui contient du carbone résiduel [31], ce qui a été observé dans notre matériau après 50000h de service, où on remarque le début de formation dans les joints des grains: des carbures, ainsi que des microfissures, en particulier au voisinage du constituant eutectique γ/γ' (figure 46). Ces carbures intergranulaire n'ont pas été identifiés, en raison de manque de moyens de caractérisation, soit par MEB à l'aide du système EDS (MEB), soit par microscopie électronique à transmission. Mais il est très probable qu'il s'agit des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, formés à partir de la décomposition des carbures primaires de type MC, après 50000h d'exposition de l'aube 1 (Inconel 738) aux phénomènes de fluage et fatigue.

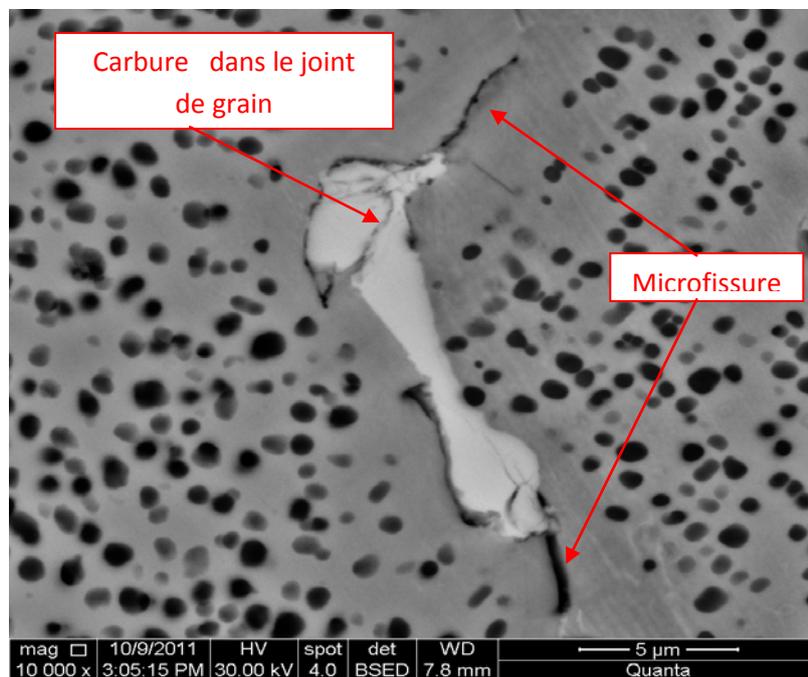


Figure 46 : Observation par MEB d'un carbure secondaire de type $M_{23}C_6$ situé dans le joint de grain de l'aube 1 (Inconel 738).

L'analyse quantitative des précipités γ' par le logiciel Visilog 6.9 a été menée à partir des images 37 et 38, après le traitement d'image à l'aide de l'outil Photoshop.

Le superalliage Inconel 738 constituant l'aube 1, possède une fraction surfacique globale de la phase γ' (secondaire et tertiaire) de 41,42 % à l'état de réception après 50000h de mise en service (tableau 7).

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm
Surface	Champ =	5,63	μm^2
Image :	Aube 1 (Inconel) état de réception	5 μm x 20000	
Phase 1 :	Gamma prime	γ'	
Phase 2 :	Matrice gamma	γ	
Echantillon :			
Champ	S Ph1 γ' (μm^2)	Taux Ph1 γ' (%)	S Ph2 γ (μm^2)
Echantillon	2,33	41,24	3,33
			58,76

Tableau 7 : Calcul du taux de phase de l'aube 1 Inconel 738 à l'état de réception par le logiciel Visilog (Après 50000h de mise en service).

La distribution de la taille des précipités γ' secondaire de forme cubique et γ' tertiaire de forme sphérique est donnée par les deux histogrammes des figures 7 et 8. D'après celles-ci, on observe une valeur minimale de 195,02 nm et maximale de 708,50 nm et avec une taille moyenne de 373,04 nm pour γ' secondaire (figure 47), et une valeur minimale de 44,83 nm et maximale de 176,79 nm avec une taille moyenne de 87,43 nm pour γ' tertiaire (figure 48).

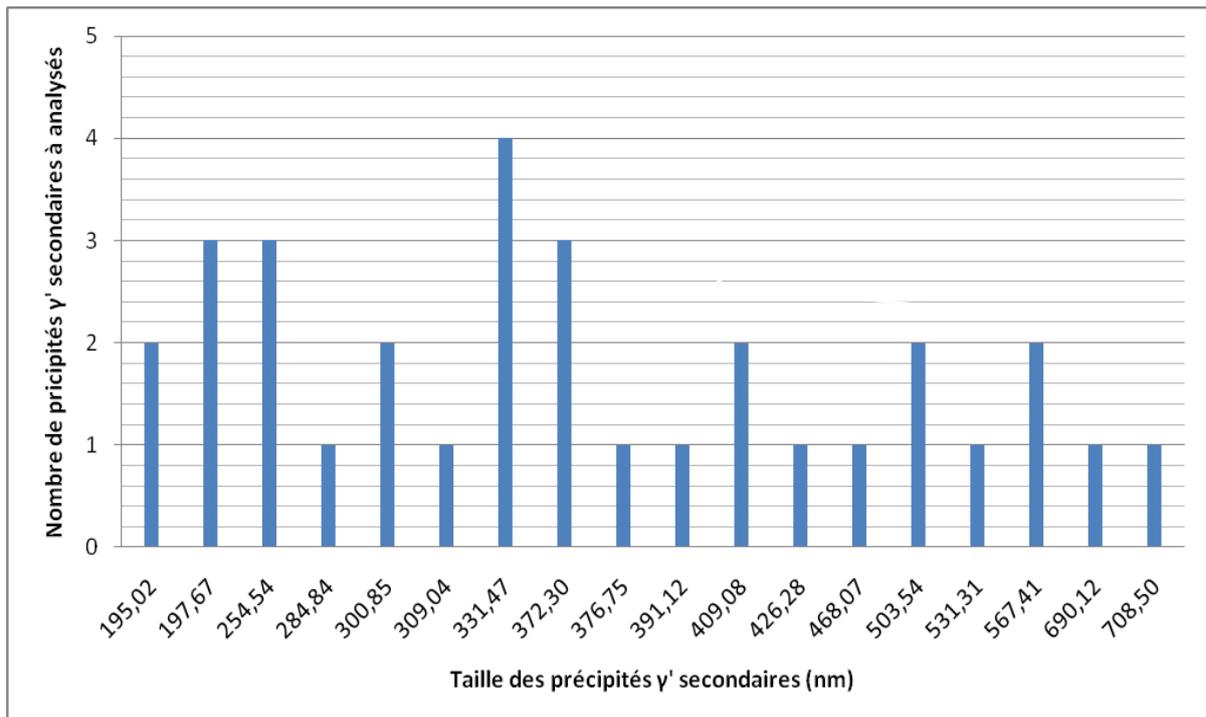


Figure 47: Distribution de la taille des précipités γ' secondaires dans l'Inconel 738 constituant l'aube 1 à l'état de réception (Après 50000h de mise en service)

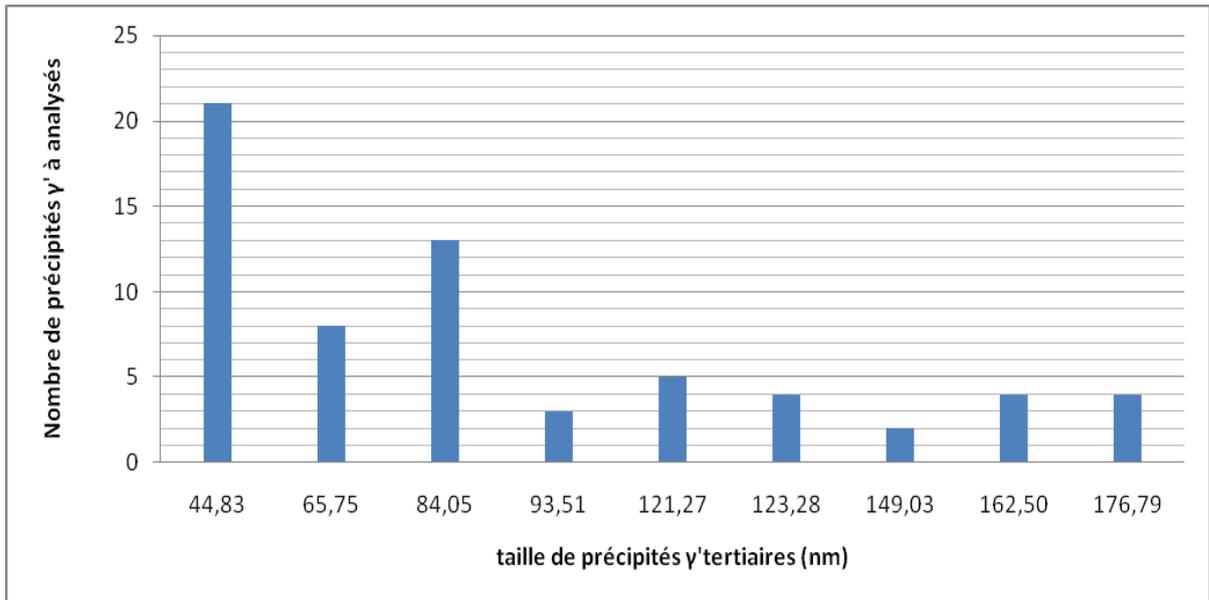


Figure 48: Distribution de la taille des précipités γ' tertiaires dans l'Inconel 738 constituant l'aube 1 à l'état de réception (Après 50000h de mise en service).

Or le degré de dégradation est mesuré par la taille des précipités γ' et en particulier celle de γ' secondaire, qui augmente avec le temps d'exposition et la température de service. Celle-ci varie de 150 à 350 nm dans les conditions normales [32]. On constate que les précipités γ' secondaires coalescence après mise en service de 50000h, et que l'aube 1(Inconel 738) a subi un vieillissement par fluage, puisque la taille moyenne mesurée qui est de 373,04 nm est supérieure à la taille maximal (350 nm) dans les conditions normales.

1.2.2.2. Aube 4 (Nimonic 80A)

La structure du matériau de l'aube 4 (Nimonic 80A) à l'état de réception après 50000h de service à une température inférieure à 530°C, consiste en une matrice austénitique gamma γ et des précipités des phases secondaires de différentes formes (sphérique, disque, allongée, etc.) situés dans le grain et les joints de grains (figure 49a). On pense qu'il s'agit des précipités γ' primaires inter- et intra-granulaire, en particulier aux points triples des joints de grains, ils sont de forme sphérique ou de disque. Ainsi que des carbures de tailles moins que les précipités γ' primaires [33].

À plus fort grossissement, on devine une petite fraction des précipités gamma prime γ' dont la structure est très fine, apparaissant en taches noires dans les grains, et des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, ainsi que primaires de type MC apparaissent en taches blanches, sont situés dans les grains et sur les joints des grains, (figure 49b).

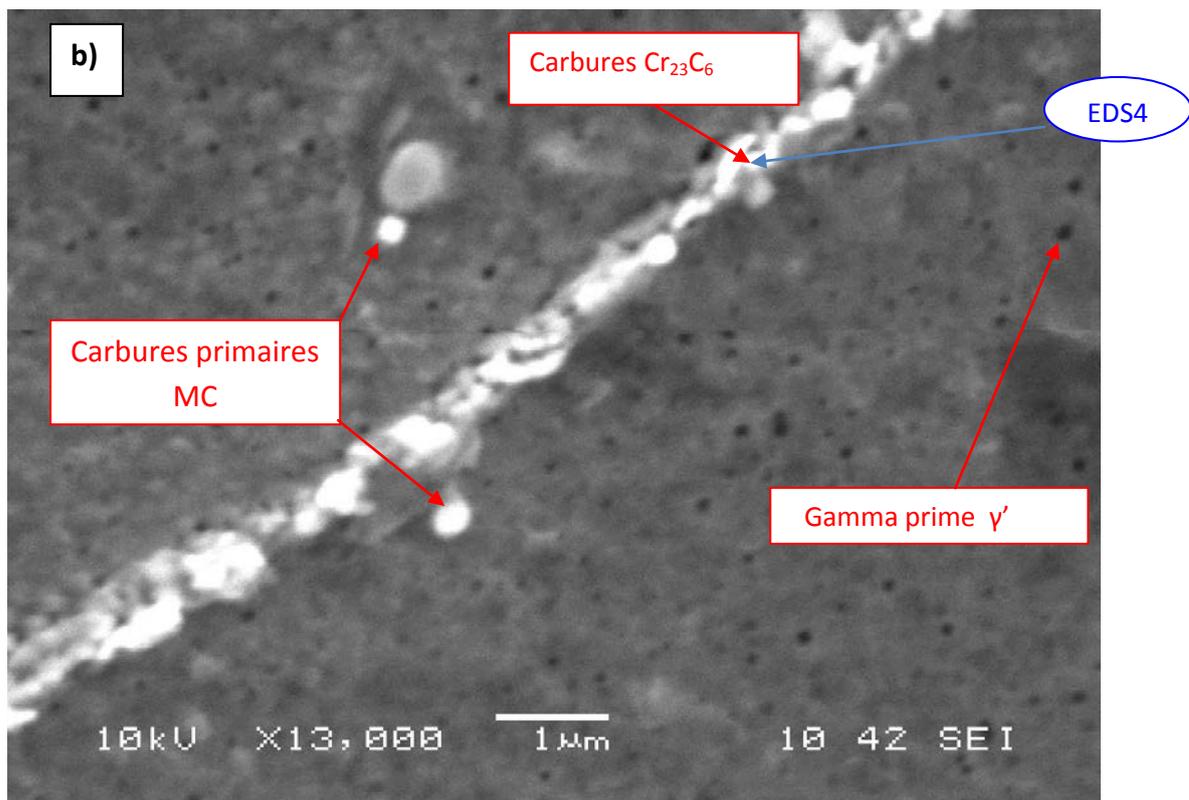
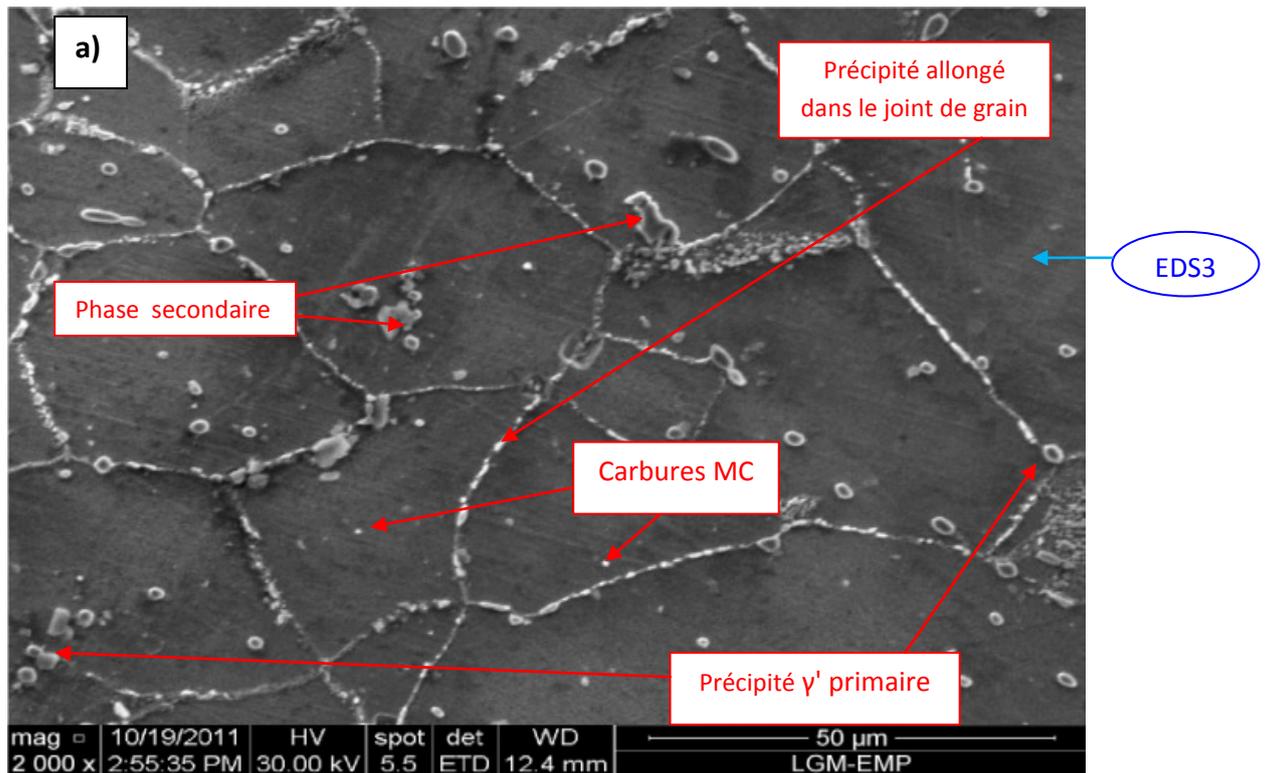
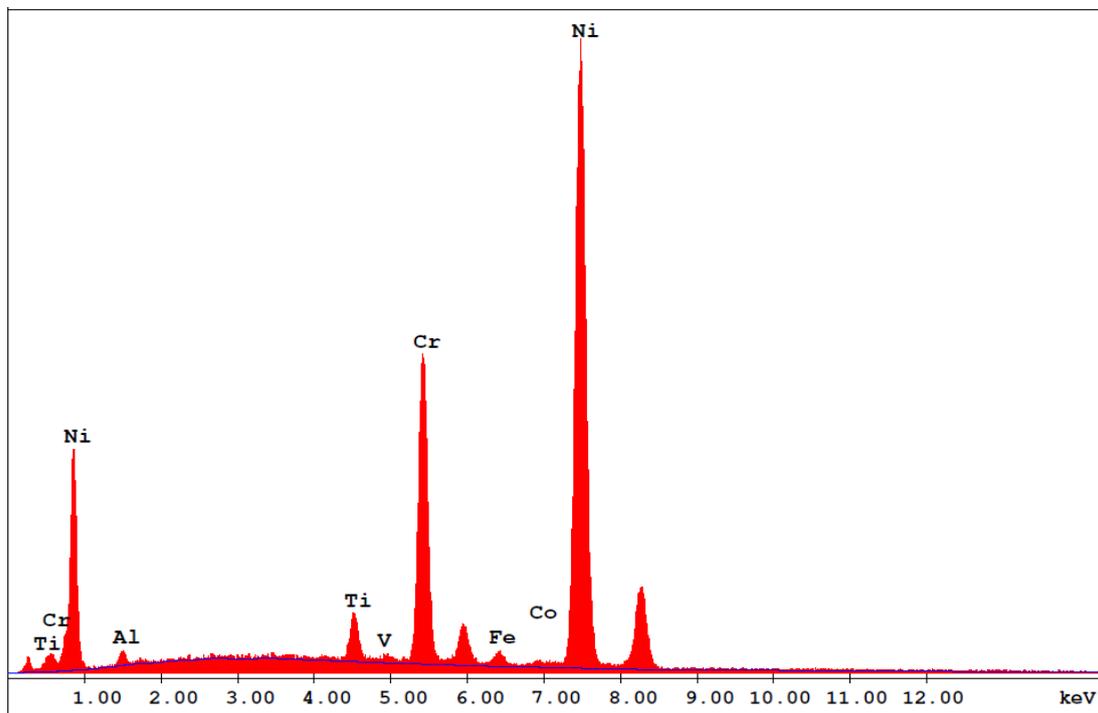


Figure 49: Observation au MEB de la microstructure de l'aube 4 Nimonic 80A à l'état de réception (Après 50000 h de service à la température 530°C).

La microanalyse chimique de la matrice γ de l'aube 4 (Nimonic 80A) à l'aide du système EDS, révèle que celle-ci est constituée essentiellement de l'élément Ni et du Cr, ainsi

que d'autres éléments de substitutions tels que Ti, Al, Fe, Co et V (figure 50). On constate que le renforcement de la solution solide de l'aube 4 (Nimonic 80A) est dû essentiellement au Cr, et un effet beaucoup moins faible au Ti.



EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
AlK	1.63	3.37	0.0031	1.0547	0.1784	1.0005
TiK	2.42	2.83	0.0237	0.9814	0.9085	1.0953
V K	0.12	0.13	0.0012	0.9614	0.9397	1.0817
CrK	19.13	20.57	0.1996	0.9802	0.9518	1.1184
FeK	1.09	1.09	0.0119	0.9845	0.9183	1.2040
CoK	0.59	0.56	0.0053	0.9670	0.9391	1.0000
NiK	75.02	71.45	0.7178	1.0046	0.9524	1.0000
Total	100.00	100.00				

Figure 50 : Microanalyse chimique par EDS de la matrice γ de l'aube 4 (Nimonic 80A). (EDS 3)

La microanalyse chimique par EDS, a permis d'identifier aussi une particule constituant l'aube 4 (Nimonic 80A). Il s'agit d'un carbure secondaire de type $M_{23}C_6$ (figure 51). D'après le pourcentage massique, on peut constater que c'est le carbure secondaire $Cr_{23}C_6$.

