

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Laboratoire de Génie et Science des Matériaux

Thèse de Doctorat

En Science des matériaux

Présentée par :

Ouahid SIFI

**Modélisation des propriétés mécaniques et
caractérisation microstructurale de l'Inconel 738**

Soutenue le 03 octobre 2021 devant le jury composé du :

M.CHITROUB Mohamed	Professeur, ENP Alger	Président
M.DJEGHLAL Mohammed Elamine	Professeur, ENP Alger	Directeur
M. KASER Abdelmadjid	MCA, ENP Alger	Examineur
M. HASSANI Salim	Directeur de recherche, CDTA	Examineur
M.HEMMOUCHE Larbi	MCA, EMP Alger	Examineur
M.CHEGROUNE Redouane	MCA, USTHB Alger	Examineur

ENP 2021

REPUBLIQUE ALGERIENNE DE MOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Laboratoire de Génie et Science des Matériaux

Thèse de Doctorat

En Science des matériaux

Présentée par :

Ouahid SIFI

**Modélisation des propriétés mécaniques et
caractérisation microstructurale de l'Inconel 738**

Soutenue le 03 octobre 2021 devant le jury composé du :

M.CHITROUB Mohamed	Professeur, ENP Alger	Président
M.DJEGHLAL Mohammed Elamine	Professeur, ENP Alger	Directeur
M. KASER Abdelmadjid	MCA, ENP Alger	Examinateur
M. HASSANI Salim	Directeur de recherche, CDTA	Examinateur
M.HEMMOUCHE Larbi	MCA, EMP Alger	Examinateur
M.CHEGROUNE Redouane	MCA, USTHB Alger	Examinateur

ENP 2021

الملخص

نظرًا لاستقرارها الحراري العالي في ظل ظروف العمل القاسية والبيئات القاسية، فإن السبائك الفائقة القائمة على النيكل (Ni)، مثل Inconel 718 و Inconel 738 و GTD111 و René 40، تُستخدم على نطاق واسع. في صناعة التوربينات الغازية. توفر رواسب جاما الأولية (γ')، المتوافقة مع مصفوفة جاما (γ) لهذه السبائك الفائقة، خصائص ميكانيكية ممتازة في درجات حرارة التشغيل العالية. ومع ذلك، بعد فترة طويلة من التشغيل، تنمو (γ') بشكل أكبر وتفقد تماسقها مع القالب، مما يؤدي إلى إتلاف ريش التوربينات الغازية. الهدف الرئيسي من هذا العمل هو دراسة تأثير كل من درجة الحرارة والبنية الدقيقة على السلوك الميكانيكي لشفرة التوربينات الغازية المصنوعة من سبائك النيكل الفائقة (Inconel 738)، والتي يتم تلقيها بعد بضع عشرات الآلاف من ساعات الخدمة. تم تحليل الهياكل المجهرية الناتجة باستخدام الفحص المجهر الإلكتروني والمجهري الضوئي بالإضافة إلى قياسات فيكرز للصلابة الدقيقة. تم استكمال النتائج التي تم الحصول عليها بنموذج السلوك الميكانيكي بواسطة برنامج JMatPro حيث لاحظنا أن المقاومة الميكانيكية (الصلابة والحد المرن وقوة الشد) لـ Inconel 738 مرتبطة بالحجم والشكل وكسر الحجم والتوزيع من مرحلة التصلب (γ' [Ni₃(Al, Ti)]، وكذلك كبرياتها. بالإضافة إلى ذلك، يرتبط استقرار البنية المجهرية بدرجة حرارة العمل.

الكلمات المفتاحية:

السبائك الفائقة القائمة على النيكل، تحلل، علاجات الشيخوخة، الرواسب γ'/γ ، γ' سهل الانصهار، مراحل JMatPro و TCP

Abstract

Due to their high thermal stability under harsh working conditions and aggressive environments, nickel (Ni) based superalloys, such as Inconel 718, Inconel 738, GTD111 and Rene 40, are widely used. In the gas turbine industry. The gamma prime (γ') precipitates, consistent with the gamma (γ) matrix of these superalloys, offer excellent mechanical properties at high operating temperatures. However, after a long period of operation, the (γ') grow larger and lose their consistency with the matrix, which damages the blades of the gas turbine. The main objective of this work is to study the effect of both temperature and microstructure on the mechanical behavior of a nickel-based superalloys gas turbine blade (Inconel 738), received after a few tens of thousands of hours of service. The resulting microstructures were analyzed using scanning electron microscopy and light microscopy as well as Vickers micro hardness measurements. The results obtained were supplemented by a modeling of the mechanical behavior by the JMatPro software in which we noted that the mechanical resistance (hardness, elastic limit and tensile strength) of Inconel 738 is linked to the size, shape, the volume fraction and the distribution of the hardening phase (γ') [Ni₃(Al, Ti)], as well as its carbides. In addition, that microstructural stability is linked to the working temperature.

Key words: Ni-based superalloys, Solution treatment, Aging treatments, γ' precipitates, γ/γ' eutectic, TCP phases and JMatPro.

Résumé

En raison de leur stabilité thermique élevée dans des conditions de travail difficiles et des environnements agressifs, les superalliages à base de nickel (Ni), tels que l'Inconel 718, l'Inconel 738, le GTD111 et le René 40, sont largement utilisés dans l'industrie des turbines à gaz. Les précipités gamma prime (γ'), cohérents avec la matrice gamma (γ) de ces superalliages offrent d'excellentes propriétés mécaniques à des températures de fonctionnement élevées. Cependant, après une longue période de fonctionnement, les (γ') grossissent et perdent leur consistance avec la matrice, ce qui endommage les aubes de la turbine à gaz. L'objectif principal de ce travail est d'étudier l'effet à la fois de la température et de la microstructure sur les comportements mécaniques d'une aube de turbine à gaz en superalliage à base de nickel (Inconel 738), reçue après quelques dizaines de milliers d'heures de service. Les microstructures résultantes ont été analysées en utilisant la microscopie électronique à balayage et la microscopie optique ainsi que les mesures de micro dureté Vickers. Les résultats obtenus ont été complétés par une modélisation des comportements mécaniques par le logiciel JMatPro dans laquelle nous avons constaté que la résistance mécanique (dureté, limite élastique et résistance à la traction) de l'Inconel 738 est liée à la taille, la forme, la fraction volumique et la distribution de la phase de durcissement (γ') [Ni₃(Al, Ti)], ainsi que ses carbures. Et que la stabilité microstructurale est liée à la température de travail.

Mots clés : Superalliage à base de Ni, traitement de mise en solution, traitements de vieillissement, précipités γ' , eutectique γ / γ' , phases TCP, JMatPro.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Génie et Science des Matériaux (LGSM) de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger sur les superalliages à base de nickel et leur utilisation dans l'industrie de l'énergie, dirigé par le Professeur DJEGHLAL Mohammed Elamine.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur le Professeur, DJEGHLAL Mohammed Elamine, directeur de ma thèse, pour son soutien, pour sa rigueur et pour le temps qu'il m'a accordé tout au long de cette thèse, je le remercie non seulement pour ses encouragements mais aussi pour la confiance qu'il m'a accordée et pour instructions et conseils tout au long de ce travail.

Je tiens également à remercier Monsieur CHITROUB Mohamed, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, d'avoir accepté de présider le jury, malgré ses nombreuses obligations.

Je remercie également Professeur, .CHEGROUNE Redouane (USTHB), Docteur, KASSER Abdelmadjid (MCA, ENP), Docteur, HEMMOUCHE Larbi (MCA, EMP) et Monsieur HASSANI Salim (Directeur de recherche au CDTA) pour avoir consacré leurs temps à la lecture de ma thèse et qui ont accepté d'être les examinateurs de ce travail.

Je tiens à remercier sincèrement Mme LAHMAR Yamina et M. mohamed loucif seiad pour leurs soutiens et leurs aides dans la réalisation de cette thèse.

Je tiens à remercier chaleureusement mes parents, ma femme et toute ma famille pour leurs soutiens. Et je pense très fort à celui qui a partagé mes préoccupations, qui m'a toujours soutenu.

Tables des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Introduction générale

Introduction générale	13
Chapitre I. Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel	
I. Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel	17
I.1. Superalliages	17
I.2. Superalliages à base de Nickel	17
I.2.1. Composition chimique des superalliages à base de nickel	18
I.2.2. Caractérisations microstructurales des superalliages à base de nickel	19
I.2.2.1. La phase gamma (γ)	19
I.2.2.2. La phase gamma prime (γ')	20
I.2.2.3. La phase gamma seconde (γ'')	21
I.2.2.4. La phase delta (δ)	21
I.2.2.5. Les composés eutectiques	22
I.2.2.6. Les carbures et les phases topologiquement compactes (T.C.P)	23
a. Les phases TCP (Topologically Closed Packed)	23
a.1. Phase de Laves	24
a.2. Phase α (Cr) et phase σ	24
a.3. La phase μ	25
b. Les carbures	26
I.2.3. Mode d'élaboration des superalliages à base de Nickel (Ni)	26
I.3. Traitements thermiques des superalliages à base de Ni	27
I.3.1. Traitement de mise en solution	28
I.3.2. Traitement de revenu (précipitation/vieillessement)	30
I.3.2.1. Influence de la vitesse de refroidissement	30

I.4.	Mode de durcissement des superalliages à base Ni	31
I.4.1.	Durcissement de la solution solide γ	31
I.4.2.	Durcissement par précipitation des phases durcissantes γ' et γ''	31
I.4.3.	Durcissement par précipitation des carbures de Cr, Mo, W et Ti	33
I.5.	Le rôle des éléments d'alliages dans les superalliages à base de Nickel	34
I.5.1.	Influence des éléments gamma-gènes sur le durcissement par solution solide des superalliages à base de Nickel	35
I.6.	Le rôle de la phase gamma prime γ' dans le superalliage à base de Nickel	37

Chapitre 2. Matériels et Méthodes

II.	Matériels et Méthodes	40
II.1	Introduction	40
II.2.	Procédure d'analyse	41
II.2.1.	Mise au point du matériau étudié	42
II.2.2.	Préparation des échantillons	42
II.2.3.	Découpe et repérage des échantillons	42
II.2.4.	Analyse de la composition chimique	43
II.3.	Les techniques d'analyse	44
II.3.1.	Analyse métallographique par microscope optique MO	44
II.3.2.	Observation au MEB et microanalyse chimique des particules EDS	45
II.3.3.	Calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermo différentielle (DSC ou ATD)	46
II.3.4.	Caractérisation mécanique par essai micro dureté (VICKERS)	47
II.4.	Traitements et analyse quantitatives des métallographies	48
II.4.1.	Calcul de la distribution de la taille des précipités γ'	49
II.4.2.	Calcul de la fraction surfacique (taux de phase) de la phase durcissante γ'	50
II.5.	Traitement thermique	51
II.5.1.	Traitement de mise en solution	51
II.5.2.	Traitement de revenu (précipitation)	52
II.6.	Simulation par JMatPro	54

Chapitre 3. Résultats et discussion

III.	Résultats et discussion	56
III.1.	Introduction	56
III.2.	Caractérisation du matériau à l'état de réception	56
III.2.1.	Analyse chimique et identification de l'alliage des aubes	56
III.2.2.	La microstructure du matériau de l'aube telle que reçue	60
III.2.3.	Microanalyse des phases et carbures présents dans l'aube	63
III.2.4.	Les carbures primaires et autres phases nocives	64
III.2.5.	La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	66
III.3.	Caractérisation mécanique par micro dureté des aubes à l'état de réception	68
III.3.1	Effet du traitement thermique sur la microstructure de l'aube	68
III.3.2	Traitement de mise en solution	70
III.4.	Traitement de mise en solution suivi de deux paliers de vieillissement (TRT.3)	75
III.5.	Analyse quantitative de la microstructure après différents traitements thermiques	77
III.6.	Simulation par le logiciel JMatPro	80
III.6.1.	Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux de la simulation	81
III.6.2.	Modélisation des propriétés mécaniques et l'effet de la microstructure sur les superalliages à base de nickel	82
Conclusion générale		
	Conclusion générale et perspective	89
	Bibliographies	92

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition pondérale (% en poids) de quelques superalliages à base Nickel utilisée dans les turbines à gaz [2] ;	19
Tableau I.2 : Illustration de la température de solvus de précipités γ' de certains superalliage ;	29
Tableau I.3 : Effets des principaux éléments d'alliages dans les superalliages à base de Ni [15] ;	35
Tableau I.4 : Quelques propriétés physiques du Ni et des éléments métalliques en substitution dans le Ni (CFC) ;	36
Tableau II.1 : Composition chimique de l'alliage en poids ;	44
Tableau II.2 : Les conditions d'attaque des échantillons ;	45
Tableau II.3 : 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 ;	51
Tableau II.4 : Récapitule le traitement thermique réalisé au cours de cette étude ;	54
Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage d'aube telle que reçue, et l'Inconel 738 en poids ;	57
Tableau III.2 : Composition chimique de la matrice γ , de la phase durcissante γ'' et des carbures primaires MC ;	63
Tableau.III.3 : Vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe [64] ;	71
Tableau III. 4 : Paramètres décrivant la distribution de taille des précipités γ'_{II} , leurs fraction surfacique (en %) et les valeurs de micro duretés (à une charge de 0.5 kgf) pour l'échantillon : tel que reçu, après TRT.1, aprèsTRT.2, après TRT.3, respectivement ;	78
Tableau. III. 5 : Résultats comparatifs obtenus par les tests expérimentaux et ceux du logiciel JMatPro ;	81
Tableau III.6. Récapitulatif sur l'effet de la fraction volumique du γ' et de la température sur le comportement mécanique de l'Inconel 738.	86