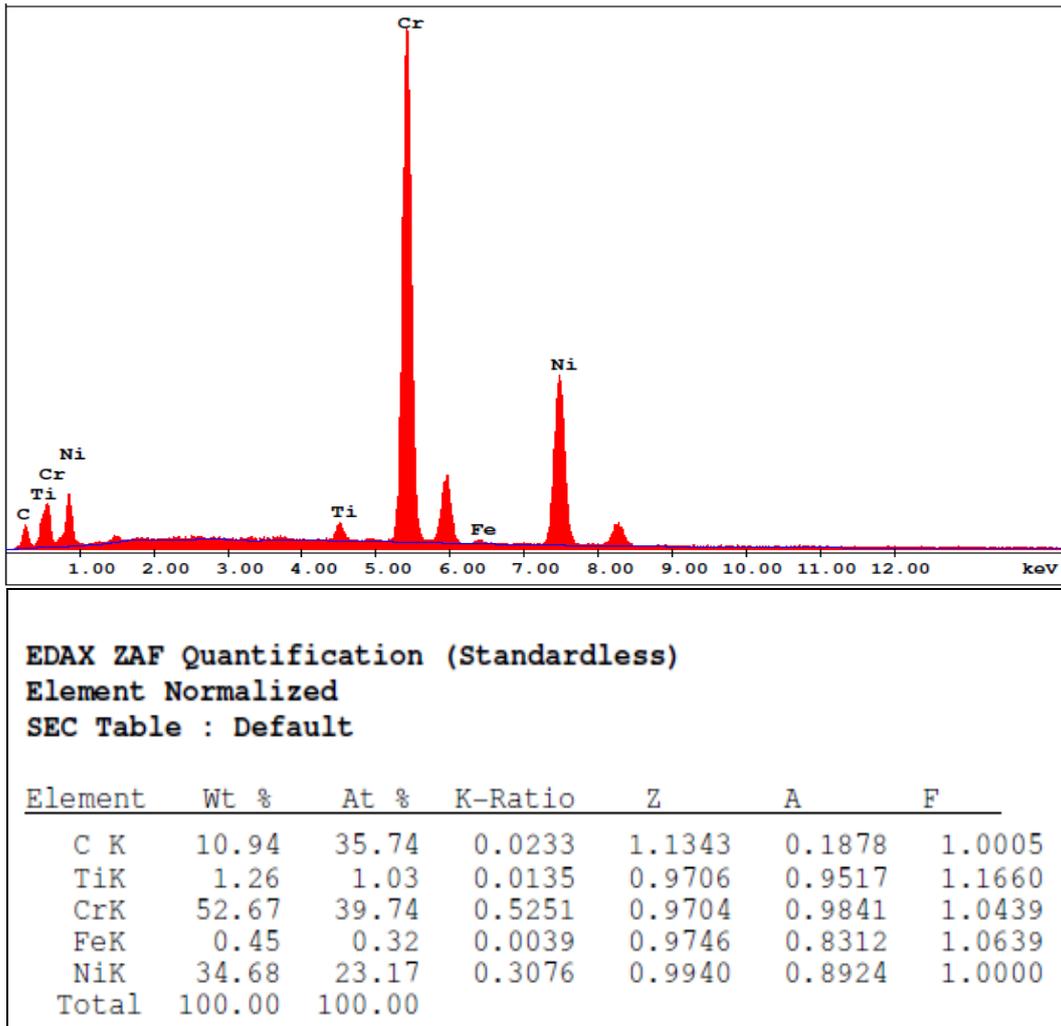


Figure 51 : Microanalyse chimique (EDS 4) de la matrice γ de l'aube 4 (Nimonic 80A).

1.3. Caractérisation mécanique par microdureté des aubes à l'état de réception

Les essais de microdureté réalisés sur des échantillons des deux aubes à l'état de réception, nous permettront de mettre en avant les impacts des conditions de travail sur les propriétés mécaniques, et notamment la température dans la turbine et la durée de travail des aubes.

Le tableau 8 montre quelques conditions de travail de l'aube 1 (Inconel 738) et l'aube 4 (Nimonic 80A) de la turbine 9D2, et les valeurs des microduretés mesurées:

N° de l'aube	1 ^{er} étage Aube 1	4 ^{ième} étage Aube 4
Température de travail (°C)	850	< 530
Le temps de travail (h)	50 000	50 000
Microdureté HV _{0,5}	384,97	360,66

Tableau 8 : Conditions de service et microdureté des aubes1 et 4 de la turbine 9D2.

D'après le tableau, on remarque que la microdureté dans l'aube 1 (Inconel 738), est légèrement supérieure à celle trouvée dans l'aube 4 (Nimonic 80A).

On constate que la résistance de l'aube 4 est dû essentiellement au renforcement de la solution solide par les éléments substitutionnelles dans la matrice gamma γ , en particulier du chrome, ce dernier présente une teneur 18,09% dans la matrice l'aube 4 (Nimonic 80A) supérieure à ce de l'aube 1 (Inconel 738) qui est 15,70%, ainsi au renforcement par des carbures primaires et secondaires. Par contre la résistance de l'aube 1 (Inconel 738) est dû surtout aux précipités γ' secondaires et tertiaire, et aux carbures primaires de types MC tels que TaC, TiC et NbC, ainsi que renforcement de la solution solide en premier temps par le Cr, et le Co. ce dernier compense la faible teneur en Cr par rapport à ce l'aube 4.

Il en résulte que l'effet de durcissement par les précipités gamma prime tertiaires γ'_{III} , secondaires γ'_{II} , et les carbures primaires de type MC est plus important que ceux de la solution solide γ , des précipités γ' primaires, et aux carbures de type MC et $M_{23}C_6$.

2. Traitement thermique

En service, les aubes de la turbine à gaz sont soumises à des fortes températures et des fortes contraintes pendant de longues périodes. Dans ces conditions, la microstructure à l'échelle de la précipitation peut évoluer, entraînant une modification progressive des caractéristiques mécaniques du matériau. Pour bien comprendre la nature de cette évolution, des traitements thermiques ont été réalisés sur échantillons ou éprouvettes à des températures légèrement supérieures à celles rencontrées en service dans une turbine.

Le choix des cycles de traitement thermique utilisés dans les superalliages que nous avons caractérisés a été guidé par les données relatives à leur effet, telles qu'elles ont été selon la figure 52 [34].

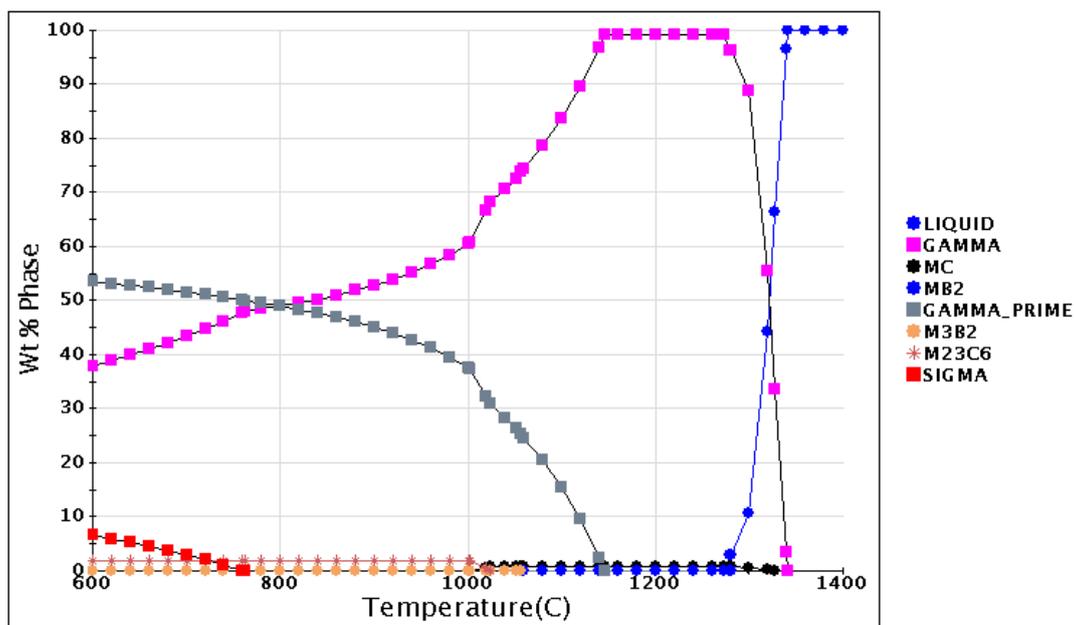


Figure 52: Calcul la distribution des phases (poids%) en fonction de la température pour l'Inconel 738 [34].

3. Traitement de mise en solution

Nous présentons dans cette partie les résultats obtenus après traitement de mise en solution aux différentes températures (960°C, 980°C, 1050°C, 1100°C, et 1190°C) sur des échantillons des aubes 1 (Inconel 78) et 4 (Nimonic 80A), pendant différents temps de maintien 1h, 1h30 et 2h. La caractérisation et l'analyse des résultats sont présentées comme suit.

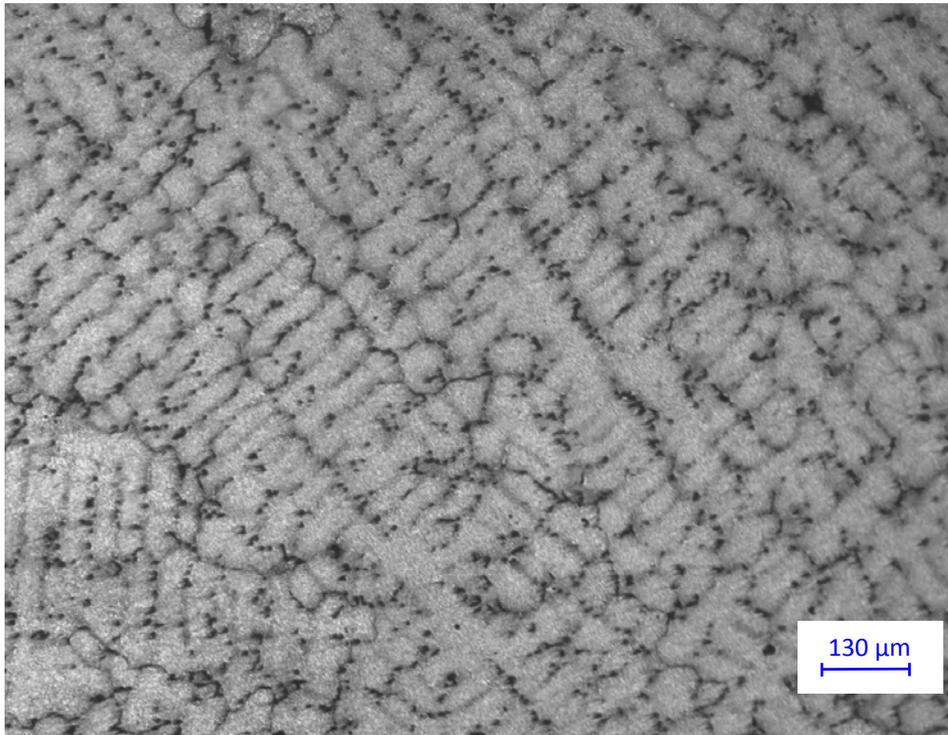
3.1. Analyse microstructurale des aubes 1 et 4 après mise en solution

3.1.1. Caractérisation par microscopie optique de l'aube 1 (Inconel 738)

Les figures 53a et 53b montrent les observations réalisées au microscope optique sur

des échantillons de l'aube 1 (Inconel 738) à l'état de réception et après traitement de mise en solution à 1100°C pendant 1h, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

a) état de réception



b) après la mise en solution à la température 1100°C, pendant 1h

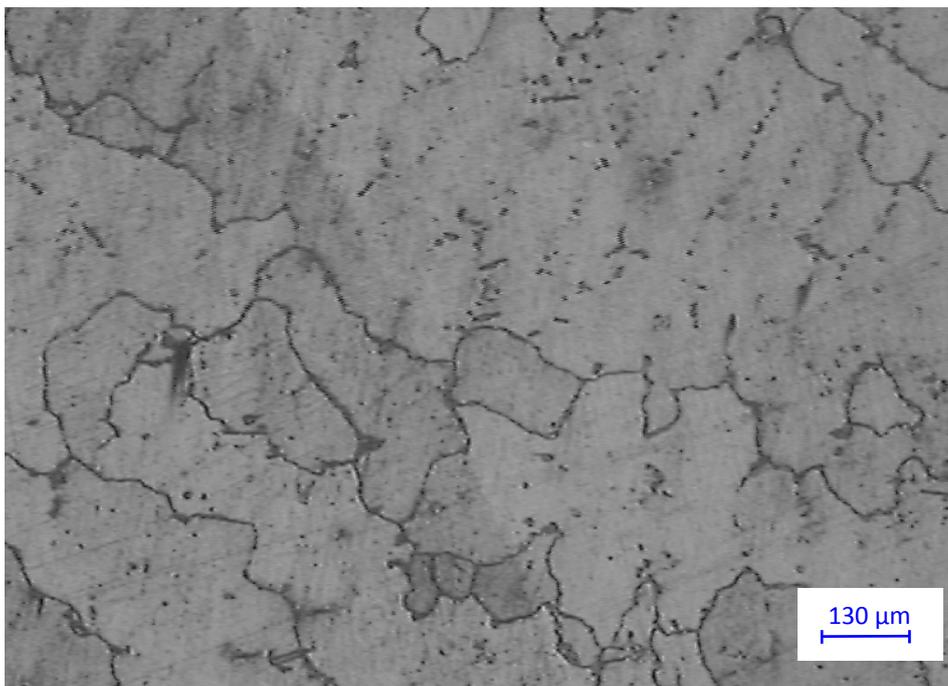


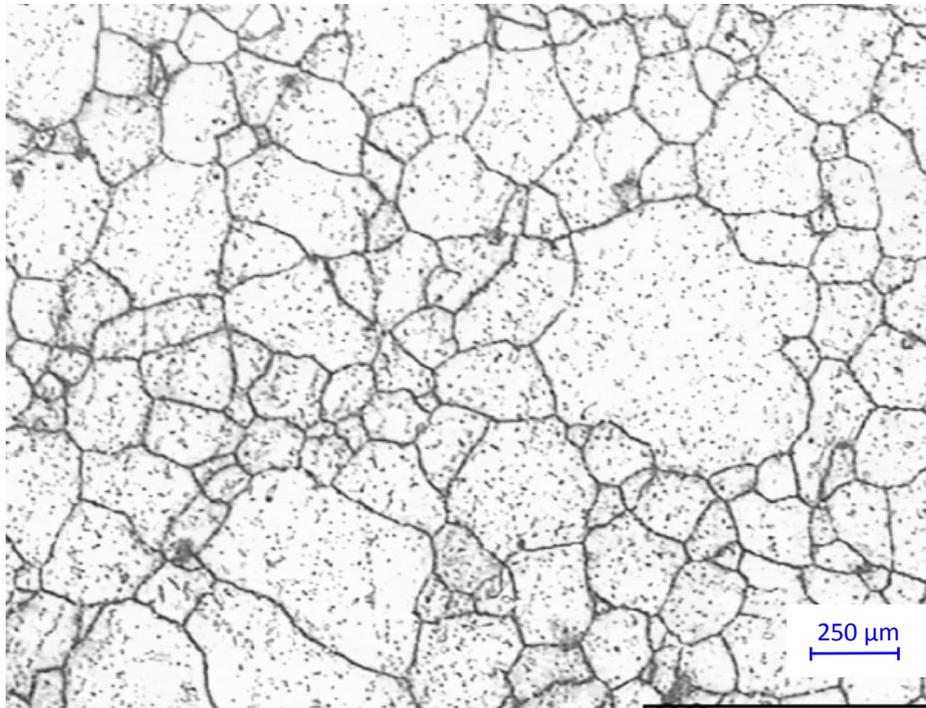
Figure 53: Observation par MO de l'évolution de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738) au cours de mise en solution à la température 1100°C, pendant 1h.

D'après les métallographies, on remarque que certains joints de grain ont complètement disparu, à cause de la dissolution partielle des carbures intergranulaires, et d'autres sont encore persistants, cela est dû aux carbures et précipités gamma prime γ' restés dans les joints des grains, puisque leur température de solvus est largement supérieure à la température de traitement de mise en solution.

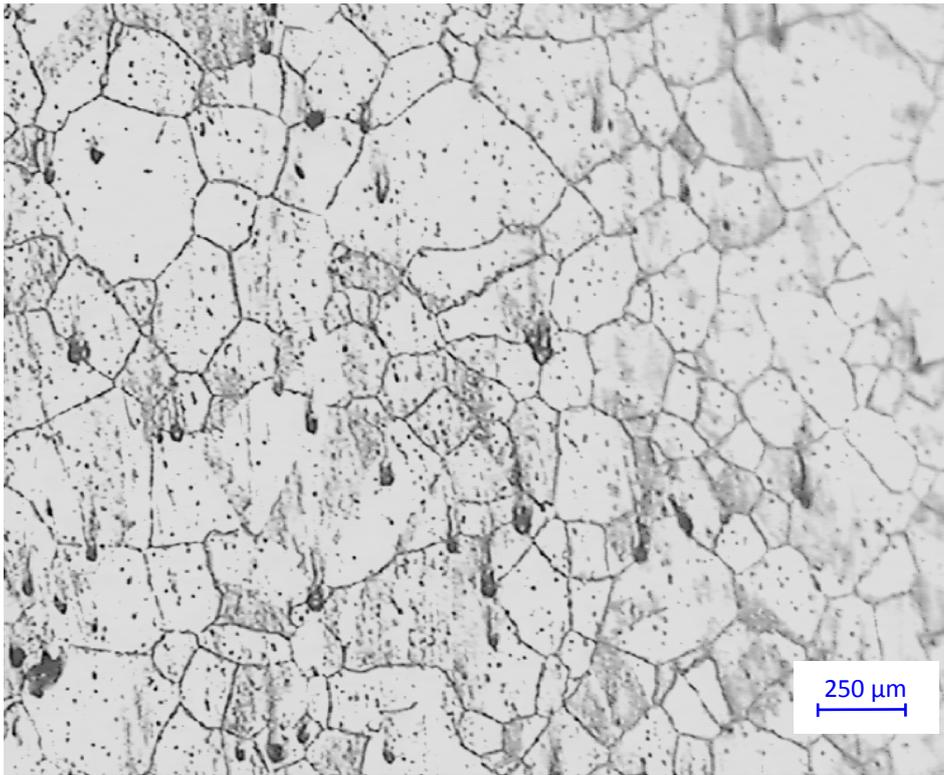
3.1.2. Caractérisations par microscopie optique de l'aube 4 (Nimonic 80A)

Les micrographies de la figure 54 présentent l'évolution de la microstructure de l'aube 4 Nimonic 80A, en fonction des températures de mise en solution (960°C, 980°C, 1050°C et 1190°C) pendant un maintien d'une heure, suivi d'un refroidissement à l'air libre. Elles montrent que la microstructure de l'aube 4 reste équiaxe au cours de traitement de mise en solution aux différentes températures (960°C, 980°C et 1050°C) avec l'existence de quelques macles, on remarque qu'il y'a un léger grossissement des grains, dû à la dissolution partielle de certains carbures. Mais à partir de la température de mise en solution de 1190°C, on remarque dans la microstructure l'existence des macles, et la recristallisation de superalliage, comme est illustré sur la figure 54d.