Liste des figures

Figure I.1 : Maille unitaire des cristaux (a) cubique à face centrées (CFC) à base Nickel de la matrice γ , (b) de la phase précipitée Ni_3Nb quadratique γ'' , (c) et de la phase précipitée $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ cubique à face centrées [38] ;	21
Figure I.2 : Les séquences de changements de forme au cours de l'évolution structurale d'un précipités γ' [39,40] ;	21
Figure I.3 : Phases (a) γ'' et δ et (b) η observées dans l'Inconel 625 par (a) MEB et (b) MET figure adaptée de [40,41] ;	22
Figure I.4 : Diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Al-Ti [7] ;	23
Figure I.5 : Microstructure des phases eutectique γ/γ' et les phases TCP d'un superalliage à base du Nickel [9] ;	25
Figure I.6 : Aubes de turbine de microstructure : (a) équiaxe, (b) solidification dirigée (colonnaire), (c) monocristalline [40] ;	27
Figure I.7 : traitement thermique classique pour les superalliage à base de Nickel [15] ;	28
Figure I.8 : Traitements thermiques de superalliage Udimet 720. a) grains fins, b) gros grains [17] ;	29
Figure I.9 : Influence de la vitesse de trempe sur la taille des précipités γ' des superalliage élaboré par Mdp [15] ;	31
Figure I.10 : Diagramme d'équilibre de l'alliage Ni-Al [42] ;	32
Figure I.11 : Schéma de la microstructure de la phase γ' de superalliage à base de Nickel ;	33
Figure I.12 : Microstructure René 65 avec à gauche l'échelle granulaire (image EBSD) et à droite la microstructure de précipitation [43] ;	33
Figure I.13 : Evolution du paramètre de maille de la matrice austénitique de Ni en fonction de la solubilité de différents éléments d'alliage [20] ;	36
Figure I.14 : 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] ;	37
Figure II.1 : Photographie du l'aube découpée en plusieurs échantillons ;	43
Figure II.2 : Enlèvement les copeaux pour analyse chimique ;	43
Figure II.3 : Photo du MEB de marque Quant A600 FEI ;	46
Figure II.4 : Microscopie électronique à balayage ZEISS GEMINI SEM 300 ;	46
Figure II.5 : DSC/ATG Q600 du CRTI ;	46
Figure II.6 : Principe de l'essai de micro dureté Vickers ;	47
Figure II.7 : Processus de traitement d'image : a) une image originale contrastée, b) une image binarisée et seuillée, c) image colorisée, d) image finale ;	47
Figure II.8 : Calcul de la distribution de la taille des précipités γ' à l'aide de la macro de logiciel Visilog 6.9 ;	48
Figure II.9 : Histogramme de la distribution de la taille des précipités γ' donné pour le logiciel Visilog ;	49

Figure II.10 : Calcul de la fraction surfacique de la phase γ' (taux de phase) à l'aide d'une macro du logiciel Visilog 6.9 ;	50
Figure II.11 : Schéma de traitement de mise en solution effectuées dans cette étude ;	52
Figure II.12 : Schéma de traitement de mise en solution à 1050°C suivi de deux de revenu à 720°C et 620°C ;	53
Figure III.1 : Microstructure du matériau tel que reçu après l'attaque chimique N°1 : (a) : Image de microscopie optique(OM), (b, c, d) : Images MEB des précipités γ' et les carbures à plusieurs échelles (20,5 et 1 μ m) ;	60
Figure III.2 : Image MEB révèle l'agglomération des particules voisines de la phase γ' ;	61
Figure III.3 : Image MEB après l'attaque chimique N°2 (Tableau II.2) révèle les joints de grains dentelés et les carbures inter et intra granulaires ;	62
Figure III.4 : Images MEB des phases nocives observées dans le matériau tel que reçu ;	65
Figure III.5 : Images MEB des ilots eutectiques γ/γ' observés dans le matériau reçu : a : réseau en nid d'abeille et b : précipités quasi-perpendiculaires ;	65
Figure III.6 : Image MEB révèle l'eutectique γ/γ' après attaque chimique N°2 ;	66
Figure III.7 : Courbes DSC - ATG montrant la température de dissolution et de précipitation de γ' dans l'Inconel 738 avec une vitesse de refroidissement et de chauffage de 20 ° C / min ;	67
Figure III.8 : la courbe de DSC montre les trois pics exothermiques après un chauffage jusqu' à 1200 ° C suivis de trois vitesses de refroidissement différentes ;	67
Figure III.9 : La distribution des phases (poids%) en fonction de la température pour l'inconel 738 [59] ;	69
Figure III.10 : Les images MEB de précipités γ' observés dans le matériau après un traitement de remise en solution à 1190°C pendant 1 h suivi de refroidissement à l'air ;	70
Figure III.11 : Image MEB révèle la morphologie et la distribution de γ' , carbures, ilot eutectique γ/γ' et la phase TCP après un traitement de mise en solution à 1190 °C pendant 1h et refroidissement à l'air calme ;	72
Figure III.12 : Les images MEB révèlent la morphologie et la distribution des précipités γ' , les carbures, les ilots eutectiques et les phases TCP après traitement de mise en solution à 1100 °C pendant 1h et refroidissement à l'air ;	73
Figure III.13 : Les images MEB révèlent la microstructure après un traitement de mise en solution à 1100 °C pendant 1h et refroidissement à l'eau tiède (attaque chimique N°2) ;	74
Figure III. 14 : EDS des carbures primaires MC après une mise en solution à 1100 °C suivie par refroidissement dans l'eau tiède ;	75
Figure III.15 : Image MEB montrant la nouvelle distribution et la morphologie de la phase γ' après le traitement de mise en solution et les deux paliers de vieillissements ;	76
Figure III.16 : Image MEB révèle les ilots eutectiques γ/γ' et les phases nocives après un traitement de mise en solution à 1100 °C suivi par deux paliers de vieillissement (TRT3. Voir tableau II.4) ;	77
Figure III.17 : Processus de traitement d'image : a : une image originale contrastée, b : une image binarisée et seuillée, c : image colorisée, d : image finale ;	77

Figure III.18 : évolution microstructurale de la taille et de la morphologie des précipités γ'' : (a) état de réception, (b) d'après TRT.1, TRT.2, TRT.3 ;	78
Figure III.19 : Histogrammes de la distribution de taille du γ'' : a : état de réception, b-d : après TRT.1, TRT.2 and TRT.3.	79
Figure III.20 : Effet de la fraction surfacique de précipités γ'' sur la micro dureté ;	80
Figure III.21 : Comparaison entre la micro duretés obtenues expérimentalement et celles du logiciel JMatPro ;	81
Figure III.22 : Comparaison entre les fractions volumiques obtenues expérimentalement et celles du logiciel JMatPro ;	81
Figure III.23 : Simulation par JMatPro des courbes de traction à plusieurs températures et à 0.001 (1/s) de vitesse de déformation de l'Inconel 738 ;	84
Figure III.24 : Modélisation de la dureté, limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'Inconel 738 en fonction de la taille des précipités γ' ;	85
Figure III.25 : la variation de la limite d'élasticité $\sigma_{0.2}$ en fonction de la température.	87

Liste d'abréviation

γ	: La matrice gamma ;
γ'	: Phase durcissante gamma prime ;
γ''	: Phase durcissante gamma seconde ;
TCP	: Phases topologiquement compactes (<i>Topologically Close Packed phases</i>);
JMatPro	: Java-based materials properties;
T_f	: Température de fusion ;
CFC	: Cubique faces centrées ;
δ	: Phase intermétallique delta ;
MO	: La microscopie optique ;
MEB	: La microscopie électronique à balayage ;
MET	: Microscopie électronique en transmission ;
$T_{\gamma'}$: Température de solvus gamma prime ;
γ'_I	: Gamma prime primaire ;
γ'_II	: Gamma prime secondaire ;
γ'_III	: Gamma prime tertiaire ;
Mdp	: Métallurgie de poudre ;
EBSB	: La diffraction d'électrons rétrodiffusés (électron backscatter diffraction) ;
DSC	: La calorimétrie différentielle à balayage ;
ATD	: Analyse thermique différentielle ;
DRX	: Diffractométrie de rayons X ;
XRF	: La spectrométrie de fluorescence des rayons X ;
EDS	: La spectroscopie à dispersion d'énergie ;
INC	: Compagnie internationale de nickel ;
LSGM	: Laboratoire de sciences et génie des matériaux ;
CTRI	: Centre de Recherche en Technologies Industrielles ;
VBA	: Visual Basic for Applications;
ATG	: Analyse thermogravimétrie ;
ATM	: Analyse thermomécanique ;
DMA	: Analyse mécanique dynamique ;
HV	: Dureté Vickers (Vickers hardness)
VPN	: Vickers pyramid number;
TRT	: Traitement thermique;
Kgf	: Kilogramme-force ;
$\sigma_{0,2}$: la limite d'élasticité à 0.2%;
DDG	: glissements des dislocations ;
DDC	: montées des dislocations ;

Introduction générale

Introduction générale

Les superalliages sont massivement utilisés dans divers secteurs tels que l'énergie, l'aérospatiale, l'aéronautique, la santé et l'armement. A des fins de transports et de production de l'électricité, les turbines à gaz font partie intéressante d'utilisation des superalliages à base de Nickel comme matériaux essentiels pour les composants qui fonctionnent à des températures élevées, y compris les disques et les aubes.

En raison de leur stabilité thermique remarquable à des températures élevées, les superalliages à base de Nickel, tels que l'Inconel 718, l'Inconel 738, GTD-111 et René '40, sont largement utilisés dans les aubes de turbine à gaz. La microstructure des aubes de turbine en superalliage à base Nickel est principalement conçue sur la base de la précipitation de la phase gamma prime (γ') [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] dans la matrice (γ) [1–4]. Les propriétés de fluage des superalliages à base de Ni sont étroitement liées à la fraction volumique de la phase dispersée (γ') et au désaccord paramétrique entre les deux phases (misfit) du réseau (γ') et (γ) [5–8]. La taille, la fraction volumique et la morphologie des précipités intermétalliques (γ') déterminent le comportement au fluage de l'aube. En revanche, leur durée de vie au fluage et la ductilité du superalliage diminuent considérablement lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées pendant le fonctionnement [9–11]. Cette réduction peut s'expliquer par l'évolution microstructurale de la phase (γ') à haute température. Elle peut également être due à l'alignement continu des carbures sur les joints de grains, à l'oxydation, à la fragilisation dynamique et à la formation de microfissures ou de vides [12–14]. Ces mécanismes d'endommagement sont influencés par certains paramètres tels que l'inertie de l'aube [15], la température de fonctionnement, l'atmosphère corrosive et l'impact des particules sur l'aube.

Les carbures sont l'un des types de précipités observés dans la microstructure des superalliages à base de Ni. Divers carbures secondaires (M_{23}C_6 , M_6C et M_7C_3) peuvent être formés lors de réactions à l'état solide entre la matrice riche en chrome et les carbures primaires (appelés MC) [16]. Ceux-ci occupent un volume important le long des joints de grains qui sont souvent interconnectés les uns avec les autres. Bien que le MC puisse être considéré comme un site privilégié pour l'amorçage des fissures [17, 18], la présence de sites déconnectés aux joints de grains empêche le glissement et l'accumulation de dommages dû au fluage [7].

Nous avons constaté dans les travaux antérieurs [19] que la formation de carbures M_{23}C_6 riches en Cr à la frontière des MC a également été signalée lorsque le superalliage à base de Ni a été

exposé à des températures allant de 650 à 1000 ° C [20, 21]. De plus, ces auteurs ont signalé une dégradation et une décomposition du MC après une longue exposition thermique entre 650 et 870 ° C.

De par la présence des précipités intermétalliques (γ') et des carbures primaires et secondaires, les superalliages à base de Ni présentent des phases nocives appelées phases topologiquement compactes (TCP) (telles que les phases Laves de type AB_2 et la phase sigma riche en $\sigma(\text{Cr})$ qui appauvrissent la phase γ' et la matrice des éléments constitutifs [22, 23] et servent comme de sites d'initiation des fissures lors d'un chargement cyclique.

Les meilleurs comportements mécaniques des superalliages à base de nickel seront obtenus en optimisant la microstructure et ce à travers un protocole de traitement thermique. Ces traitements sont généralement appliqués en deux cycles :

- Un traitement de mise en solution afin de dissoudre la phase gamma prime (γ') et les carbures secondaires,
- Une ou plusieurs étapes de traitements de vieillissements (Revenus).

La mise en solution permet une reprécipitation optimale de la phase durcissante γ' au cours de la première étape de vieillissement. Il est à noter que la température de la deuxième étape de vieillissement est généralement supérieure à celle de la première étape.

Lors du premier traitement de vieillissement, les précipités γ' tertiaires augmentent de taille, tandis que les précipités γ' secondaires sont moins affectés par le grossissement. La deuxième étape de vieillissement complète la migration des éléments « (γ') -gènes» vers les précipités (γ') (secondaire et tertiaire) [24]. Selon des études antérieures [25-27], la première étape du traitement de vieillissement contrôle la fraction volumique de la phase de durcissement. En revanche, la deuxième étape vise à optimiser la taille et la morphologie de la phase de durcissement. Cela signifie que les températures de précipitation déterminent non seulement le type, mais également la taille et la distribution des (γ') précipités, puis la formation de carbures et de phases TCP.

Le superalliage à base de nickel présente une excellente résistance à la corrosion, un bon comportement à la fatigue thermique et une longue durée de vie en fluage. Ici, le matériau de l'aube étudié est l'Inconel 738 avec quelques dizaines de milliers d'heures de service. L'optimisation de la microstructure du matériau se fait généralement par des traitements thermiques appropriés [28]. Cependant, une dissolution complète des phases nocives et des

carbures n'est pas toujours obtenue après de tels traitements. La littérature traitant les traitements thermiques de superalliages à base de Nickel montre que les températures de vieillissement et de reprecipitation sont généralement supérieures à 750 ° C [29-33].

Dans le présent travail, nous proposons d'utiliser un vieillissement en deux étapes avec des températures ne dépassant pas 720 ° C. Le but du présent travail est de tenter de récupérer la microstructure du matériau tel qu'il est reçu, d'améliorer ses propriétés mécaniques et de prolonger sa durée de vie. En même temps, nous essaierons de prédire des endommagements en utilisant le logiciel JMatPro.