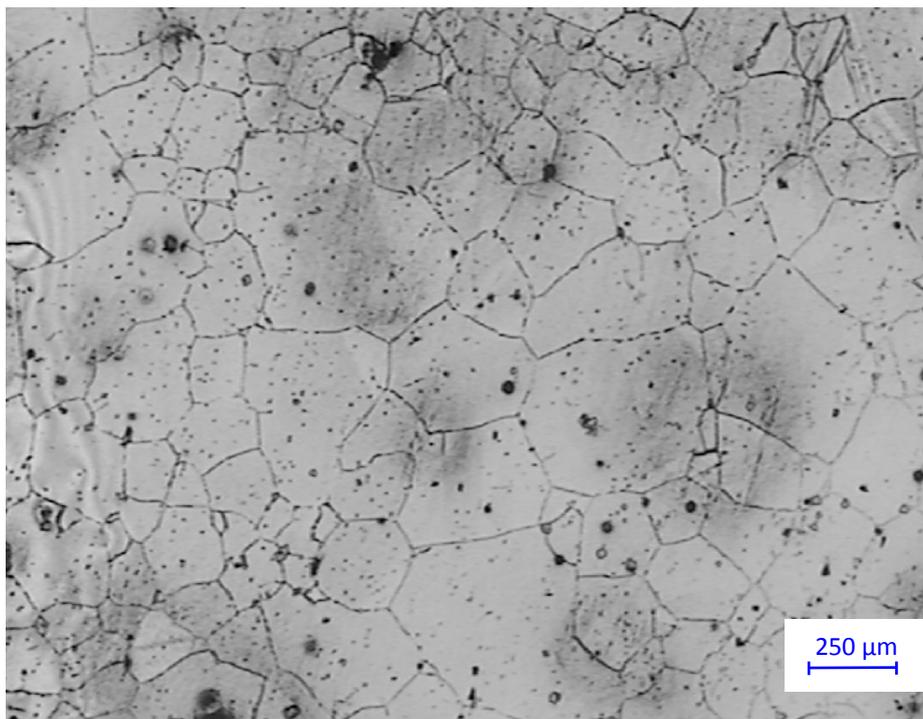
a) état de réception



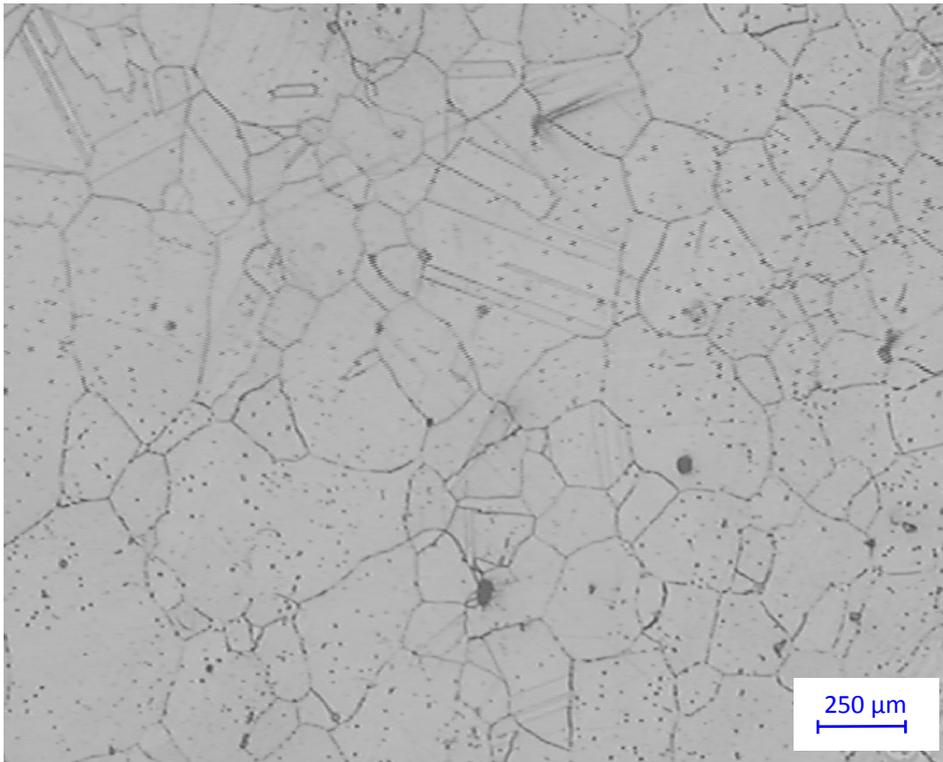
b) mise en solution à la température 960°C pendant 1h



c) mise en solution à la température 980°C pendant 1h



d) mise en solution à la température 1050°C pendant 1h



e) mise en solution à la température 1190°C pendant 1h

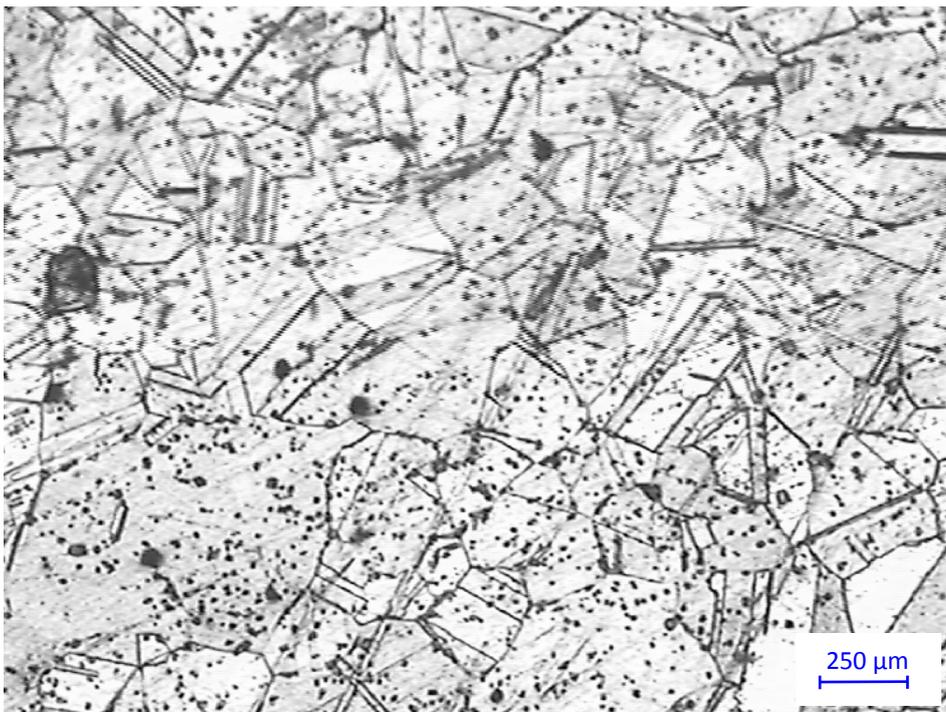


Figure 54 : Observation au MO de l'influence de la température de mise en solution sur la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A) pour un temps de maintien de 1h suivi d'un refroidissement à l'air.

La taille des grains dans l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution aux différentes températures, pendant un maintien d'une heure est toujours hétérogène, caractérisée par la présence d'une double population : de gros grains entourés par une série de petits grains, leur taille mesurées par le logiciel Visilog est donnée dans le tableau 9.

Température de mise en solution (°C)	Diamètre min de grain (µm)	Diamètre max de grain (µm)	Diamètre moy de grain (µm)
Réception	9.81	235.51	57.98
960 (1h)	10.04	183.21	58.34
980(1h)	9.09	207.25	59.80
1050(1h)	11.93	245.76	60.88
1190(1h)	9.36	244.87	86.49

Tableau 9 : Valeurs du diamètre des grains mesurés à différentes température de mise en solution .

On remarque que le diamètre minimal de grain varie de façon alternative avec l'augmentation de la température de mise en solution, cela peut être expliqué, soit par le grossissement de certains grains fins, non révélé à l'état de réception du faite de leur taille très fine, dans le cas ou la recristallisation n'est pas encore commencée, soit par l'apparition de nouveaux grains germés, quand la recristallisation est déclenchée. Par contre le diamètre maximal de grain diminue pour la température de mise en solution de 960°C, mais commence à augmenter à partir de 980°C et continue à croître jusqu'au début de recristallisation, ou elle se stabilise vers 245 µm à 1190°C.

Les valeurs de diamètre moyen donnés au tableau 9, permettent de tracer la courbe présentant la variation de la taille de grain en fonction de la température de mise en solution, comme est illustré dans la figure 55.

D'après la courbe, la taille moyenne de grain est presque constante, pour des températures de mise en solution inférieure à 960°C. Elle varie légèrement de 58 µm à 60 µm. Car à ces températures, les précipités présents dans l'alliage, tels que les carbures ne sont pas encore dissous, ce qui provoque un ancrage (blocage) des joints des grains par ces précipités inter-granulaires. Mais à partir de la température de mise en solution de 1050°C, la taille de grain augmente progressivement avec l'augmentation de la température de mise en solution, et atteint une taille de 86,49 µm à 1190°C. Cela ne peut être expliqué que par la dissolution graduée des précipités inter-granulaires, ce qui déclenche le mouvement des joints de grains et conduit au grossissement des grains.

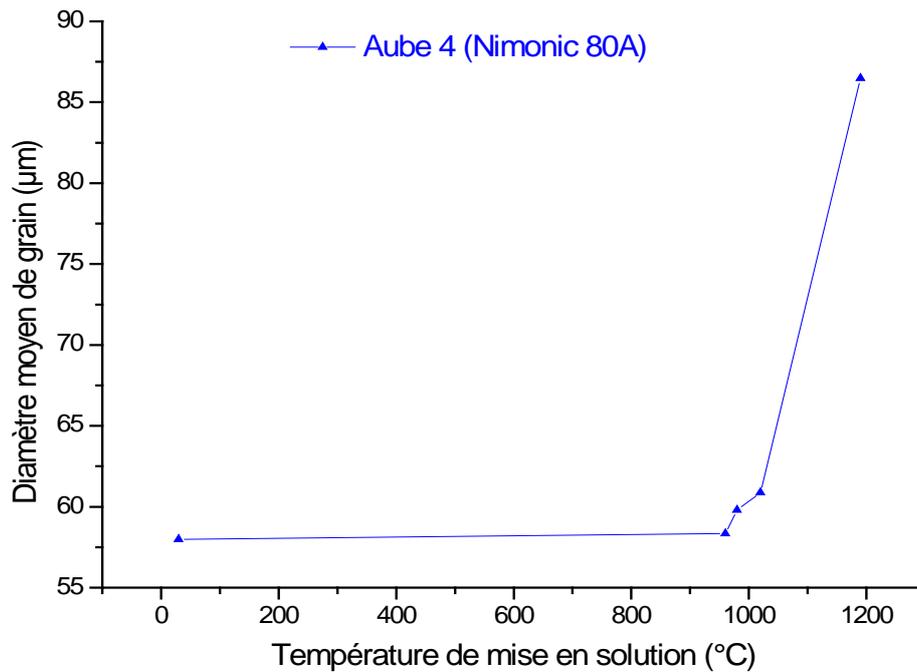
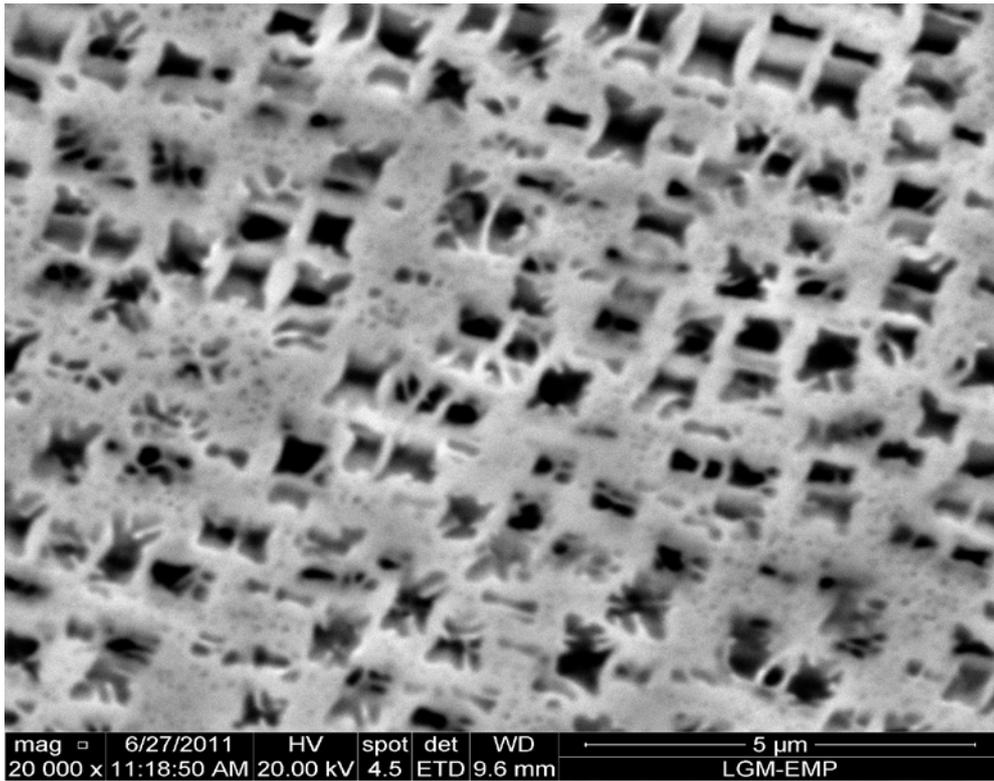


Figure 55 : Evolution du diamètre moyen de grains de l'aube 4 (Nimonic 80A) en fonction de la température de mise en solution.

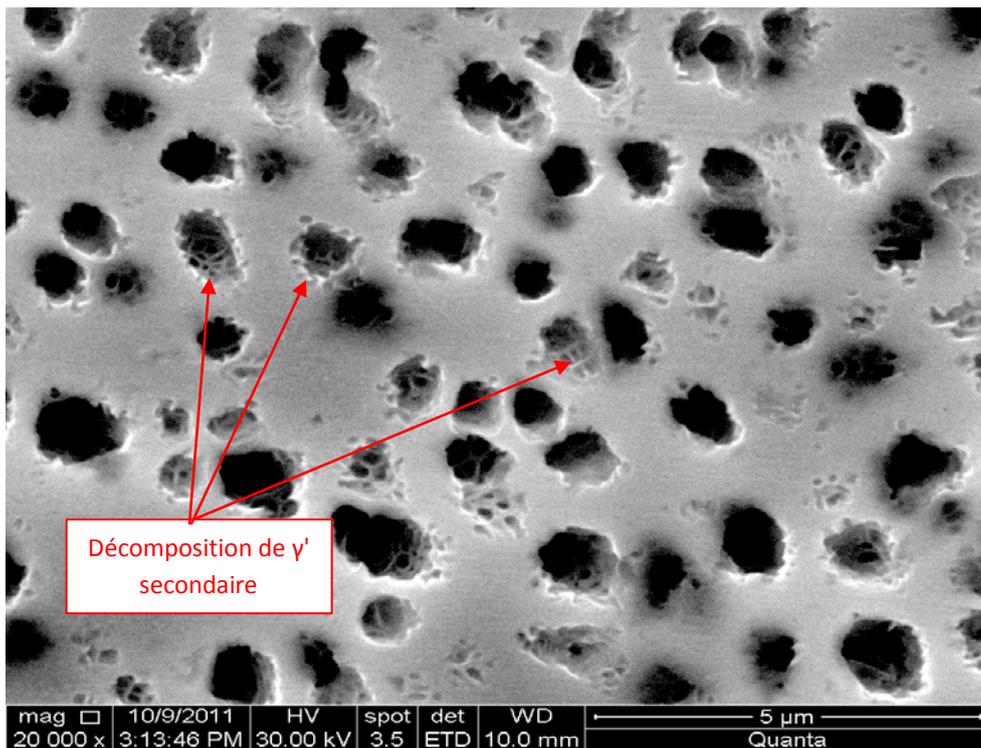
3.1.3. Caractérisation par microscopie électronique à balayage de l'aube 1 (Inconel 738)

Les métallographies représentées dans la figure 56 montrent les microstructures de l'aube 1 (Inconel 738) obtenues au MEB, à l'état de réception et après mise en solution aux températures 1100°C et 1190°C, suivi d'un refroidissement à l'air libre. Elles confirment que le traitement de mise en solution à ces températures pendant une heure, n'aboutit qu'à une mise en solution très partielle de la phase durcissante γ' , il s'agit surtout des particules très fine des précipités γ' tertiaires, les autres particules restantes vont subir une coalescence et une augmentation de leur taille avec l'augmentation de la température de mise en solution. On constate que la fraction volumique de précipités γ' dissoute augmente avec la température de mise en solution. En effet, les métallographies montrent que la dissolution complète des précipités gamma prime tertiaires γ'_{III} à la température de mise en solution 1100°C, et puis l'absorption des petites précipités gamma prime secondaires γ'_{II} par des grandes à 1190°C (figure 56b), plus une sphéroïdisation des précipités γ' secondaires à cette température dû à leurs coalescence (figure 56b), suivi d'une décomposition de certaines particules de celles-ci. En augmentant la température de mise en solution à 1190°C, avant leur dissolution complète dans la matrice, comme est illustré dan la figure 56c. Les métallographies montrent aussi une certaine homogénéisation de la taille des précipités γ' avec l'augmentation de la température de mise en solution.

a) état de réception (aube1)



b) mise en solution à la température 1100°C



c) mise en solution à la température 1190°C

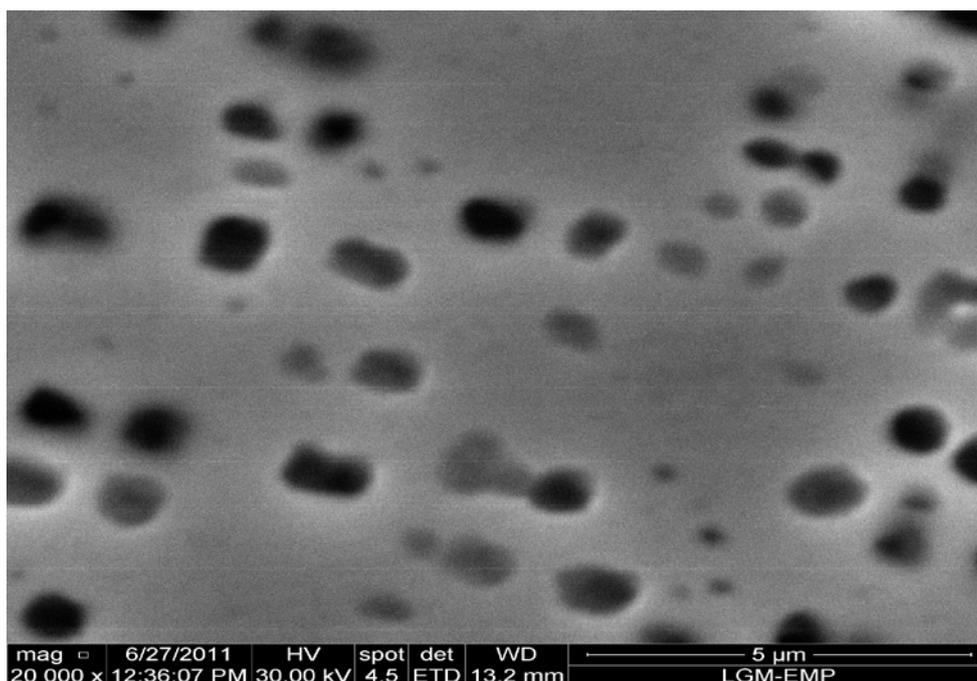


Figure 56 : Observation par MEB de l'évolution de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la température de mise en solution.

L'analyse quantitative donnée par le logiciel Visilog 6.9 des métallographies prises au MEB, après un traitement d'image à l'aide de l'outil Photoshop, permet de donner la distribution de la taille des précipités de la phase durcissante γ' de l'aube 1 (Inconel 738) aux différentes températures de mise en solution. Les histogrammes des figures 57 et 58 présentent cette distribution pour des températures de mise en solution de 1100°C et 1190°C respectivement, et un maintien d'une heure suivi d'un refroidissement à l'air libre.

D'après les histogrammes, la taille des précipités γ' est comprise entre (206.53 nm-1053.39 nm) avec un diamètre moyen de 587.63 nm, pour la température de mise en solution de 1100°C (figure 57), et entre (84.71 nm-317.06nm) avec un diamètre moyen de 198.65 nm, pour la température de mise en solution de 1190°C (figure 58).

En comparant les deux histogrammes, on constate que les précipités γ' subissent une coalescence, ce qui augmente la taille des précipités γ' et atteint une taille maximale à une température critique T_s ($1100^\circ\text{C} < T_s < 1190^\circ\text{C}$), qui correspond à la température de solvus de γ' , à partir de cette température, les précipités vont commencer à se décomposer avant leur dissolution, ce qui provoque la diminution de leur taille, cela qui confirme les résultats de l'observation métallographique par MEB.

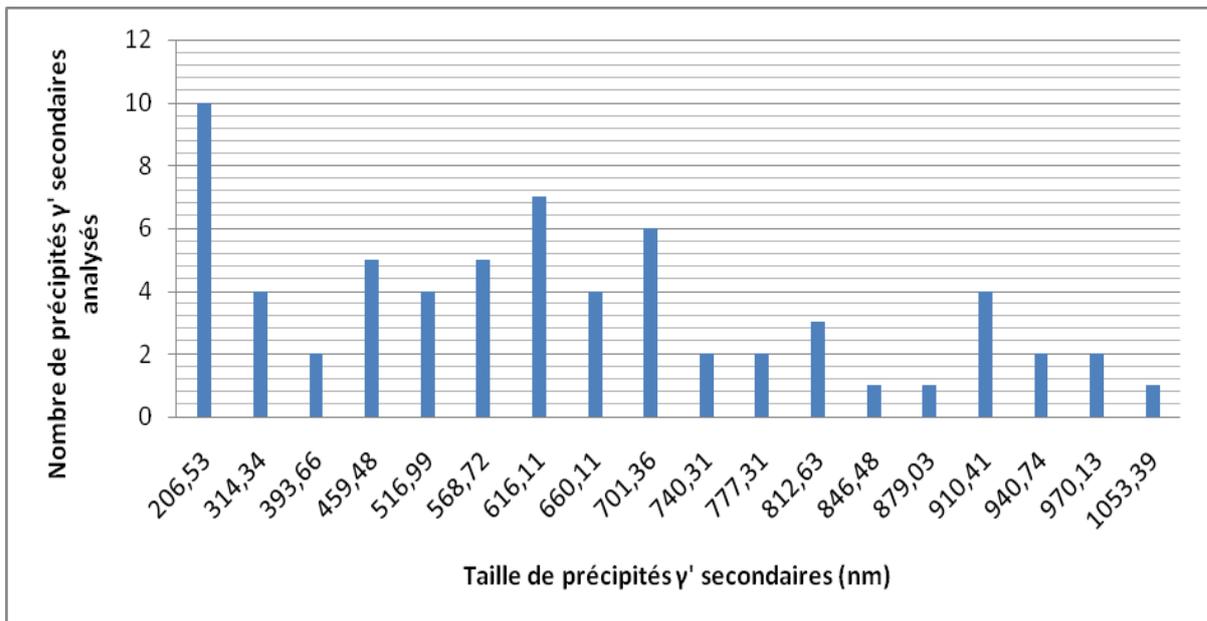


Figure 57 : Distribution de la taille des précipités γ' en (μm), après un traitement de mise en solution à 1100°C (1h).