Pour mener à bien cette étude, Ce manuscrit est composé de trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur les superalliages à base de nickel et les caractéristiques microstructurales distinctives afin de clarifier l'état de l'art par rapport à nos travaux.
- Le deuxième chapitre présente les méthodes et outils de travail utilisés dans notre étude, et décrit le protocole de traitement thermique suivi.
- En fin le troisième chapitre traite de la caractérisation microstructurale des échantillons d'aubes tels que reçus, et d'une étude des traitements thermiques et de leurs influences sur l'évolution microstructurale et la micro dureté de l'Inconel 738. Une partie numérique a été consacrée dans ce chapitre à l'étude du comportement mécanique de l'Inconel 738 et à décrire l'influence de la température, de la taille et de la fraction volumique de γ' sur ce superalliage à base de nickel.

Chapitre 1
Etude bibliographique sur
les superalliages à base de
nickel

Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel

I. Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel

I. 1. Superalliages

Les superalliages sont des alliages métalliques à haute performance possédants une très bonne propriété mécanique à haute température (0.7 à 0.8 fois T_f (fusions)), une excellente résistance à l'oxydation et à la corrosion dans des conditions de travail extrêmes et agressives.

Les superalliages sont essentiellement à base : de fer, de Nickel et de cobalt, avec une structure austénitique. La matrice est renforcée par précipitation des phases intermétalliques durcissantes pour les superalliages à base de fer et à base de Nickel. Le renforcement de la matrice par précipitation des carbures dans les superalliages à base de cobalt, aura lieu en raison de la forte quantité de carbone.

Leurs microstructures peuvent être assez complexes en raison du potentiel pour des variétés de phases formées à des températures élevées où similaire à l'environnement de travail agressif.

Il est donc indispensable d'améliorer les superalliages pour répondre aux nouveaux besoins et d'améliorer le rendement en turbine à gaz avec le respect des nouvelles normes limitant l'émission des gaz à effet de serre [34-35].

I. 2. Superalliages à base de Nickel

Les superalliages les plus utilisés dans l'industrie sont les superalliages à base de Nickel. Ils sont élaborés par fusion sous vide, leurs microstructures sont contrôlées par un protocole de traitements thermiques bien défini selon les caractéristiques requises et les applications visées. Ces alliages consistent en une matrice austénitique dans le Nickel appelé gamma (γ), renforcée par la précipitation d'une phase intermétallique cohérente dénommé gamma prime (γ') $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, et parfois dans certains alliages, une seconde phase gamma seconde (γ'') Ni_3Nb comme par exemple dans l'inconel 718.

A des températures trop élevées, d'autres phases peuvent se produire ; telles que la phase hexagonale serrée ETA (Ni_3Ti), la phase orthorhombique delta (Ni_3Nb), ainsi que 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, préserver leur résistance sous des sollicitations thermomécaniques

élevées, à savoir, une bonne tenue au fluage. En conséquence, les superalliages à base nickel font le choix le plus approprié pour les aubes de turbine des turbomoteurs.

La maîtrise de la microstructure est vitale pour concevoir des matériaux performants. Celle-ci conditionne en effet directement les propriétés d'un superalliage. Dans les superalliages à base Nickel, l'ajout des éléments durcissants en solution solide dans la matrice γ -(Ni), et la précipitation de la phase durcissante γ' Ni₃ (Al, Ti) ou γ'' -Ni₃Nb octroient des excellentes propriétés mécaniques à haute température. A contrario, d'autres phases indésirables pourront provoquer des défauts et des sites d'endommagement.

I. 2.1. Composition chimique des superalliages à base de Nickel

Une des clés du succès des superalliages à base de Nickel réside dans la capacité de ce matériau à accepter des ajouts de nature diverses et dans de grandes proportions. Cette capacité provient de la solubilité dans la matrice de Nickel d'un grand nombre d'éléments d'alliage.

À cet effet, ces superalliages contiennent généralement entre 10 à 15 éléments dans des proportions notables, avec une composition de ; 10 à 20% de chrome, 5 à 10% de cobalt, et 8% d'éléments gamma prime (γ')-gènes (Al et Ti). Cet alliage engendrera un renforcement par formation des précipités d'une phase de type Ni₃ (Al, Ti) dans une matrice austénitique majoritairement composée de Nickel, dans laquelle se trouve des éléments gamma(γ)-gène comme le chrome, le cobalt, le tungstène et le molybdène [1].

Les éléments d'addition remplacent les atomes de la phase austénitique ou s'insèrent entre eux, déformant ainsi la maille cristalline et entravant le mouvement des dislocations.

Par ailleurs, lorsque la concentration des éléments d'addition dépasse la limite de solubilité dans l'alliage, des phases secondaires tels que (γ' , γ'' et les carbures) précipitent, lors d'un traitement thermique à basse température.

Ces phases peuvent induire un fort durcissement en gênant les mouvements des dislocations. L'origine de ces phases sera détaillée dans la partie suivante. Les éléments d'addition confèrent aussi aux superalliages leur excellente résistance chimique. En effet, l'oxydation sélective du chrome ou de l'Aluminium permet la protection de l'alliage contre la corrosion par la formation d'une couche de passivation (le plus souvent Cr₂O₃ ou Al₂O₃) à sa surface de la même manière que pour les aciers inoxydables. La croissance d'une de ces couches est indispensable à la tenue à long terme des pièces en superalliages [35]. Si des teneurs rationnelles en éléments d'addition sont avantageuses, tout excès leur est généralement nuisible. L'ajout d'une grande quantité d'éléments conduit en effet à la formation de phases indésirables qui fragilisent le matériau en

Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel

abaissant sa tenue mécanique ou sa résistance chimique. A titre d'exemple, la précipitation de phases dites « Topologiquement compactes » où phases TCP (*Topologically Close Packed phases*) réduit la résistance de la matrice de Nickel, notamment en l'appauvrissant en éléments essentiels [36].

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 I.1 :

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

Alliage	Ni (%)	Co (%)	Cr (%)	Mo (%)	W (%)	Al (%)	Ti (%)	Ta (%)	Nb (%)	Fe (%)	C (%)
IN939	Base	19	22,5	-	2	1,9	3,7	1,4	1		0.15
IN738	Base	8,5	16	1,7	2,6	3,4	3,4	1,7	0,9	0.07	0.08
IN792	Base	9	12,4	1,9	3,8	3,1	4,5	3,9	-	-	0.09
IN 100	Base	15.0	10.0	3.0	-	6.0	1.0	4.0	-	-	0.07
Inconel 718	Base	0.5	19	3.05	-	0.5	0.95	0.05	5.15	18	0.1
René 80	Base	9.5	14	1.5	3.8	3	4.9	2.8	-	-	0.03
Nimonic80	Base	1	21	-	-	1.8	2.7	-	-	1.5	0.06

I. 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 de type Ni_3 (Ti, Al) et de structure cristalline identique à γ . Elle est aussi durcie parfois 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.

I.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 (figure I.1a). 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].

I.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 (CFC), et de composition chimique bien définie de type A_3B (Ni_3 (Al, Ti)). Son action durcissante dépend de la quantité formée, de sa composition chimique, et de sa morphologie. La figure I.1c, montre les atomes de titane ou d'Aluminium aux sommets du cube et les atomes de Nickel sont au centre des faces.

La morphologie des précipités γ' est très sensible à la température, dans laquelle la croissance conduit à la séquence de changements de formes suivantes : Sphère – cube – octocube – octodendrite - dendrite [37] (figure I.2). La morphologie de précipités γ' dépend de l'énergie de déformation élastique associé à l'incohérence entre la phase γ' et la matrice γ , à des espaces inter-particules, à la fraction volumique et aux tailles des précipités γ' .

Au fur et à mesure que la croissance progresse, elle sera contrôlée par la diffusion d'atome soluté de la matrice γ [37].

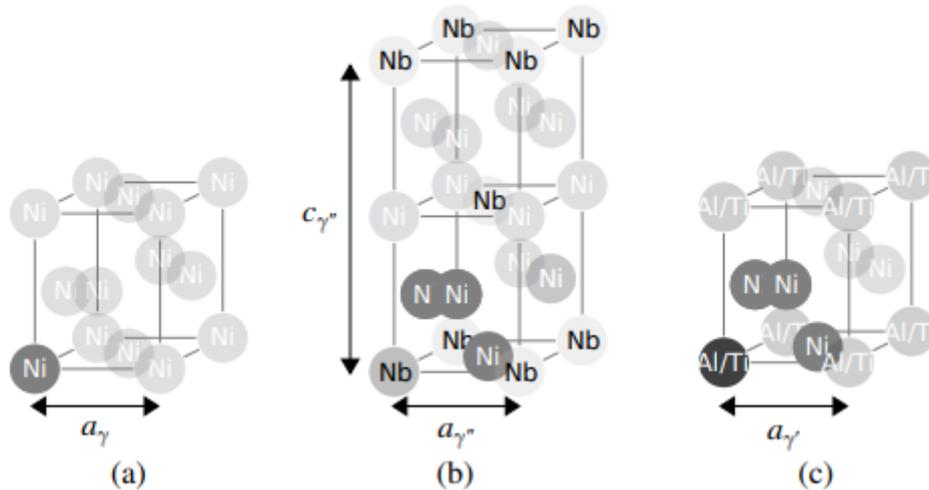


Figure I.1 : Maille unitaire des cristaux (a) cubique à face centrées (CFC) à base Nickel de la matrice γ , (b) de la phase précipitée Ni₃Nb quadratique γ'' , (c) et de la phase précipitée Ni₃ (Al, Ti) cubique à face centrées [38].

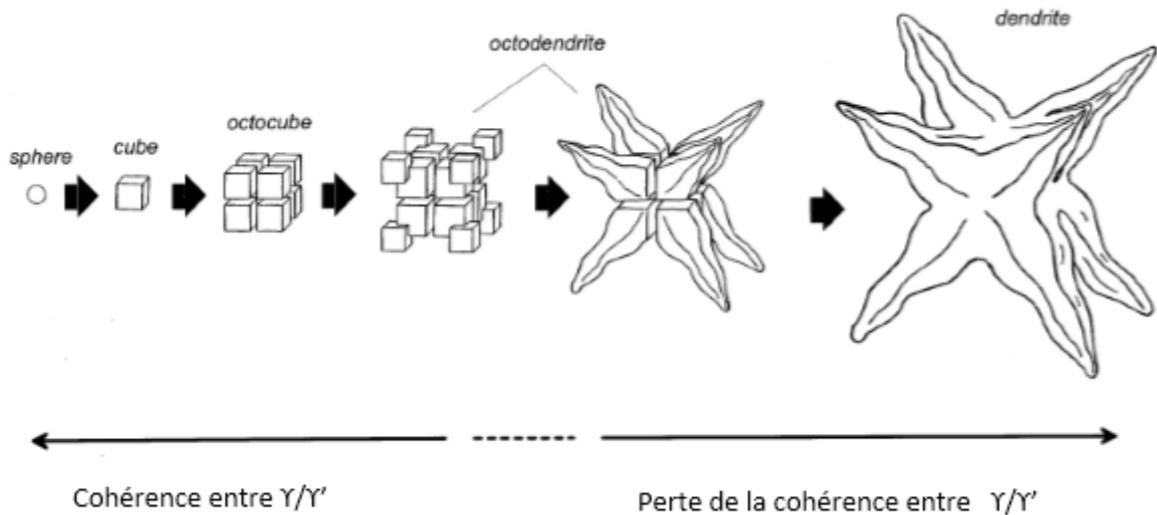


Figure I.2 : Les séquences de changements de forme au cours de l'évolution structurale d'un précipités γ' [39,40].

I.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 le précipité (Ni₃ Nb), métastable de structure quadratique centré (figure I. 1.b). L'alliage a une particularité d'être principalement durci par la précipitation de la phase γ'' de

composition Ni₃ Nb (IN718). La fraction de cette phase est gouvernée par la bonne teneur en Niobium (souvent limitée entre 4.3 à 6 %).

I.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 phase stable δ - Ni₃ Nb. La phase est également présente au-dessus de solvus γ'' . La fraction volumique est contrôlée, car sa présence permet de limiter le grossissement des grains, une forte fraction volumique conduit directement à un durcissement plus faible (moins de précipité durcissant γ'').

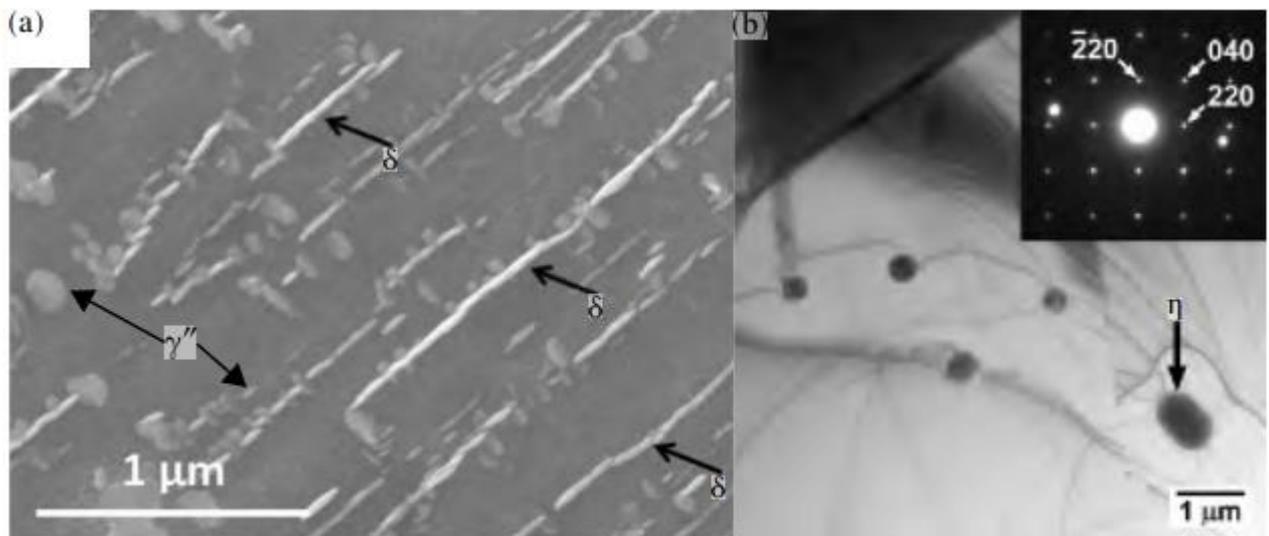


Figure I.3 : Phases (a) γ'' et δ et (b) η observées dans l'Inconel 625 par (a) MEB et (b) MET figure adaptée de [40,41].