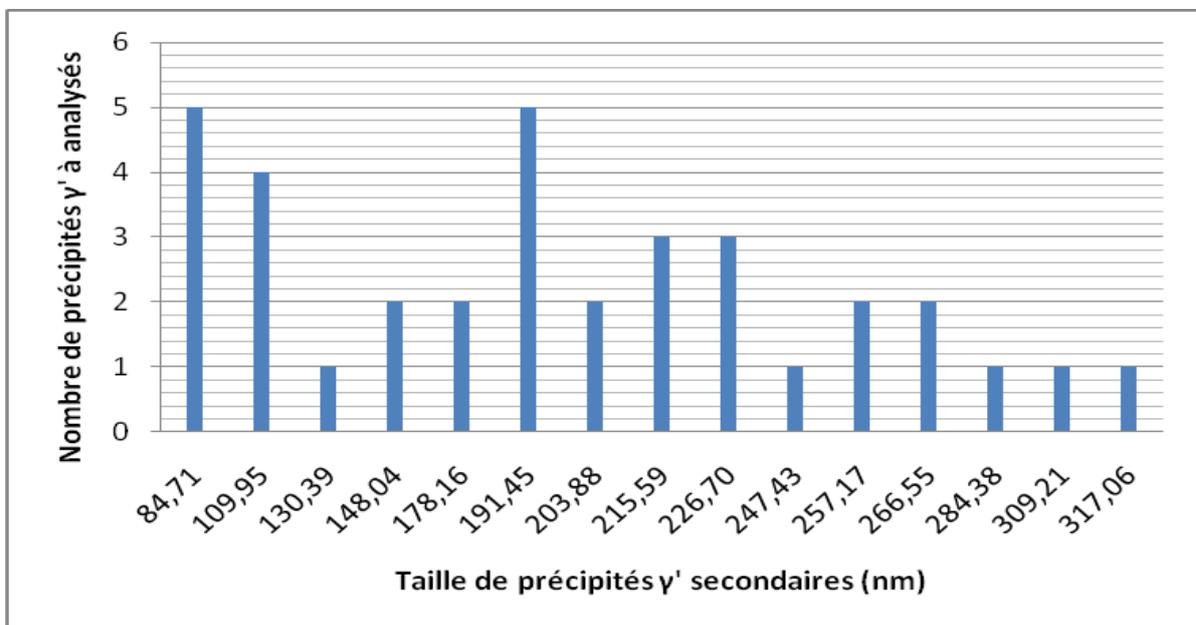


Figure 58 : Distribution de la taille des précipités γ' en (μm), après un traitement de mise en solution à 1190°C (1h).

a)-Influence de la température de mise en solution sur le taux de précipités γ'

Le taux de phase de l'aube 1 (Inconel 738), après mise en solution aux températures 1100°C et 1190°C pendant 1h suivi d'un refroidissement à l'air, est calculé systématiquement par le logiciel Visilog. Les résultats sont donnés directement par les tableaux respectifs 10 et 11.

On remarque que le taux de précipités diminue de l'état de réception (41,24 %) à 15.85 %, après mise en solution à la température 1100°C, et continue à diminuer à 12.26 %

en augmentant la température de mise en solution à 1190°C. On confirme que la dissolution des précipités γ' augmente avec la température de mise en solution.

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm	
Surface	Champ =	90,31	μm^2	
Image :	Aube 1 (Inconel) mise en solution à 1100°C (1h)			5 μm x 20000
Phase 1 :	Gamma prime γ'			
Phase 2 :	Matrice gamma γ			
Echantillon :				
Champ	S Ph1 γ' (μm^2)	Taux Ph1 γ' (%)	S Ph2 γ (μm^2)	Taux Ph2 γ (%)
Echantillon	14,31	15,85	76,00	84,15

Tableau 10 : Calcul du taux des phases de l'aube 1 (Inconel 738) après mise en solution à 1100°C pendant 1 h suivi d'un refroidissement à l'air, donné par le logiciel Visilog 6.9.

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm	
Surface	Champ =	14,42	μm^2	
Image :	Aube1 (1190°C 1h)			
Phase 1 :	la phase gamma prime γ'			
Phase 2 :	la matrice gamma γ			
Echantillon :				
Champ	S Ph1 (μm^2)	T Ph1 (%)	S Ph2 (μm^2)	T Ph2 (%)
Champ 1	1,77	12,26	12,69	87,74
Echantillon	1,77	12,26	12,69	87,74

Tableau 11 : Calcul du taux des phases de l'aube 1 (Inconel 738) après mise en solution à 1190°C pendant 1 h suivi d'un refroidissement à l'air, donné par le logiciel Visilog 6.9.

Les valeurs des résultats de l'analyse quantitative en fonction de la température de mise en solution sont résumées dans le tableau 12:

Température de mise en solution (°C)	Taille moyenne de γ' (nm)	Taux de phase γ' (%)
RECEPTION (30°C)	481,64	41,24
1100	585,92	15,85
1190	135,58	12,26

Tableau 12 : Résultat du taux de phase et de la taille des précipités γ' à l'état de réception et après mise en solution à différentes températures de mise en solution de l'aube 1.

A partir du tableau, on peut tracer les courbes qui représentent la variation du taux et de la taille des précipités γ' de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la température de mise en solution, pour un maintien d'une heure, suivi d'un refroidissement à l'air libre (figure 59 et 60).

La courbe montre que le taille des précipités augmente avec l'augmentation de la température de mise en solution, jusqu'à la température de solvus γ' ($1100^{\circ}\text{C} < T_s < 1190^{\circ}\text{C}$), à partir de cette température, la taille diminue à cause de la décomposition et de la dissolution des ces précipités dans la solution solide. Par contre le taux des précipités γ' diminue avec la température de mise en solution, la vitesse de cette diminution de ce taux est plus élevée à partir de début de dissolution des précipités γ' .

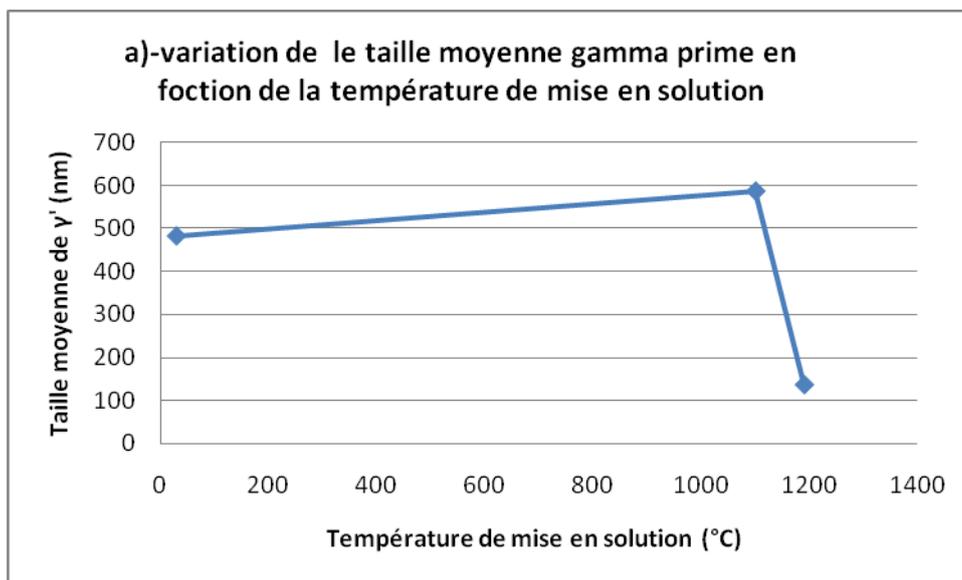


Figure 59 : variation de la taille des précipités γ' de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la température de mise en solution.

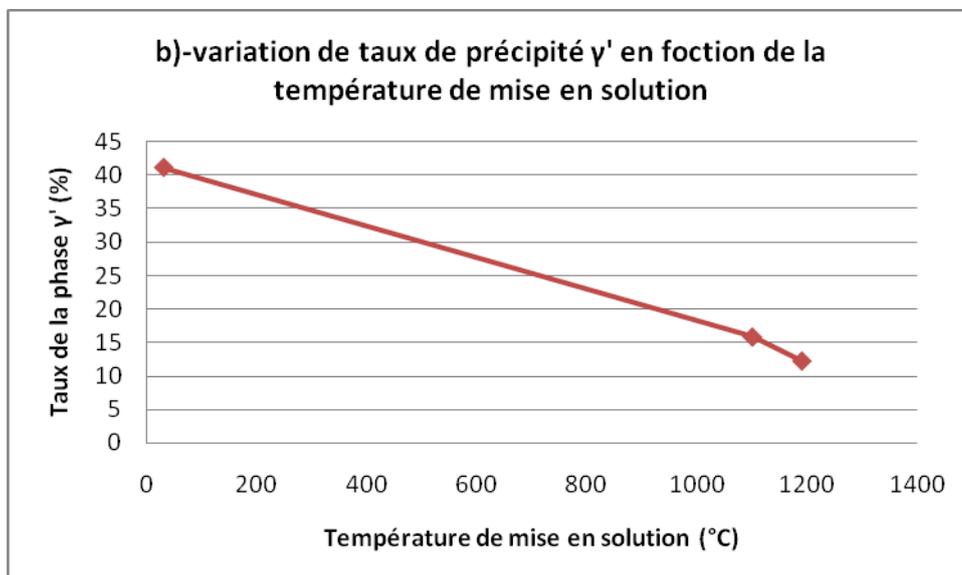


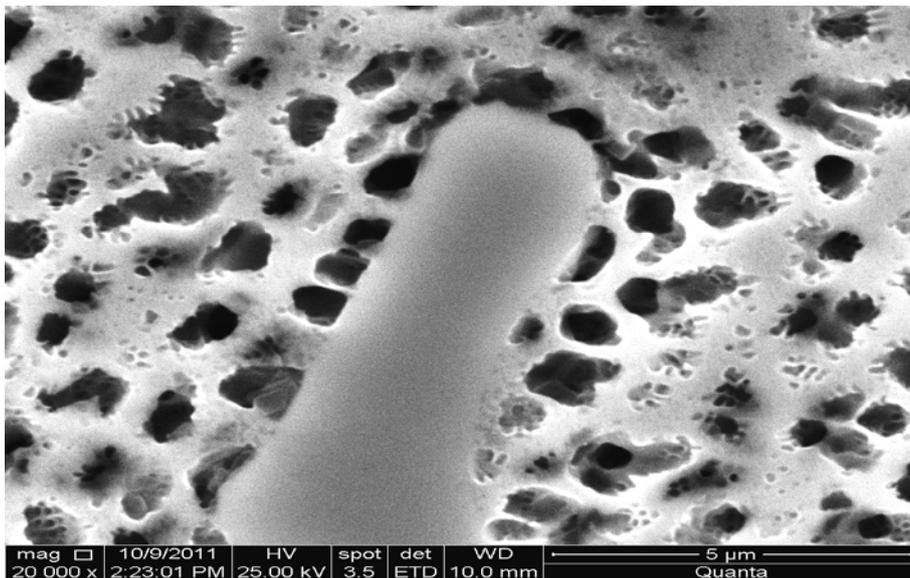
Figure 60 : Variation du taux des précipités γ' de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la température de mise en solution.

b)-Influence de la température de mise en solution sur les carbures et les joints des grains

La figure 61 montre la présence des carbures inter et intra granulaires après des traitements de mise en solution à 1120 °C, et cela est dû à la stabilité des carbures par le niobium, dont leur pourcentage en poids dans la composition est supérieur à 15% (EDS2) [26].

La formation des phases TCP (topologically closed packed) est souvent associée à la présence de carbures de type $M_{23}C_6$ et M_6C , donc le superalliage peut devenir fragile s'il est décarburé [23].

a) Mise en solution à 1100°C (1h)



b) Mise en solution à 1120°C (1h)

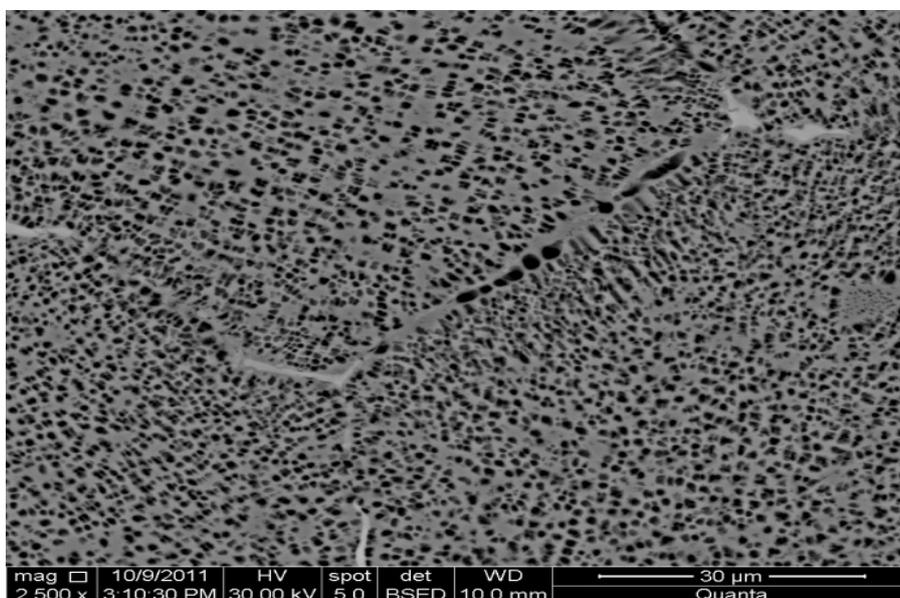
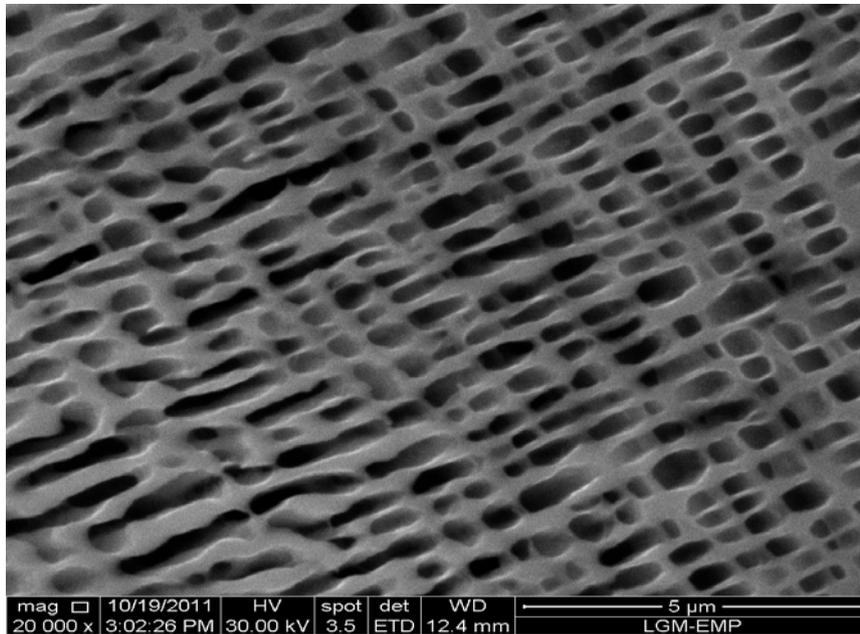


Figure 61 : Observation par le MEB de l'influence de la température de mise en solution sur les carbures et les joints des grains dans la microstructure de l'aube1.

c)- Influence de la température de mise en solution sur les constituants eutectiques et les phases TCP

D'après l'observation métallographique au MEB, après traitement de mise en solution, on remarque que la fraction volumique des constituants eutectiques γ/γ' , ainsi que les phases TCP diminuent avec la température de mise en solution (figure 62), à cause de la décomposition de celles-ci.

a) mise en solution à 1100°C (1h)



b) mise en solution à 1190°C (1h)

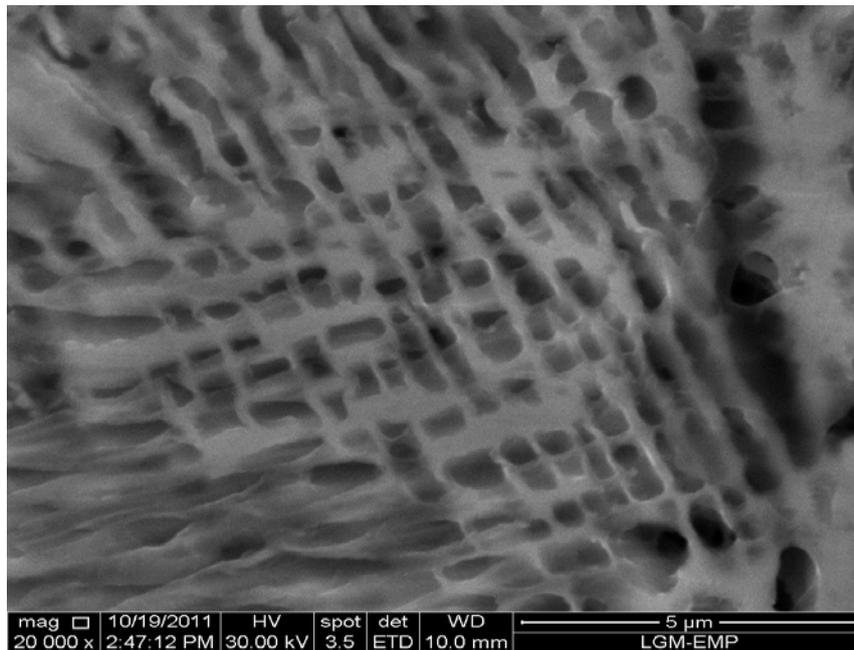


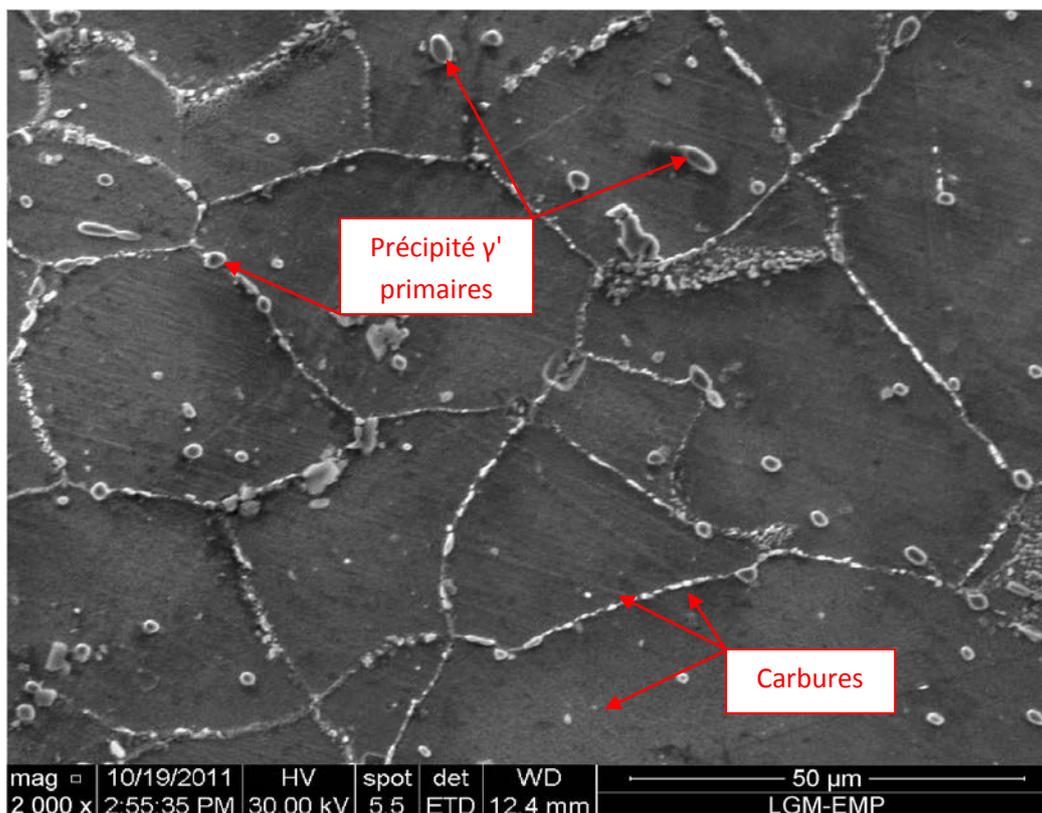
Figure 62 : Observation par le MEB de l'influence de la température de mise en solution sur les constituants eutectiques et phases TCP l'aube 1 (Inconel 738),