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.

I.2.2.5. Les composés eutectiques

Un diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Al-Ti (figure I.4) montre que, les conditions de fonderie peuvent aboutir à la formation de pavés eutectiques, qui mêlent les phases γ et γ' [6].

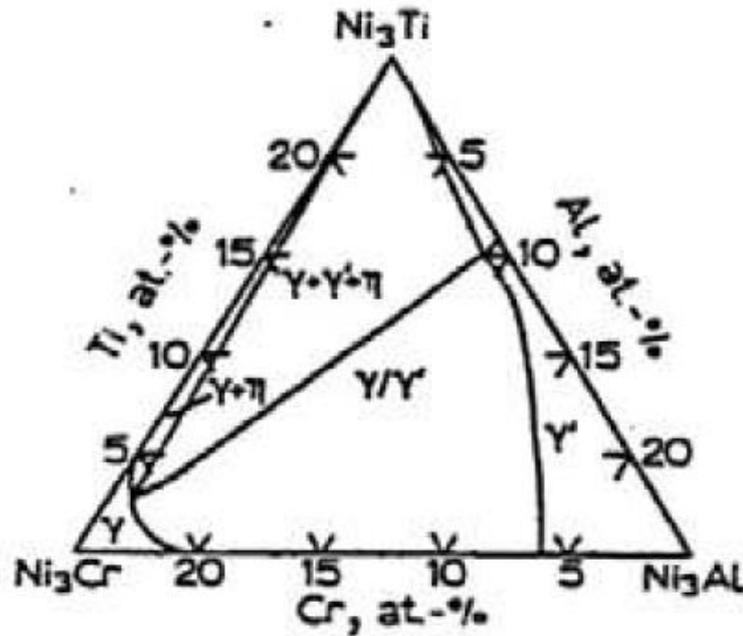


Figure I.4 : Diagramme pseudo ternaire Ni-Cr-Al-Ti [7].

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].

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

Outre les précipités intermétalliques durcissants γ' et γ'' et non durcissants δ , les superalliages présentent des phases TCP (*topologically closed packed*), des carbures et carbonitrides primaires de type MX (M=Nb, Ti, etc. et X=C, N). Ils sont fréquemment répartis 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 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 TCP est considérée généralement nocive vis-à-vis des propriétés mécaniques des superalliages. Elle se forme après une longue exposition à une haute température.

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

- l'amorçage prématuré de fissures à partir des précipités de phase TCP, 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 TCP, 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 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 les teneurs en Si et Nb sont faibles. 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 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 $\alpha(Cr)$ et phase σ

La phase $\alpha(Cr)$ est une phase topologiquement compacte de structure cristallographique cubique à faces centrées. Elle est riche en Cr, elle apparaît en cas de fortes ségrégations, dues à la solidification lors de vieillissement de longue durée ou après une longue exposition à hautes températures.

La phase σ est également une phase topologiquement compacte. Elle est semi-cohérente ou non-cohérente avec la matrice γ . Sa composition chimique est variable, identifiée par $(Cr, Mo)_x (Ni, Co)_y$ avec x et y qui varient entre 1 et 7 ($x > y$). 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, en privant la matrice γ de Cr, ceci 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. Une bonne homogénéisation et un vieillissement adapté à la composition chimique permettent de limiter la présence de ces phases.

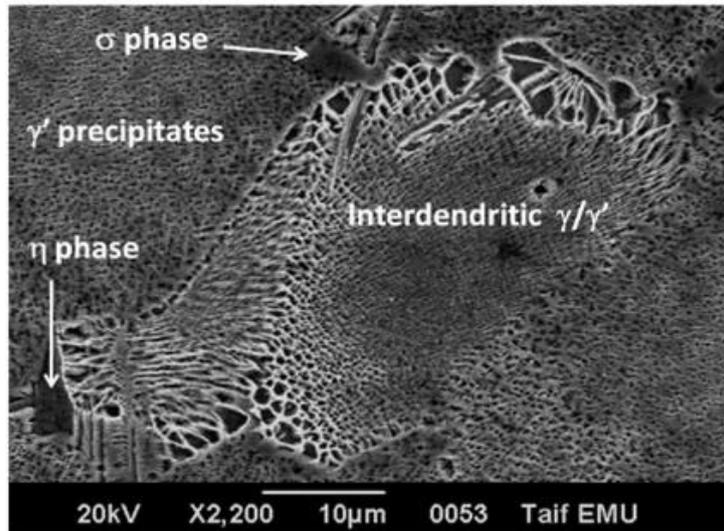


Figure I.5 : Microstructure des phases eutectique γ/γ' et les phases TCP d'un superalliage à base du Nickel [9].

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 sur-vieillissement 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 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].

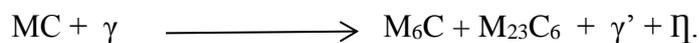
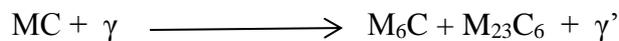
b) Les carbures

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

Le superalliage à base de Ni présente des carbures et des carbonitrides inter- ou intra-granulaires qui améliorent parfois 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, 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 renforcent en conséquence.

Lors d'une exposition thermique à long terme, les carbures primaires (MC) ont une tendance à dégénérer, présentant diverses réactions telles que :



Il est connu que la dégénérescence du carbure primaire (MC) a une influence directe sur l'évolution microstructurale des superalliages à base Ni, à savoir, le grossissement de la phase γ' , l'épaississement des joints de grains et la précipitation des phases TCP.

I.2.3. Mode d'élaboration des superalliages à base de Nickel (Ni)

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 différentes méthodes :

- a. La méthode classique (fusion au four à l'induction sous vide puis forger) dans les cas des pièces dite polycristalline comme aube pour turbine à gaz.
- b. La métallurgie des poudres (compression isostatique à chaud) comme les disques de turbine. Cette méthode offre à l'alliage une bonne homogénéité, des tailles des grains

très fines ($25\mu\text{m}$) et une distribution des phases très uniformes ; ces caractéristiques améliorent les propriétés mécaniques comme la tenue en fatigue.

- c. La 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.
- d. Le monocristallin est l'avancée la plus récente par la fabrication des pièces sans joints de grains 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 pour obtenir des caractéristiques mécaniques recherchés.