3.1.4. Caractérisation par microscopie électronique à balayage de l'aube 4 (Nimonic 80 A)

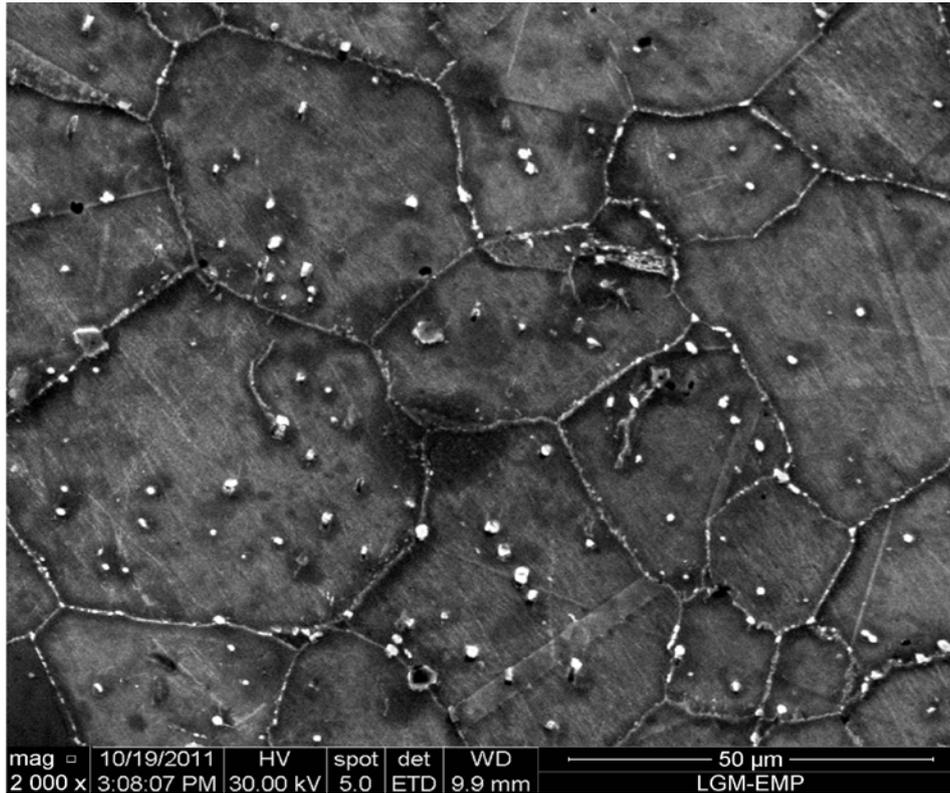
Les métallographies des figures 63 montrent les microstructures de l'aube 4 Nimonic 80A, obtenues à l'état de réception et après mise en solution aux températures 980°C et 1050°C pendant une heure de maintien, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

D'après ces métallographies, on remarque que pour des températures inférieures à 1000°C, la mise en solution n'aboutit qu'à une dissolution partielle des précipités, et que la dissolution de celle-ci augmente avec la température de mise en solution surtout à partir des températures supérieures à 1050°C, car la gamme des températures de la mise en solution entre 960°C et 1050°C est inférieure à la température de solvus de précipités inter-granulaires γ' primaires ($T_{\gamma'}$ solvus) et des carbures. mais quand la température de mise en solution augmente, la taille de grain augmente aussi et la fraction résiduelle des précipités γ' primaires diminue. Alors on peut noter que la dispersion des tailles de grains mesurées dans l'alliage est de plus en plus grande quand la température de remise en solution augmente.

a) état de réception



b) mise en solution à 980°C



c) mise en solution à 1050°C

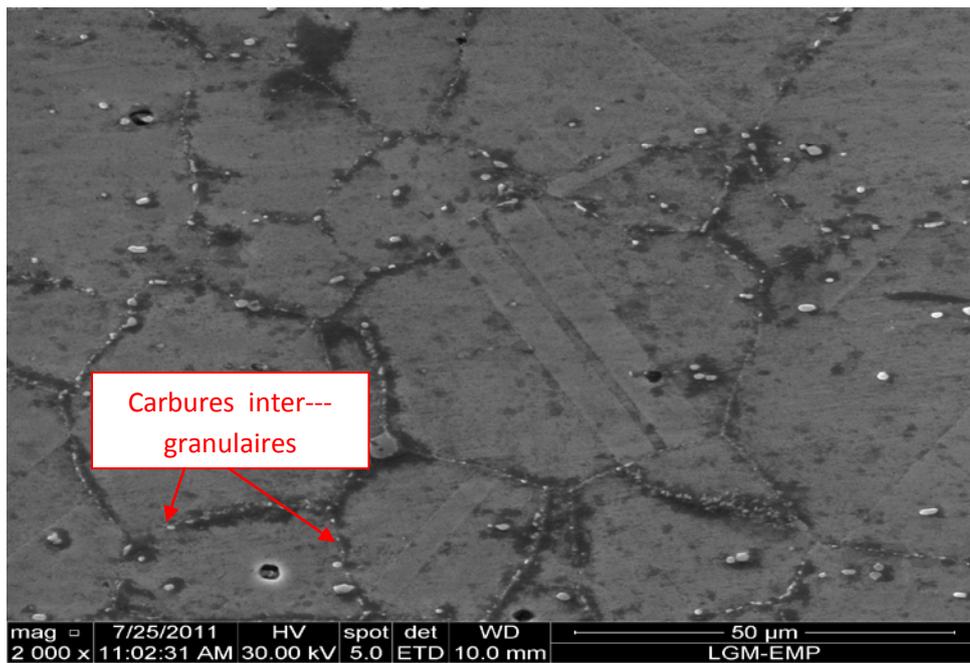


Figure 63 : Evolution de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A) en fonction de de la température de mise en solution.

3.2. Caractérisation mécanique par essai de microdureté

Les mesures de microdureté réalisées sur des échantillons des aubes 1 et 4, après mise en solution aux différentes températures (960°C, 980°C, 1100°C et 1190°C), pour un maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air libre, ainsi que les caractéristiques microstructurales sont donnés dans le tableau 13.

Température de mise en solution (°C)	Aube 1 (Inconel 738)			Aube 4 (Nimonic 80A)	
	Microdureté HV _{0,5}	Taille de précipité γ' (nm)	Taux de précipités γ' (%)	Microdureté HV _{0,5}	Diamètre de grains (μm)
état de réception 30°C	384,97	481,64	41.24	360,66	57,98
960°C	361,56	510,52	23,65	304,23	58,34
980°C	361,05	511,14	23,27	291,68	59,80
1050°C	-	-	-	-	60.88
1100°C	358,03	585,92	15.85	275,78	73,03
1190°C	325,25	198.65	12.26	263,83	86,49

Tableau 13: Valeurs de microdureté et caractéristiques microstructurales de l'aube 1 et 4 à l'état de réception et après mise en solution à différentes températures, pour un temps de maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

D'après les valeurs du tableau, on peut tracer la courbe de la figure 64, présentant la variation de la microdureté des aubes 1 et 4 en fonction de la température de mise en solution.

D'après la courbe, on remarque que la microdureté des aubes 1 et 4, diminue avec l'augmentation de la température de mise en solution, cette diminution est plus marquée dans l'aube 4 (Nimonic 80A) pour des températures inférieures à 1100°C, à cause de leur faible taux des précipités γ' , où la microdureté de l'aube 4 chute à partir de 960°C, début de dissolution des carbures secondaires de type M_{23}C_6 , tels que les carbures Cr_{23}C_6 contenant dans les joints des grains de cet superalliage. Par contre la chute de la dureté de l'aube 1 (Inconel), à partir de 1100°C, est justifiée par la dissolution partielle des précipités γ' [35].

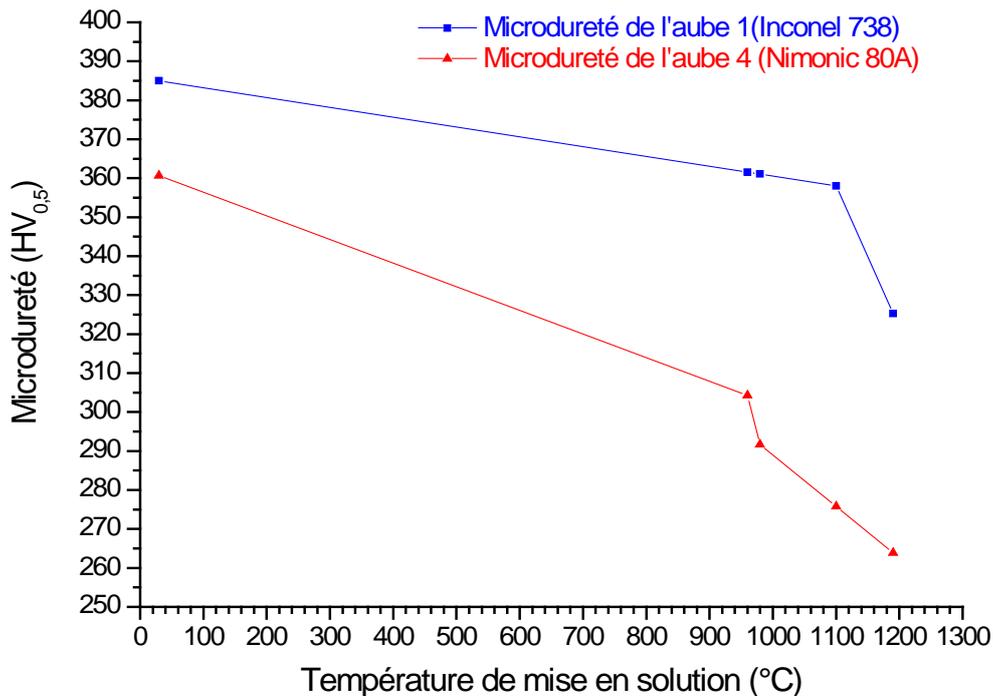


Figure 64: Variation de la microdureté des aubes 1 et 4 en fonction de la température de mise en solution, pour un maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air.

3.2.1. Influence de la microdureté en fonction de la taille et le taux des précipités γ' de l'aube 1 (Inconel 738)

Le tableau 13, nous permet aussi de tracer les courbes des figures 65 et 66, présentant la variation de la microdureté de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la taille moyenne et du taux des précipités γ' , après un traitement de mise en solution aux différentes températures, pendant un temps de maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

Les courbes illustrent l'influence de taille et du taux de précipités γ' sur la microdureté, après les traitements de mise en solution, et cela justifie par un l'accroissement de celle-ci, avec l'augmentation du taux des précipités γ' (figure 34), cette croissance est plus importante pour des taux inférieurs à 21 %. Et par la décroissance de la microdureté en fonction de la taille moyenne des précipités γ' , cette décroissance est plus importante pour des tailles supérieures à 510 nm.

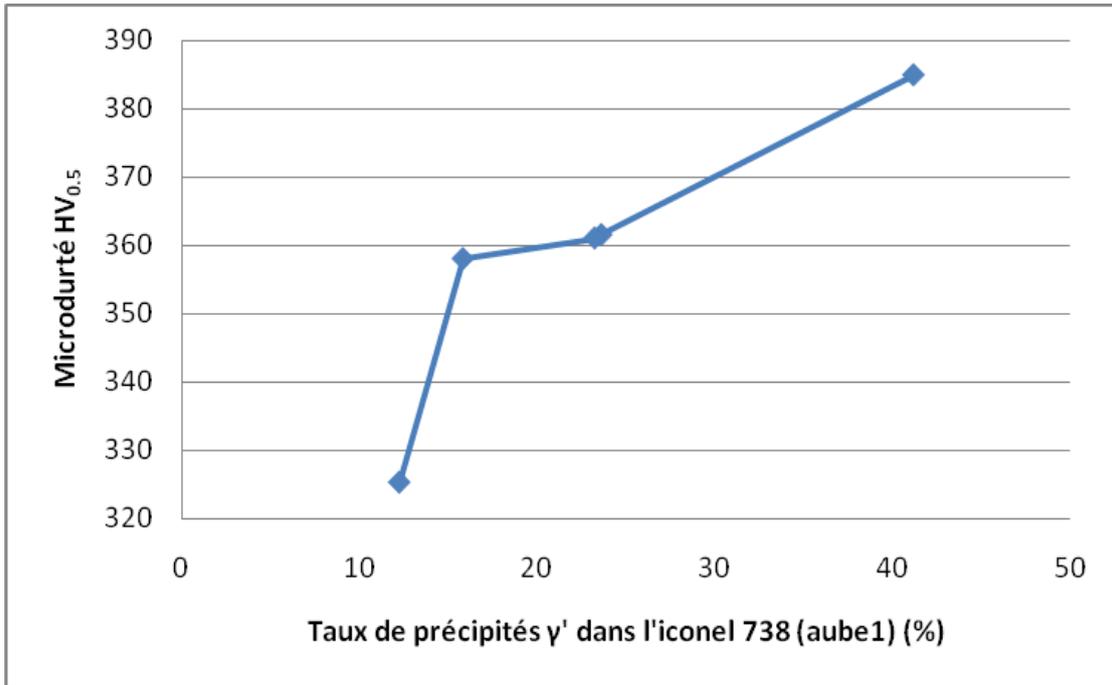


Figure 65: Variation de la microdureté de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction du taux des précipités γ' , après mise en solution.

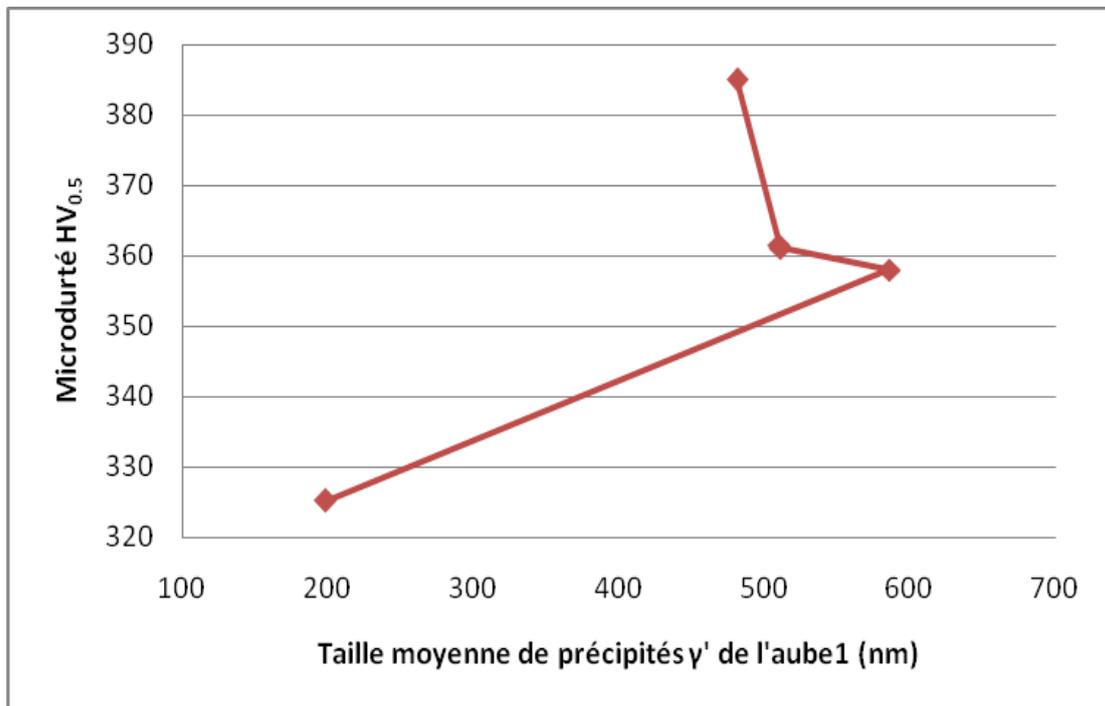


Figure 66: Variation de la microdureté de l'aube 1 (Inconel 738) en fonction de la taille moyenne des précipités γ' , après mise en solution.

3.2.2. Influence de la microdureté en fonction la taille de grain de l'aube 4 (Nimonic 80A)

La figure 67 montre la diminution de la microdureté de l'aube 4 (Nimonic 80A) avec l'augmentation du diamètre de grain, après les traitements de mise en solution. Cette diminution est plus importante pour des diamètres inférieurs à 60 μm .

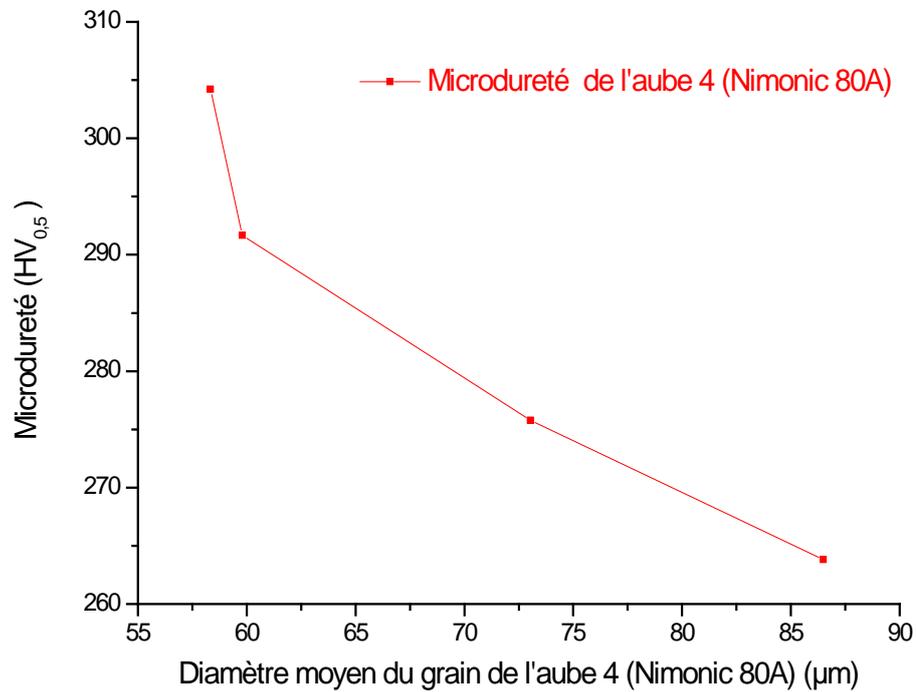


Figure 67: Variation de la microdureté de l'aube 4 (Nimonic 80A) en fonction du diamètre moyen des grains.

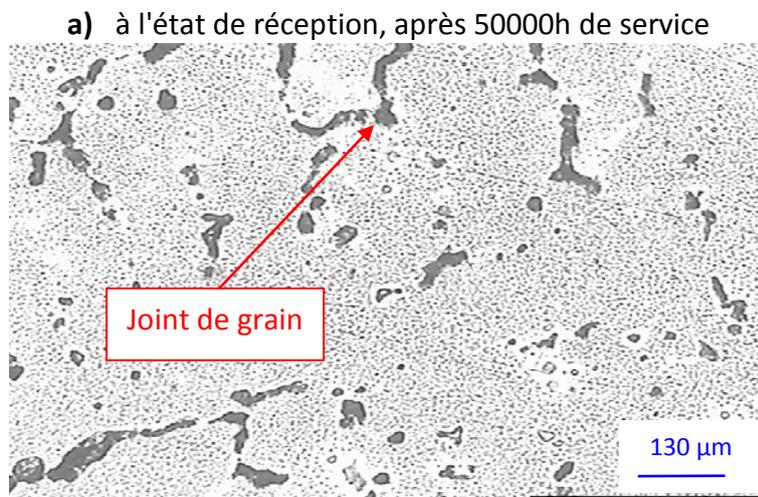
4. Traitement de revenu (précipitation)

4.1. Analyse microstructurale après mise en solution+ revenu étagée

4.1.1. Caractérisation au MO de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738)

La figure 68 présente la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738), à l'état de réception (50000h de service) et après mise en solution à 1050°C pendant 1h et un refroidissement à l'air libre, suivi d'un revenu à deux étapes (chauffage à 760°C pendant 4h, et un refroidissement dans le four jusqu'à 620°C, puis un maintien à 760°C pendant 4h, suivi d'un refroidissement à l'air libre).

Elle montre que la taille des grains et joints des grains diminuent après le traitement de mise en solution suivi d'un revenu à deux étapes. Cela est dû à la dissolution partielle des précipités γ' et des microfilms des carbures situés dans les joints des grains au cours de traitement de mise en solution à 1050°C, et le remplacement de ces particules, par de nouvelles précipités γ' tertiaires de taille plus fine et des carbures primaires de types MC. Ce qui permet d'améliorer les propriétés du matériau.



b) revenu à deux étage (après mise solution 1050°C(1h)/air + revenu 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620°C(4h)/l'air)

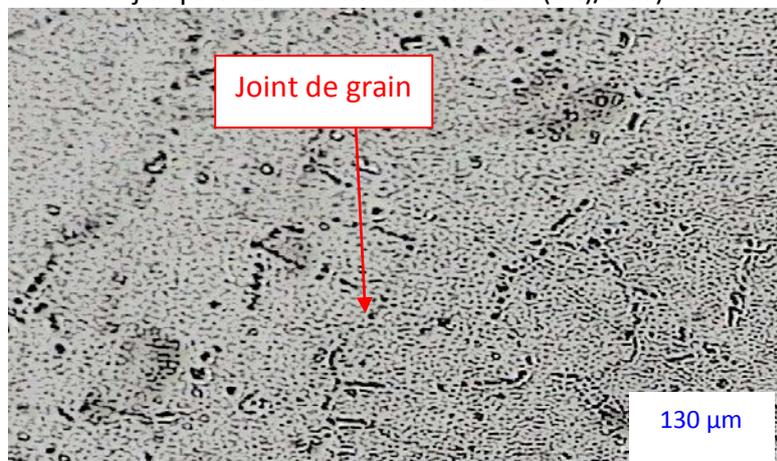


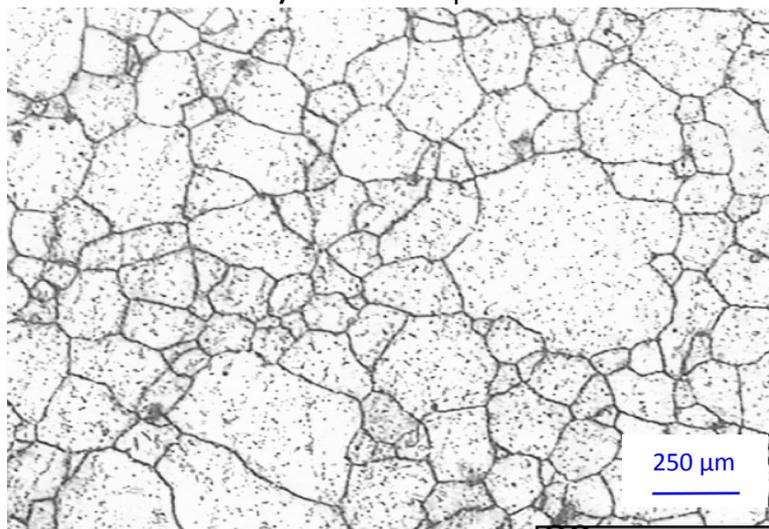
Figure 68: Observation au MO de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738), à l'état de réception et après mise solution 1050°C(1h)/air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

4.1.2. Caractérisation au MO de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A)

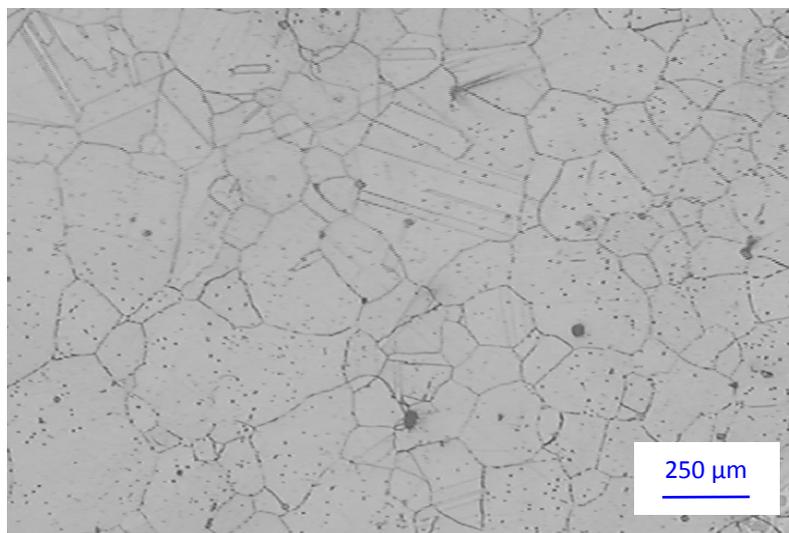
La figure 69 présente la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A), à l'état de réception (50000h de service), après mise en solution à 1050°C, et après mise en solution à 1050°C pendant 1h et un refroidissement à l'air libre, suivi d'un revenu à deux étages (chauffage à 760°C pendant 4h, et un refroidissement dans le four jusqu'à 620°C, puis un maintien à 760°C pendant 4h, suivi d'un refroidissement à l'air libre). Elle montre que la microstructure de l'aube 4 reste équilibrée après mise en solution suivi d'un revenu étagé, avec l'existence de quelques macles.

À plus fort grossissement, on devine les précipités de la phase durcissante γ' primaires, ainsi que les carbures tels que MC, $M_{23}C_6$, situés dans les grains et les joints de grains (figure 70).

a) état de réception



b) mise en solution à la température 1050°C pendant 1h/refroidissement à l'air.



C) mise en solution à la température 1050°C (1h)/l'air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

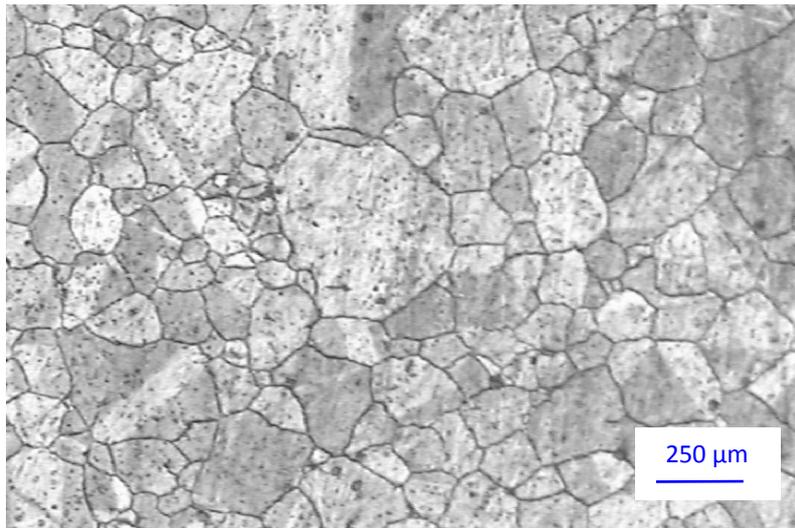


Figure 69: Observation au MO de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A), à l'état de réception, après mise en solution à 1050°C, et après mise solution 1050°C(1h)/air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

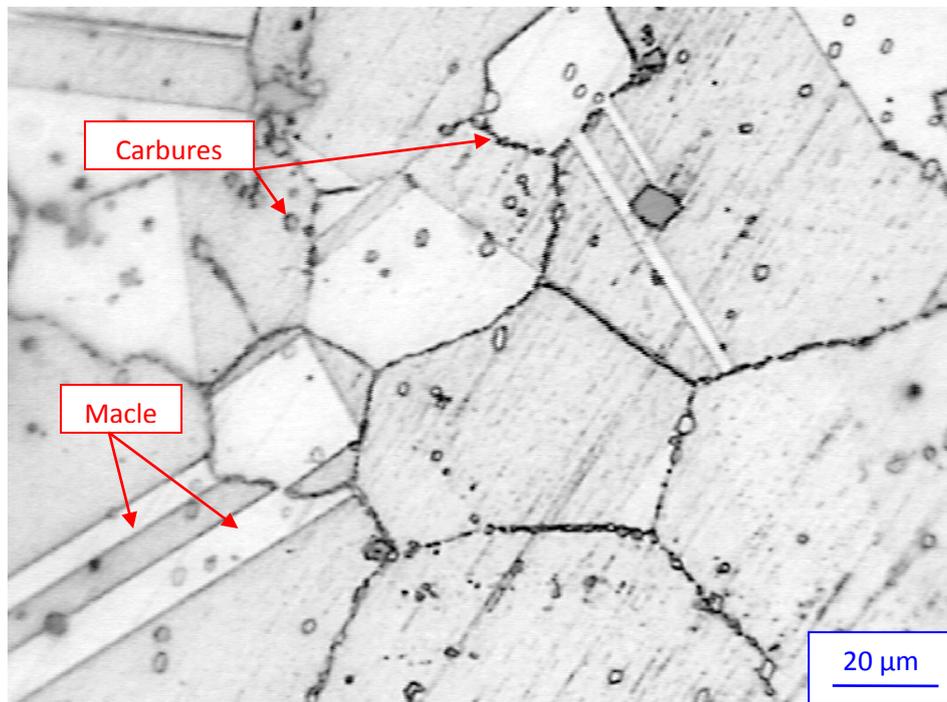


Figure 70 : Observation au MO pour de fort grossissement de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution suivi d'un traitement de revenu étagé.

La taille des grains dans l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution, suivi d'un revenu étagé est toujours hétérogène, est caractérisée par la présence d'une double population : de gros grains entouré par une série de petits grains, leurs tailles mesuré par le logiciel Visilog est données dans par l'histogramme de la figure 71.

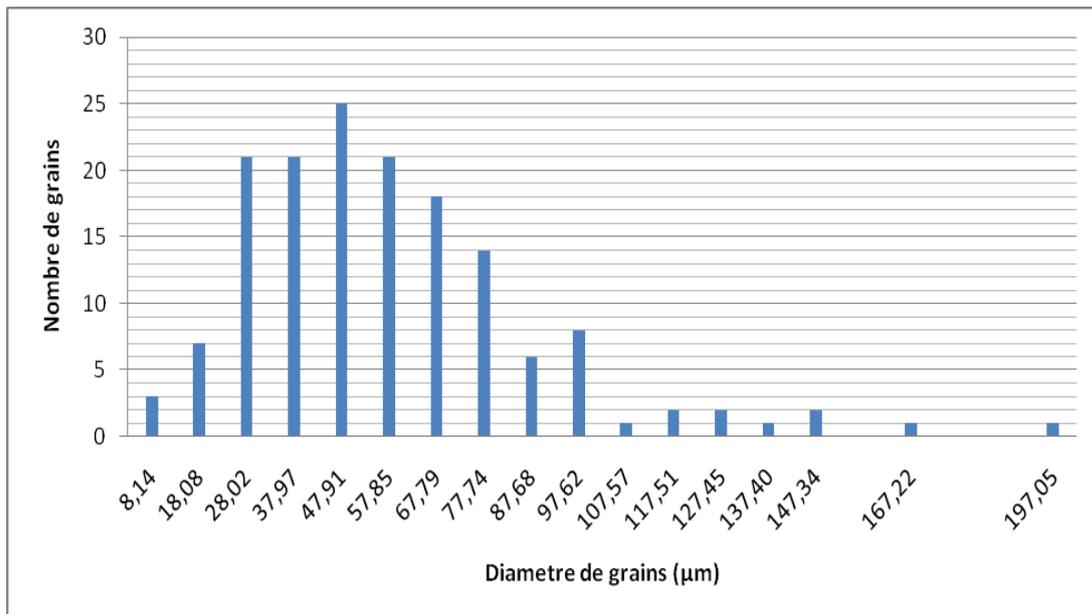


Figure 71 : Distribution de la taille des grains de l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution suivi d'un traitement de revenu étagé.

On remarque que la distribution de la taille des grains est concentrée entre 28 μm et 77 μm avec un diamètre moyen de 58,17 μm. Les résultats de mesure de la variation du diamètre moyen, depuis l'état de réception, jusqu'au traitement de revenu sont résumés dans le tableau 14.

Traitement	Diamètre moyen de grain (μm)
Etat de réception (30°C), après 50000 h de service	57,98
Mise en solution à 1050°C (1h)/air	60,88
Mise en solution à 1050°C(1h)/air + 720°C(4h)/four jusqu'à 620°C + Maintien 620°C(4h)/air	58,17

Tableau 14 : Valeurs du diamètre moyen de grain de l'aube 4, depuis l'état réception jusqu'au traitement de revenu

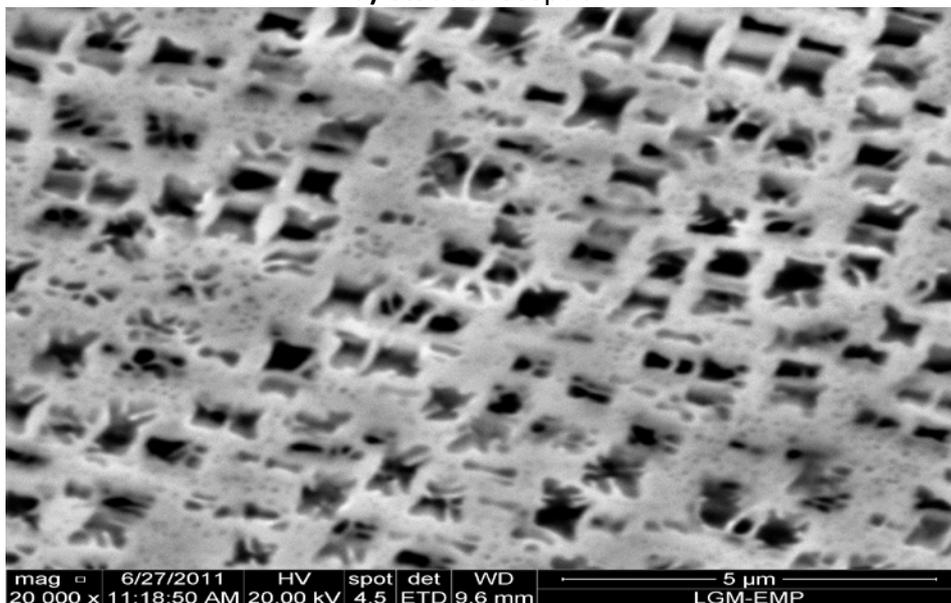
D'après le tableau, on constate que la taille moyenne de grain augmente légèrement, après traitement de mise en solution à 1050°C, à cause de la dissolution partielle des précipités γ' et carbures situés dans les joints des grains, qui bloquaient le mouvement de ces joints. Mais, après le traitement de revenu étagé, cette taille va diminuer légèrement, cela est justifié par la précipitation de nouveaux précipités tels que les carbures et γ' tertiaires, de taille plus fine de celles qu'étaient avant traitement.

4.1.3. Caractérisation au MEB de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738)

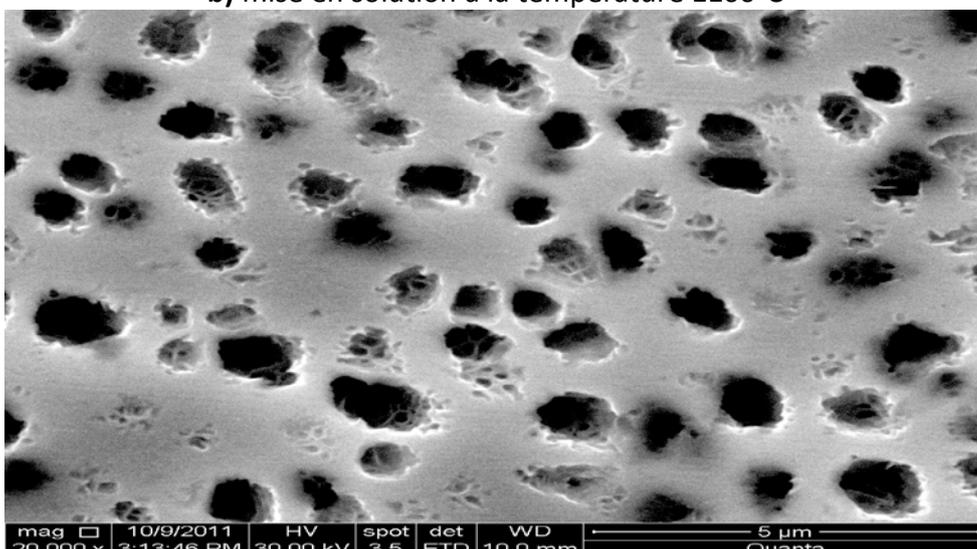
La figure 72 présente la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738) à l'état de réception (après 50000h de service), après mise en solution à 1100°C suivi d'un refroidissement à l'air, et après traitement de revenu étagé, qui consiste à une mise en solution à 1100°C (refroidissement à l'air) pendant 1h, suivi d'un revenu à 760°C pendant 4h, puis refroidi au four jusqu'à 620°C, plus un maintien à 620°C pendant 4h, et enfin refroidi à l'air libre.

D'après les métallographies de cette figure, on remarque que les précipités γ' dissolues lors de traitement de mise en solution à 1100°C (figure 72b), vont subir une croissance de leurs taux après le traitement de revenu étagé (figure 72c), ce qui provoque l'augmentation du taux globale de la phase durcissante γ' . Ces nouvelles particules appartiennent à la population des précipités γ' tertiaires, dû faite de leurs tailles plus fine, ce qui engendre un durcissement plus important du matériau, et augmente leur propriétés mécaniques.

a) état de réception



b) mise en solution à la température 1100°C



c) mise en solution à la température 1050°C (1h)/l'air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

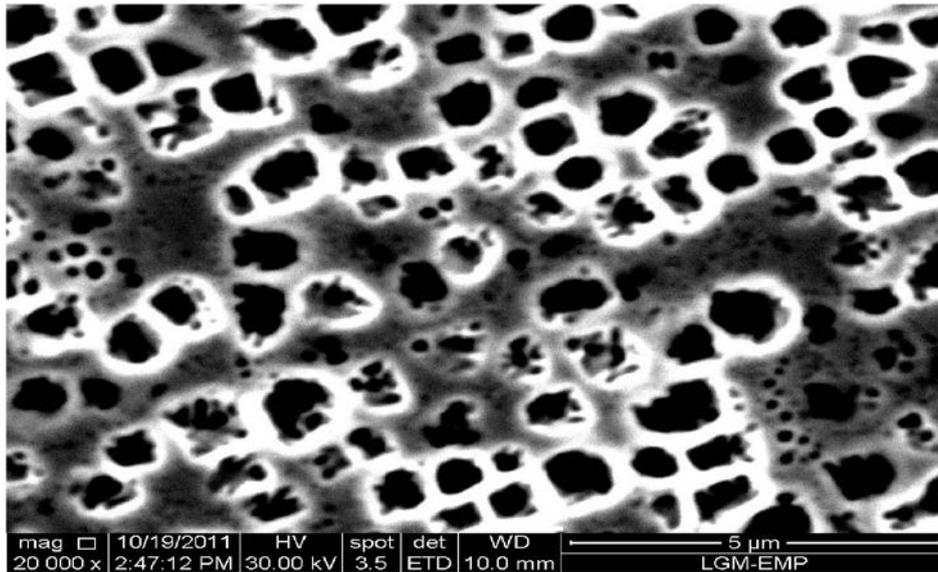


Figure 72 : Observation par MEB de la microstructure de l'aube 1 (Inconel 738) après mise en solution à la température 1050°C (1h)/l'air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

Les valeurs de la taille et du taux des précipités γ' , sont déterminées à partir de l'analyse quantitative à l'aide du logiciel Visilog.

Les taux des phases dans l'Inconel 738, après mise en solution + traitement de revenu, sont donnés dans le tableau 15. On remarque que le taux des précipités γ' est de 34,68 %, il est inférieure à celui de l'état de réception (42,24 %), mais supérieure aux taux obtenu, après mise en solution à 1100°C (15,85 %).

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm	
Surface	Champ =	13,46	μm^2	
Image :	Aube 1 (Inconel) mise en solution + revenu étagé			5 μm x 20000
Phase 1 :	Gamma prime γ'			
Phase 2 :	Matrice gamma γ			
Echantillon :				
Champ	S Ph1 γ' (μm^2)	Taux Ph1 γ' (%)	S Ph2 γ (μm^2)	Taux Ph2 γ (%)
Echantillon	4,72	34,68	8,82	65,14

Tableau 15 : Calcul du taux des phases de l'aube 1 (Inconel 738) après mise en solution suivi de traitement de revenu à deux étages.

L'analyse quantitative a permis de calculer la distribution des tailles des précipités γ' secondaires et tertiaires, elle est donnée par les histogrammes des figures 73 et 74, respectivement.

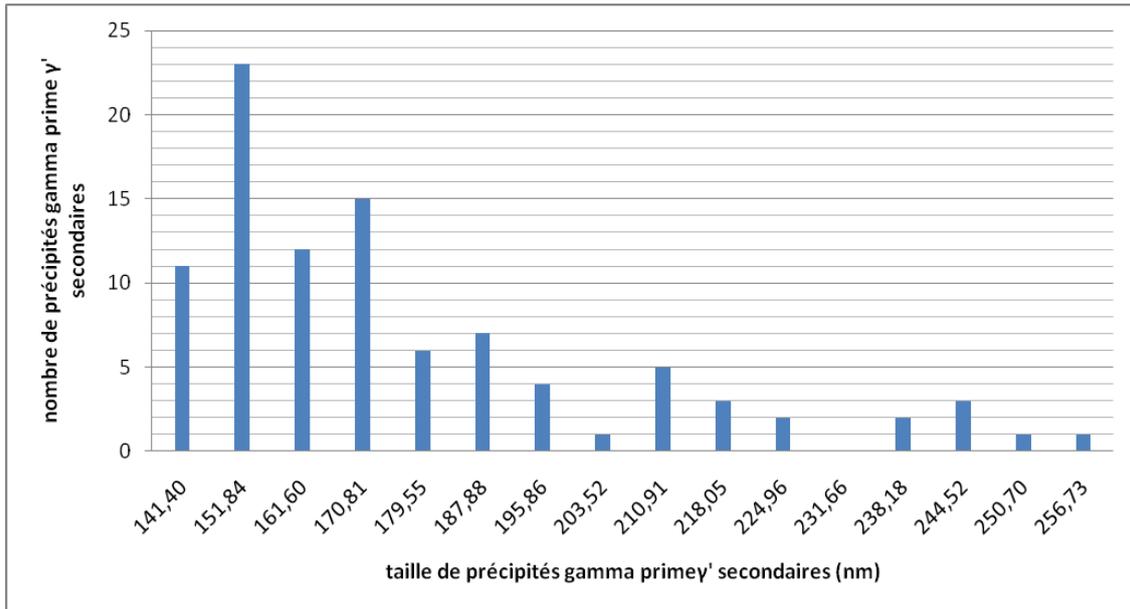


Figure 73: Distribution de la taille des précipités γ' secondaires après un traitement de mise en solution plus deux traitements de revenus (720°C (4h)+ 620°C (4h).

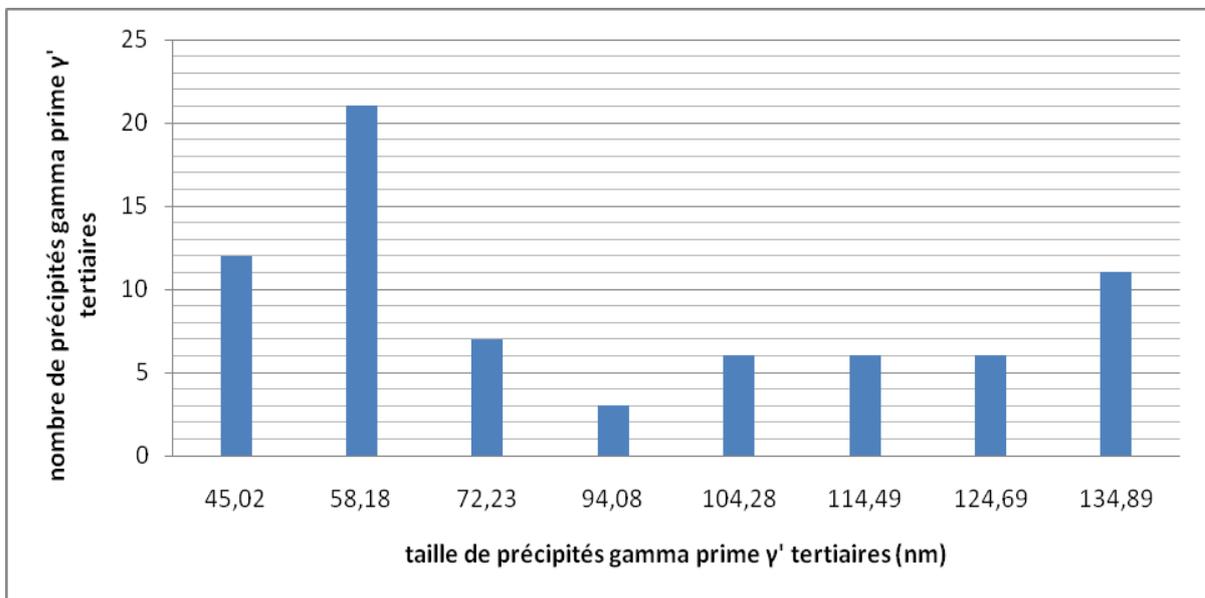


Figure 74: Distribution de la taille des précipités γ' tertiaires après un traitement de mise en solution plus deux traitements de revenus (720°C (4h)+ 620°C (4h).

On remarque que la distribution de la taille des précipités γ' tertiaires, est plus homogène à celle des précipités γ' secondaires. Elle varie de 42 nm à 134 nm, avec une taille moyenne de 86,84 nm, et qui est légèrement inférieure à celle de l'état de réception. Par contre celle des précipités secondaires varie de 141 à 156 nm, avec une taille moyenne de 175 nm. Cette dernière valeur est inférieure à celle trouvée dans l'aube 1, à l'état de réception, après 50000h de service (373,04 nm), très optimale pour le cas de Inconel 738, d'après les travaux réalisés par d'autres auteurs [31-36].

On constate que la taille moyenne des précipités γ' tertiaires n'a pas vraiment changée, mais sa distribution est décalée vers des tailles plus fines, après mise en solution suivi d'un revenu étagé. En revanche celle des précipités γ' secondaires a subit une diminution importante de plus de 50% de leurs taille, par rapport à l'état de réception. En plus sa distribution est aussi décalée vers des tailles plus fines.

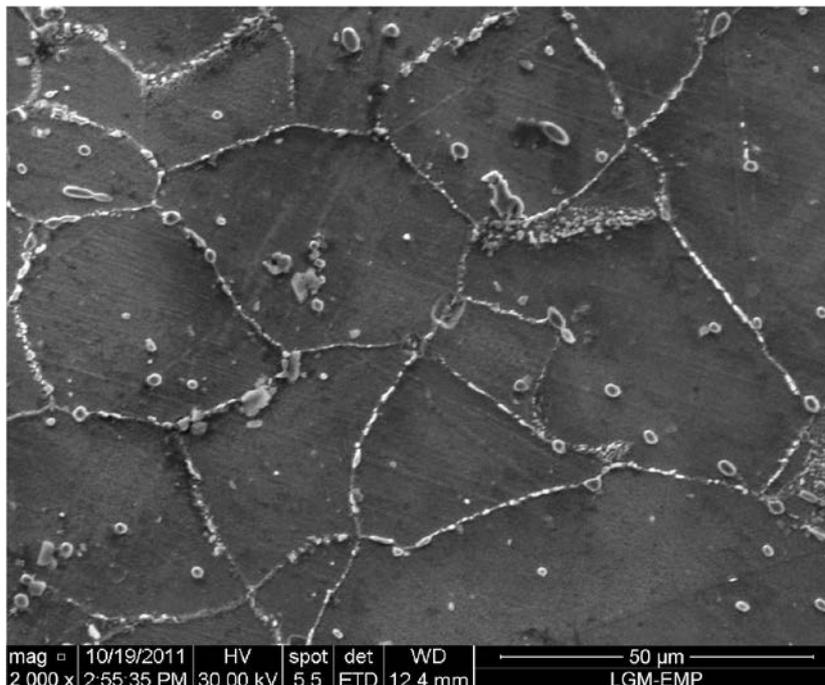
Il en résulte que le traitement thermique réalisé sur le superalliage Inconel 738, constituant l'aube 1, après 50000h de service, a permis une certaine restauration et régénération de sa microstructure, ce qui va apporter, une amélioration de leur propriétés mécaniques.

4.1.4. Caractérisation au MEB de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A)

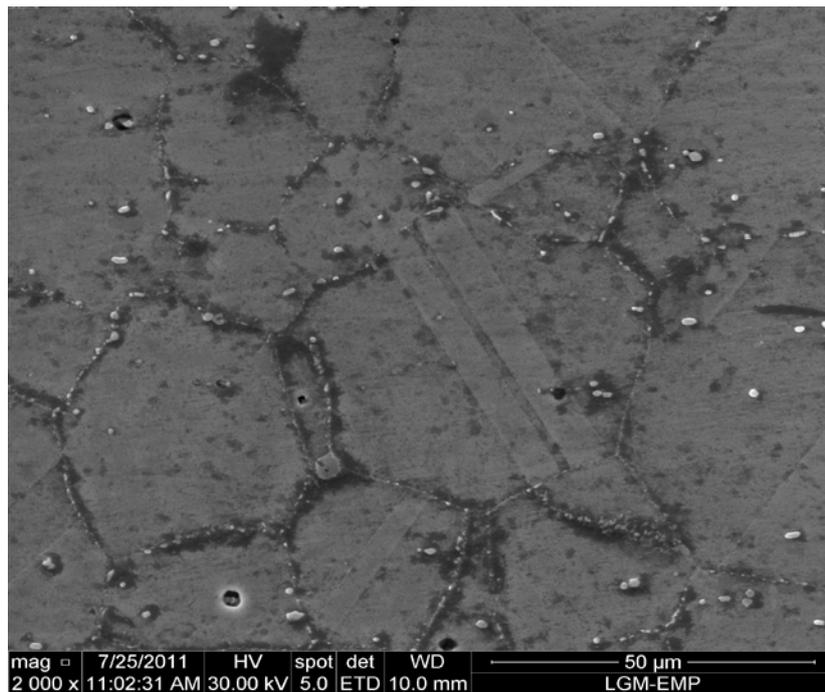
Les métallographie des figures 75 et 76 montrent les microstructures de l'aube 4 Nimonic 80A, obtenues à l'état de réception, après mise en solution à 1050°C pendant 1h, et après mise en solution à 1050°C pendant 1h, suivi d'un revenu de 4h à 760°C et un refroidissement au four jusqu'à 620°C, puis un maintien à cette température de 4h, et enfin un refroidissement à l'air libre.

D'après ces métallographies, on remarque qu'après le traitement de revenu, la réapparition des précipités de phases durcissant dans les grains et les joints des grains, partiellement dissolus, lors de traitement de mise en solution. Le nombre des particules précipitées est plus important, et leurs tailles sont un peu plus fines, que celle à l'état de réception.

a) état de réception



b) mise en solution à 1050°C, pendant 1h.



c) mise en solution à la température 1050°C (1h)/l'air + revenu à 760°C (4h)/four jusqu'à 620°C + maintien 620 (4h)/l'air.

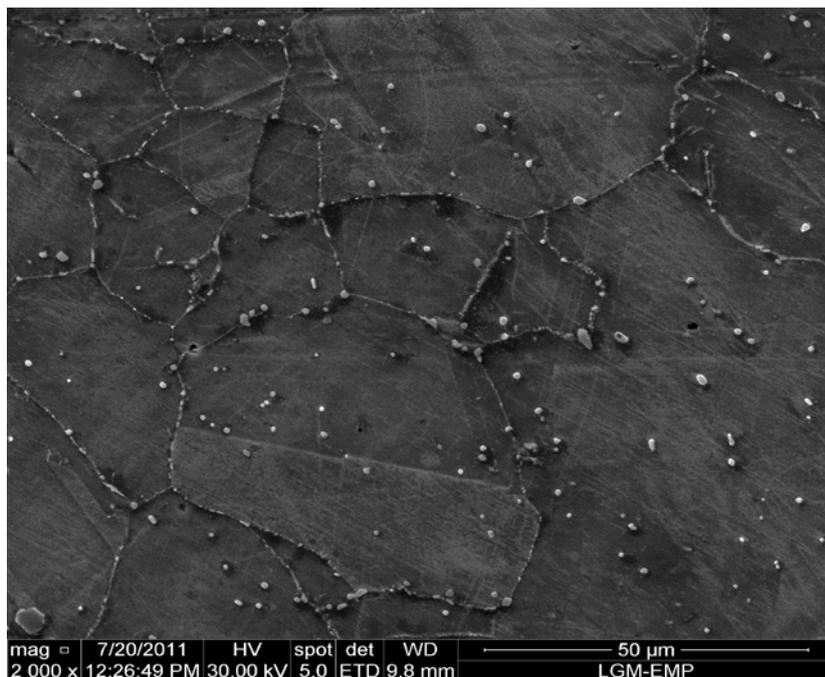


Figure 75 : Evolution de la microstructure de l'aube 4 (Nimonic 80A), obtenu au MEB:
a) l'état de réception, **b)** après mise en solution à 1050°C (1h), et après
c) mise en solution 1050°C (1h) + revenu à 720°C (4h) + revenu à 620°C (4h).

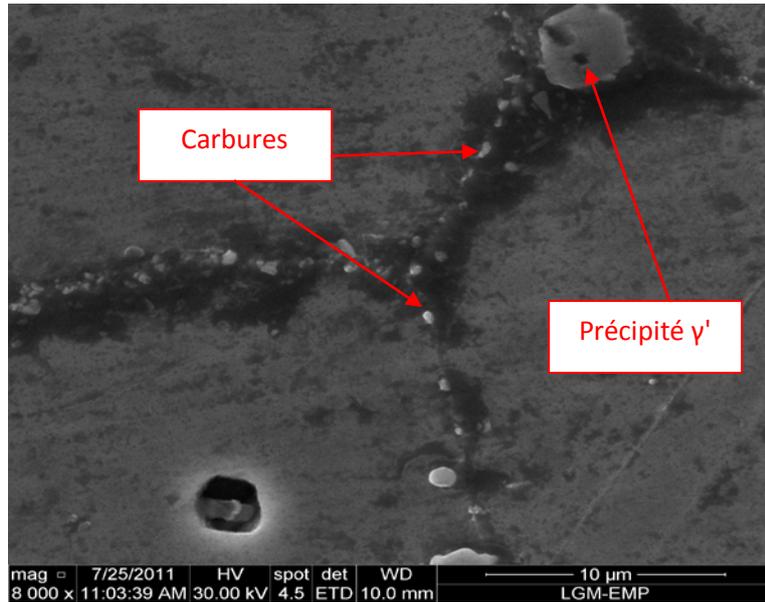


Figure 76 : Observation au MEB des précipités situés dans un joint de grain de l'aube 4 (Nimonic 80A), après mise en solution à 1050°C (1h) + revenu à 720°C (4h) + revenu à 620°C (4h).

4.2. Analyse des phases par diffraction des rayons X

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées afin de mesurer précisément les paramètres de maille des phases présentes dans l'alliage.

4.2.1- Paramètre de maille dans la phase gamma γ de l'aube 4 (Nimonic 80A) après mise en solution

La figure 77 montre le diagramme de diffraction des rayons X expérimental obtenu sur un échantillon massif prélevé du l'aube 4 après un traitement de mise en solution à 1190°C pendant 1 heure. Et la figure 78 illustre le diagramme de diffraction des rayons X de la poudre de nickel pur avec une structure cristallographique cubique simple et de paramètre de maille $a_{Ni}=3.524 \text{ \AA}$.

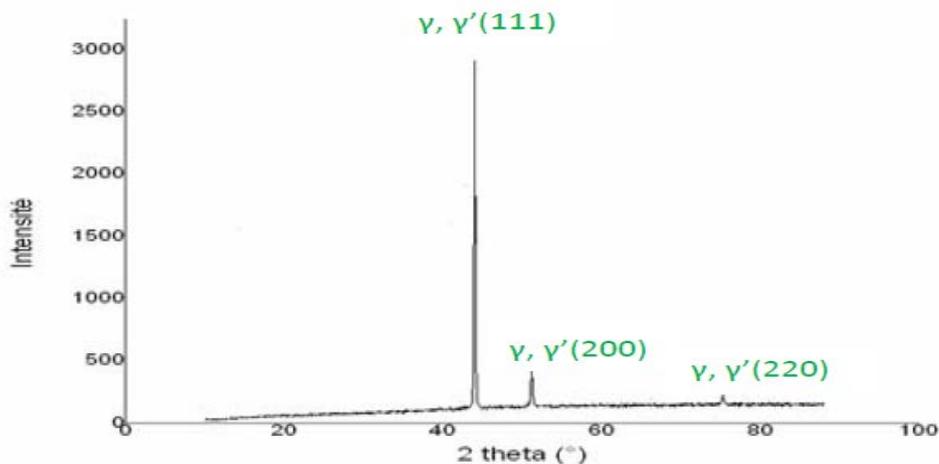


Figure 77 diagrammes de diffraction des rayons X de l'aube 4 (Nimonic 80A), après mise en solution à 1190°C pendant 1 heure (refroidissement à l'air libre)

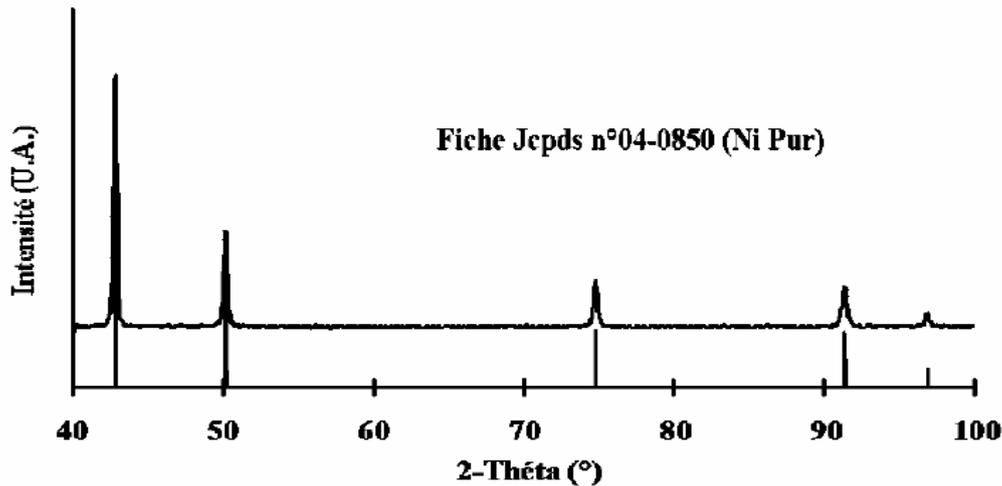


Figure 78 : Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre de nickel pur

Après une analyse de diagramme de diffraction des rayons X (aube4) (figure 77) avec le logiciel OriginPro, l'indexation des pics par comparaison avec les fiches ASTM, permet l'identification de la matrice (γ), et les positions des pics de diffraction caractéristiques de la phase γ sont superposées au diagramme expérimental, pur. On obtient ainsi le paramètre de la phase γ , $a_\gamma = 3,576 \text{ \AA}$.

La variation du paramètre de maille $\Delta a = a_\gamma - a_{Ni} = 0.052 \text{ (57pm)}$.

Nous remarquons que ceci correspond à une expansion de la maille gamma γ par rapport à celle du nickel pur. La variation relative est de $\frac{\Delta a}{a_{Ni}} = 1,26\%$. Cette expansion est due aux distorsions de la maille par nombreux éléments en substitution Dans la matrice gamma γ .

4.2.2. Identification des phases dans l'aube 1 (Inconel 738) après revenu

Sur la figure 79 est représenté le diagramme de diffraction des rayons X obtenu sur un échantillon de l'aube 1 (Inconel 738), après un traitement de mise en solution à 1100 °C, suivi de deux paliers de revenus. Le diagramme est caractérisé par la présence d'un pic principal et de deux autres de faible intensité. Après le traitement et l'analyse des diagrammes avec le logiciel OriginPro, l'indexation des pics par comparaison avec les fiches ASTM permet l'identification des deux phases γ et γ' , que celles après mise en solution. Les positions des pics de diffraction caractéristiques de ces phases sont superposées, à cause de leurs paramètres de maille, qui est très proche, d'environ 1%. Il faut remarquer qu'il y a une seule orientation principale se présentant cette fois-ci en position de diffraction de la famille de plans (220). Cette désorientation est due à la régénération après revenu, des précipités γ' et des carbures dissolus, au cours de traitement de mise en solution. La présence de deux autres pics supplémentaires de faible intensité a été identifiée à ceux de la famille (111) et (200). Par contre, aucune précipitation de phases secondaires n'a été détectée par la DRX, à cause de leurs tailles fines.

On remarque aussi, que les positions des pics aux états avant et après revenu, sont superposées. En revanche, l'intensité du nouveau pic principal, correspondant à

l'orientation des familles des plans (220) est plus faible que celles de pic principal, après mise en solution, cela s'explique par la redistribution du diamètre moyen des cristallites au cours de traitement de revenu, causée par la réapparition des nouveaux précipités.

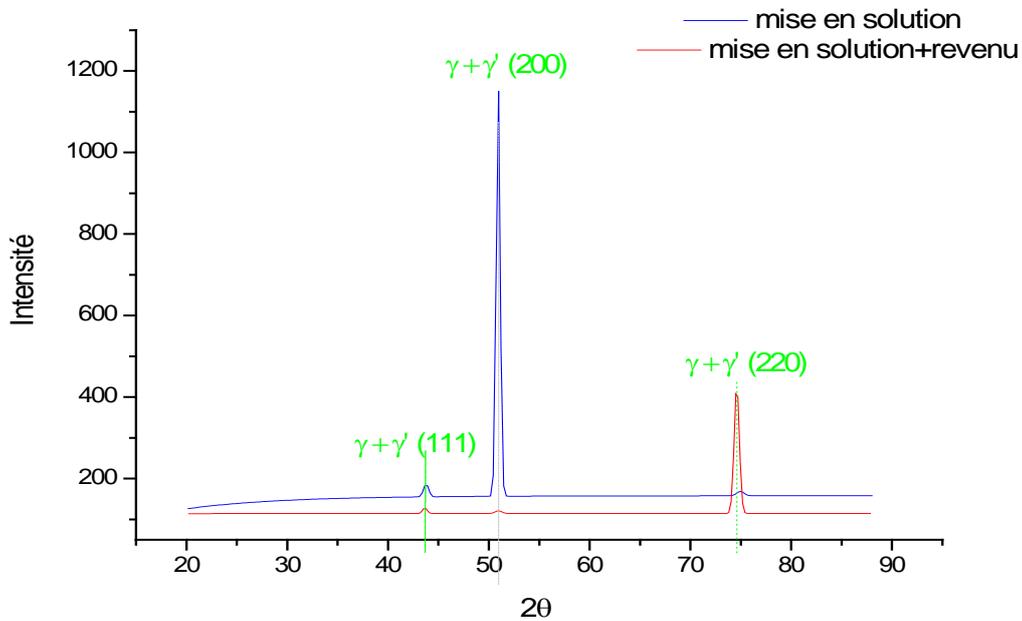


Figure 79: diagramme de diffraction des rayons X de l'aube 1 (Inconel 738), suite à une mise en solution à 1100°C (1h), et après deux palier de revenu: mise en solution à 1100°C(1h)+revenu à 760°C (4h)/four+revenu à 620°C (4h).

Les valeurs caractéristiques des pics sont portées dans le tableau 13 :

	Pic	Famille de plan (hkl)	2θ	Largeur du pic à mi-hauteur	D_{hkl}	d_{hkl}	a (Å°)	a_{moy} (Å°)
Aube 1 (Inconel 738)	1	(111)	43,66	0,53	1,66	2,07	3,58818	3,588
	2	(200)	50,95	0,81	1,05	1,79	3,58162	
	3	(220)	74,60	0,60	1,26	1,27	3,59513	

Tableau 16 : Valeurs caractéristiques des pics de diagramme DRX de l'aube 4 (Nimonic 80A).

D'après le tableau 16, le paramètre de maille du réseau cristallin a_γ de la phase γ de l'aube 1 (Inconel 738), après revenu est de 3,588 Å°, or celle à l'état de mise en solution est de 3,581Å°.

On constate ainsi une variation du paramètre de maille :

$$\Delta a = a_{\gamma}(\text{revenu}) - a_{\gamma}(\text{mise en solution}) = 0,0007 \text{ (Å)}$$

Nous remarquons que ceci correspond à une expansion de la maille de γ par rapport à celle du nickel pur et la variation relative est de $\Delta a = 0,0195 \%$, cette expansion de la maille est très faible, ce qui informe que le durcissement de l'alliage après le revenu est principalement par des précipités, comme γ' .

4.3. Caractérisation mécanique par essai de microdureté

Les valeurs de la microdureté, avant et après le traitement de revenu, sont données dans le tableau 17, ce dernier permet de tracer la diagramme donnant la variation de la microdureté des aubes 1 et 4, en fonction des traitements effectués (figure18).

On remarque que la microdureté de l'aube 1 (Inconel 738), augmente de la valeur 384,94 $HV_{0,5}$ à l'état de réception à la valeur 416,85 $HV_{0,5}$ après revenu (figure 80), et cela malgré que le taux des précipités γ' à cette état, est de 34,68 %, qui est inférieure à celle de l'état de réception (42,24%), ainsi que la taille moyenne des précipités γ' tertiaires, qui n'a pas vraiment changée. On constate que l'augmentation de la dureté est plutôt liée à la taille moyenne des précipités γ' secondaires, qui a subit une diminution importante de 481,64 nm à 175,07 nm.

Par contre, la microdureté de l'aube 4 (Nimonic 80A), après revenu, diminue de 360,66 $HV_{0,5}$ à la valeur 341,13 $HV_{0,5}$, cela est justifié par une légère augmentation du diamètre moyen de grain, puisque il était de 57,98 μm à l'état de réception, et devient 58,17 μm , après revenu.

Traitement		Aube 1 (Inconel 738)			Aube 4 (Nimonic 80A)	
		Microdurté $HV_{0,5}$	Taille de précipité γ' (nm)	Taux de précipités γ' (%)	Microdurté $HV_{0,5}$	Diamètre de grains (μm)
1	état de réception 30°C	384,94	481,64	41,24	360,66	57,98
2	Mise en solution à 1100°C (aube1)/ 1050°C(aube 4)	358,03	585,92	15,85	304,23	58,34
3	1050°C(1h)/air+ 720°C(4h)/four +620°C(4h)/air	416,85	175,07	34,68	341,13	58,17

Tableau 17: Valeurs de microdureté et caractéristiques microstructurales de l'aube 1 et 4 à l'état de réception et après mise en solution à différentes températures, pour un temps de maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air libre.

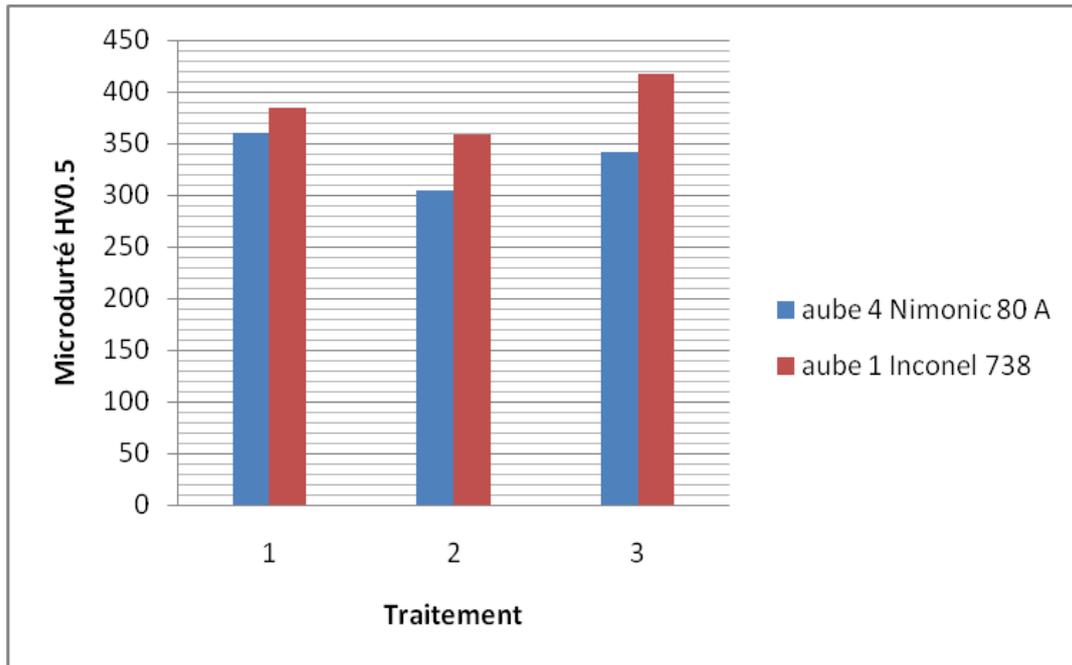


Figure 80: Variation de la microdureté des aubes 1 et 4, en fonction des traitements effectués.

Conclusion générale et perspective

Conclusion

Le vieillissement du superalliage à base de nickel, dans les aubes de turbine à gaz est strictement lié à l'évolution morphologique des particules de la phase gamma prime γ' dans l'alliage. La croissance des précipités de la phase gamma prime γ' est fonction des températures et temps de service.

Le but de ce travail a été d'identifier les alliages constituant les aubes d'une turbine à gaz, et d'examiner l'effet des conditions de réchauffage sur la rénovation et le développement microstructuraux et des propriétés mécaniques de ces alliages, après une longue durée de mise en service (50 000 h). Ce qui permet de faire un meilleur choix des traitements, et de réduire de façon significative le coût des réparations. Pour cela:

✓ Nous avons procédé à une analyse chimique des aubes 1 et 4 de la turbine à gaz, celle-ci nous a permis d'identifier les alliages constituant ces aubes. Il s'agit des superalliages Inconel 738 pour le cas de l'aube 1, et Nimonic 80A pour l'aube 4.

✓ Nous avons procédé à une analyse microstructurale par observation en MO. Elle montre que les aubes de 1^{er} étage, présentent des microstructures dendritiques voisines, par contre celle de l'aube du 4^{ème} étage est équiaxe, avec la présence des macles.

✓ Nous avons procédé à une analyse microstructurale par observation en MEB. Elle montre que:

- les microstructures des aubes de 1^{er} étage, sont constituées de la phase γ renforcée essentiellement par les éléments substitutionnels: Cr et Co, des précipités γ' (secondaires et tertiaires), et des carbures tels que TaC, TiC et NbC, des phases TCP et des constituants eutectiques γ/γ' . Par contre celle de l'aube 4 (Nimonic 80A) se compose de la solution solide γ qui est renforcée essentiellement par l'élément en substitution le Cr, des carbures tels que MC, $Cr_{23}C_6$, et des précipités γ' (primaires et tertiaires).

- La formation des phases TCP et des constituants eutectiques dans l'aube 1 (Inconel 738), due à l'exposition en service pendant longue durée au phénomène de fluage.

- Le durcissement de l'aube 1 (Inconel 738) est dû essentiellement aux précipités γ' , qui présente un taux de 41,24%, par rapport à ce de l'aube 4 (Nimonic 80A) qui est très faible, ce dernier durcit par le renforcement de solution solide par la substitution du chrome et des carbures tels que $M_{23}C_6$

- Début de formation des microfissures, et des germes constitués à partir des carbures MC, $M_{23}C_6$ ou des précipités γ' dans les joints des grains de l'aube 1 (Inconel 738), ce qui est signe de début de dégradation de matériau après 50000h d'exposition en service aux phénomènes de fluage et fatigue. Cette dégradation est confirmée par l'augmentation de la taille des joints des grains et des précipités γ' secondaires par rapport à l'état initial de l'Inconel 738, avant mise en service. Par contre, aucun signe de dégradation ne semble apparaître dans l'aube 4 (Nimonic 80A).

✓ Nous avons procédé à une caractérisation mécanique par essai de microdureté, réalisés sur les échantillons des aubes 1 et 4 à l'état de réception, après 50000h de service. On a constatés que la dureté de l'aube 1 (384,97 HV_{0,5}) est légèrement supérieure à celle de l'aube 4 (360,66 HV_{0,5}).

✓ Nous avons également fait subir aux échantillons des aubes 1 et 4, des traitements de mise en solution aux différentes températures. Nous avons ainsi pu mettre en évidence, par métallographie, DRX et essais de microdureté, certains aspects morphologiques associés à la dissolution et à la précipitation, tels que:

- la dissolution des carbures et des précipités γ' dans les aubes 1 et 4, augmente avec l'augmentation de la température de mise en solution, ainsi que les phases TCP et les constituants eutectiques contenant dans l'Inconel 738. De plus, une sphéroïdisation des précipités γ' secondaires due à leurs coalescence, est relevée. On a constaté aussi que la température de solvus de l'aube 1 (Inconel 738) est située entre 1100°C et 1190°C.

- Le taux des précipités γ' dans l'Inconel 738, décroît avec l'augmentation de la température et du temps de mise en solution, par contre leurs tailles augmente jusqu'à 1100°C, à cause de la coalescence γ' , puis diminue à partir de cette température en raison de leurs décomposition de début de dissolution.

- le grossissement des grains dans les aubes 1 et 4 augmente avec la température de mise en solution, à cause de la dissolution partielle des précipités situés dans les joints des grains.

- La taille des précipités situés dans ces joints diminue avec l'augmentation de la température de mise en solution. Cela est du à la dissolution progressives de certains précipités constituant ces joints, dans la solution solide, ce qui permet d'éliminer certains microfissures situées dans ces joints formés au cours d'exposition au service.

- Les résultats des diffractions des rayons X, confirmaient :

- i. L'existence des distorsions des mailles de la matrice gamma γ à cause des additifs lents.
- ii. L'existence des deux phases γ et γ' dans les aubes 1 et 4, et qu'après traitement de mise en solution, l'orientation principale se présente en position de diffraction de la famille de plans (200) pour l'Inconel 738, et de la famille de plans (200) pour le cas de l'aube 4 (Nimonic 80A).

- La microdureté des aubes 1 et 4 diminue avec l'augmentation de la température de mise en solution, et chute à partir de 1100°C, pour le cas de l'Inconel 738, début de dissolution de γ' ,

✓ Nous avons fait subir ensuite, aux aubes 1 et 4 des traitements de mise en solution aux 1100°C et 1050°C respectivement, suivi d'un revenu de palier à 760°C (4h)/four et 620°C (4h)/air. Nous avons ainsi pu mettre en évidence, par métallographie, DRX et essais de

microdureté, certains aspects morphologiques associés à la précipitation et la régénération de la phase γ' et des carbures, tels que:

- La taille des grains et joints des grains dans l'aube 1 (Inconel 738) diminuent après le traitement de mise en solution suivi d'un revenu à deux étages. Cela est dû à la régénération de la phase γ' et des précipités de phase secondaires, par des nouvelles précipités γ' tertiaires de taille plus fine et des carbures primaires de types MC. Ce qui permet d'apporter une amélioration des propriétés du matériau en service. Pour le cas de l'aube 4 (Nimonic 80A), il y a eu une légère augmentation de la taille moyenne de grain.

- Après revenu, la direction principale des grains cristallites de l'aube 1 (Inconel 738) se désorientée en positions de diffraction de la famille de plan (200), cette désorientation est due à la régénération après revenu, des précipités γ' et des carbures dissolus, au cours de traitement de mise en solution

- La microdureté de l'aube 1 (Inconel 738), augmente de la valeur 384,94 HV_{0,5} à l'état de réception au valeur 416,85 HV_{0,5}, après le traitement de (mise en solution +revenue), et cela malgré que le taux des précipités γ' à cette état, est de 34,68 %, qui est inférieure à celle de l'état de réception (42,24%), ainsi que la taille moyenne des précipités γ' tertiaires, qui n'a pas vraiment changée. par contre celle de l'aube 4 diminue légèrement cela, causé par une légère augmentation de leur diamètre moyen de grain.

- On a constaté que l'augmentation de la dureté de l'aube 1 (Inconel 738) est liée à la taille moyenne des précipités γ' secondaires, qui a subi une diminution importante de 481,64 nm à 175,07 nm.

- Le traitement thermique réalisé sur le superalliage Inconel 738, constituant l'aube 1, après 50000h de service, et qui contenues des signes de dégradation, a permis une certaine restauration et régénération de sa microstructure, ce qui va apporter, une amélioration de leur propriétés mécaniques.

Perspectives

L'analyse des résultats ouvre la voie à plusieurs perspectives, parmi lesquels :

- ❖ Faire des traitements de revenus pour temps de maintien prolongés (traitement de vieillissement).
- ❖ Réaliser des essais de fluage et fatigue, pour confirmer les résultats de traitement de revenu, en particulier celle de l'aube 1 (Inconel),
- ❖ Une observation au microscope électronique à transmission pour identifier les particules de phase secondaire et tertiaires, et étudier leurs influences sur la tenue mécanique du matériau en service.
- ❖ Étude et modélisation des phénomènes de précipitation dans ces superallages base nickel.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. Durande-Charre. The microstructure of superalloys. Gordon and Breach Science Publishers, 1997, ch1- pp2.
- [2] P. Caron, M. Mccolvin, A. Marcel, M. Blacker et W. Rajeshwar-Prasad. Superalliage à base de nickel à résistance très élevée à la corrosion à chaud pour aubes monocristallines de turbines industrielles. Fascicule de Brevet Européen, 2007.
- [3] B. Ter-Oveanessian. Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien. Thèse Doctorat à l'INP Toulouse, 2011.
- [4] F. Zemzemi. Caractérisation de modèles de frottement aux interfaces pièce-outil-copeau en usinage : application au cas de l'usinage des aciers et de l'inconel 718. Thèse Doctorat à l'Ecole Centrale de Lyon, 2008.
- [5] S. Azadian, L.Y. Wei et R. Warren. Delta phase precipitation in Inconel718. Materials Characterization, Vol.53, 2004, pp. 7.
- [6] D. Yann. Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : inconel 738. Thèse Doctorat, Université de Bordeaux 1, 2008.
- [7] C.T. Sims, N.C. Stoloff et W.C.Hagel. Superalloys 2. High temperature materials for aerospace and industriel power, Wiley Interscience, 1987.
- [8] Sims, Stoloff et Hagel. Superalloys II, Eds John Wiley & Sons, New-York, 1987.
- [9] N. El-Bagoury. Microstructure and mechanical properties of aged nickel base superalloy. Archives of Applied Science Research, 2011.
- [10] S.T. Wlodek et R.D. Field. The eEffects of long time exposure on alloy718, Proceedings of Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, 1994, pp. 659.
- [11] A. Niang. Contribution à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage inconel 718. Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2010.
- [12] L. Xiuyan, Z. Jian, R. Lijian et L. Yiyi. Cellular η phase precipitation and its effect on the tensile properties in an Fe-Ni-Cr alloy. Materials Science and Engineering A, Vol.488, 2008, pp. 547.
- [13] F. Long, Y.S. Yoo, C.Y. Jo, S.M. Seo, H.W. JeonG, Y.S. Song, T. Jin et Z.Q. Hu. Phase transformation of η and σ phases in an experimental nickel-based superalloy, Journal of Alloys and Compounds, Vol.478, 2009, pp.181

- [14] M.J. Cieslak, G.A. Knorovsky, T.J. Headley et A.D. Romig. The solidification metallurgy of alloy 718 and other Nb-containing superalloys, Proceedings of Superalloy 718-Metallurgy and Applications, TMS, 1989, pp.59
- [15] F.E. Scerzernie, S.O. Mancuso, F.W. Keefe, G.E. Mauer et W.J. Boesch. Udimet alloy 720, Special Metals Corporation, 1988.
- [16] S. Dubiez –Le Goff. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique a chaud, Thèse Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003, pp. 15.
- [17] C. Mons. Traitements thermiques des superalliages, Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, M1 165-1.
- [18] J.H. Davidson. A new generation PM superalloy for critical turbine components, Conference on High Temperature Materials for Power Engineering 1990, part 2, Liège, Kluwer Academic Publishers, pp. 1405-1416.
- [19] I.M. Lifshitz et V.V. Slyozov. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions, Journal of Physical Chemistry Solids, 1961, pp. 19.
- [20] G.P. SABOL et R. STICKLER. Microstructure of nickel-based superalloys review, Physica Status Solidi, Vol.39, 1969, pp. 11.
- [21] C. Mons, Traitements thermiques des superalliages. Technique de l'Ingénieur M1 165-2
- [22] S. Raujol. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine, Thèse Doctorat, INSA de TOULOUSE, 2004.
- [23] T. Billot. Comportement et endommagement en fatigue et fatigue-fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720. Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2010.
- [24] W. Betteridge et S. Shaw. Development of superalloys, Mater Science Technology, 1987, pp. 94.
- [25] R. C. Reed. The superalloys: Fundamentals and applications. Cambridge University Press, 2006.
- [26] P. Caron. Colloque national sur les superalliages monocristallins, Toulouse, 1995.
- [27] W. C. Hagel et H. J. Beattie. Iron and Steel Institute Special Report, London, Vol. 64, p. 64.

- [28] A.K. Koul et R. Castillo. Creep behavior of industrial turbine blade materials, Materials Congress Materials Week, October 1993, Pittsburgh, Pennsylvania, chap. 6, pp. 17-21, 95-125.
- [29] P. Jonsta, K. Konecna, R. Heide, M. GAbcova et Z. Jonsta. Microstructural analysis of a cast variant of nickel superalloy Inconel 738LC after high temperature exposition. Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Ostrava-Poruba, Czech Republic.
- [30] E. Andrieu. Influence de l'environnement sur la propagation des fissures dans un superalliage base nickel: l'Inconel 718, Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1987.
- [31] EL-Bagoury, N. Waly et M. Nofal. Effect of various heat treatment conditions on microstructure of cast polycrystalline IN738LC alloy, Materials Science and Engineering. Vol. 487, July 2008, pp. 152-161.
- [32] A. K. Koul, R. Castillo et K. Will. Creep life prediction in nickel base superalloys, Materials Congress Materials Week'93, October 17-21, Pittsburgh, Pennsylvania, chap. 6, pp. 95-125.
- [33] S. Lay, J.M. Missiaen et R. Bonnet. Défauts interfaciaux liés au début de la coalescence des précipités γ' du superalliage MC2, Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques, Colloque de Métallurgie de l'INSTN N°38, Gif-sur-Yvette, France, 1996, vol. 6, n° 2 (pp. 306) (19 ref.), pp. Chap. 2, pp. 125.
- [34] J. M. Vitek, D. W. Gandy, S. S. Babu et G. J. Frederick. Alloy development of nickel-based superalloy, Weld filler metals using computational thermodynamics
- [35] A. Thakur. Microstructural responses of a nickel base cast In738 superalloy to a variety of pre-weld heat treatments, Thèse Master, University of Manitoba, Septembre 1997.