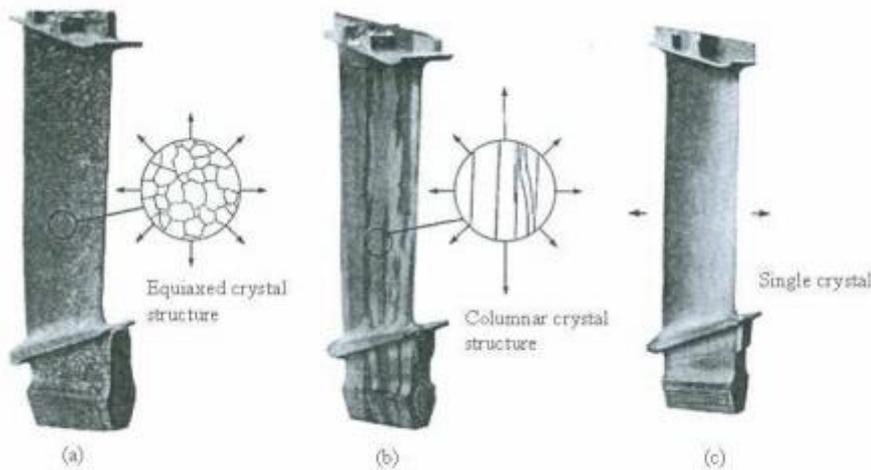


Figure I.6 : Aubes de turbine de microstructure : (a) équiaxe, (b) solidification dirigée (colonnaire), (c) monocristalline [40]

I.3. Traitements thermiques des superalliages à base de Ni

Le traitement thermique généralement recommandé pour les superalliages à base de Ni est suggéré 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 ou de deux paliers de vieillissement pour mettre en place la microstructure finale avant que la pièce ne subisse l'usinage final.

I.3.1 Traitement de mise en solution

Le traitement thermique de mise en solution est effectué après l'élaboration de superalliage à base de Ni pour homogénéiser leurs microstructures. Ce traitement permet de dissoudre les précipités γ' formés en sortie du procédé d'élaboration d'une façon incontrôlable à la fin de forgeage dans la matrice γ . Le refroidissement de ce traitement thermique permet ensuite de reformer les précipités de phase γ' d'une manière homogène et souhaitable (figure I.7).

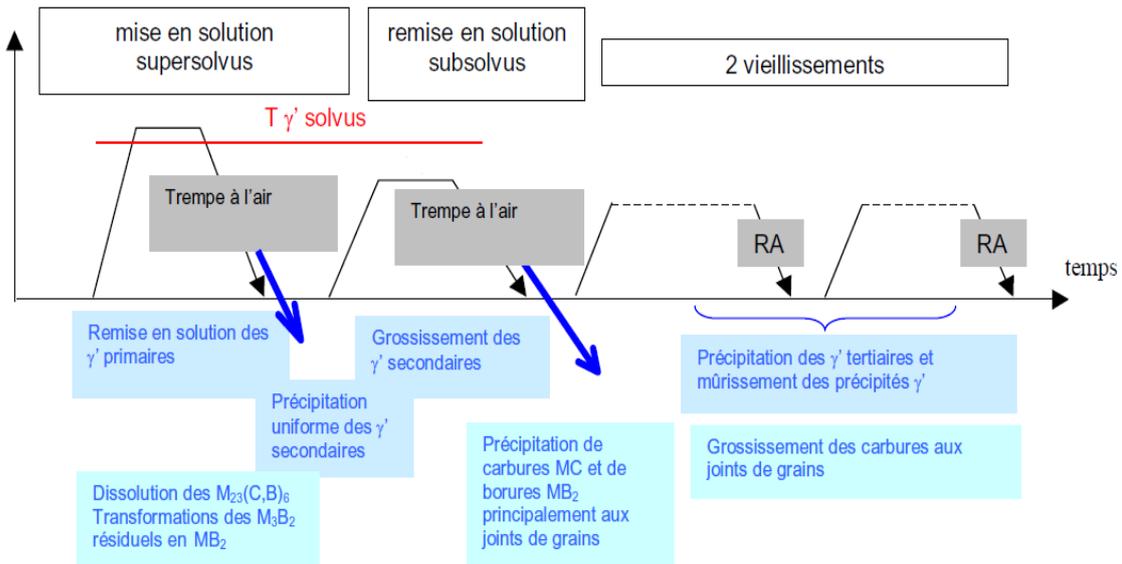


Figure I.7 : traitement thermique classique pour les superalliages à base de Nickel [15].

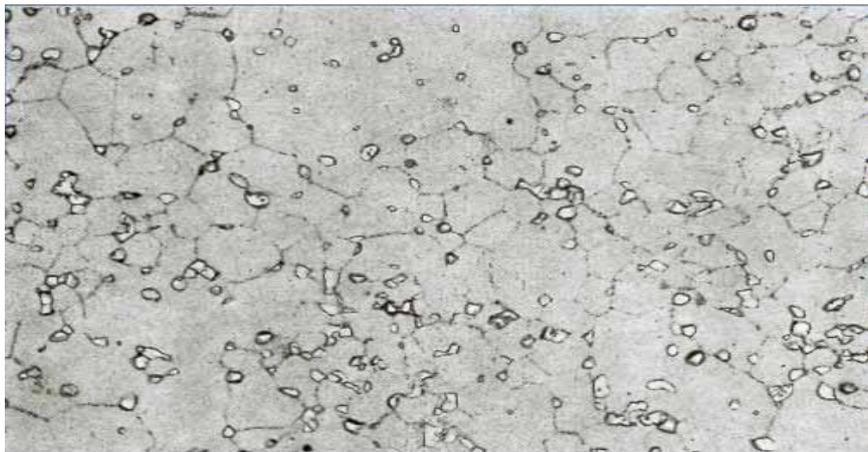
Il existe deux types de traitements de mise en solution :

- Mise en solution sub-solvus 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' , 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 I.7), par contre ce traitement n'améliore pas la tenue au fluage.
- Mise en solution super-solvus, 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 [16].

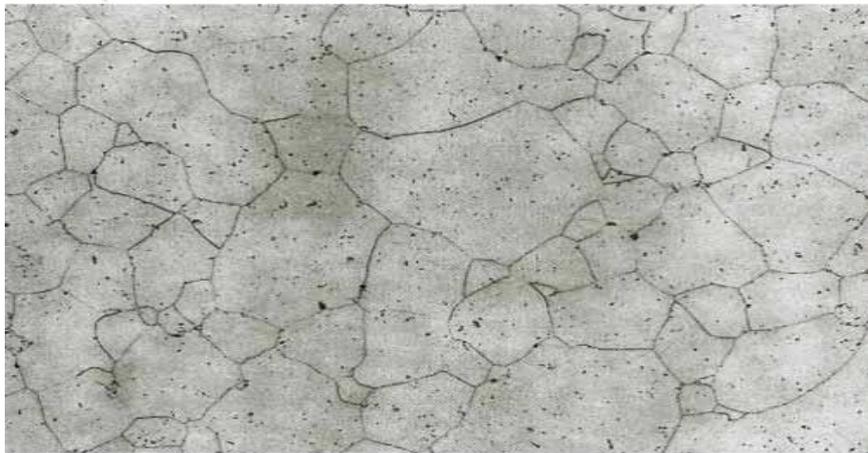
Le tableau I.2, donne la température de solvus de la phase γ' , pour quelques superalliages à base du Nickel.

Tableau I.2 : Illustration de la température de solvus de précipités γ' de certains superalliages

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



(a) traitement thermique à grains fins ($G = 50$)



(b) traitement thermique à gros grains ($G = 50$)

Figure I.8 : Traitements thermiques de superalliage Udimet 720.
a) grains fins, b) gros grains [17].

I.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 Ni. Généralement, le traitement thermique de vieillissement est effectué après la mise en solution. Il conduit à des températures inférieures, ce qui permet d'augmenter la limite d'élasticité des superalliages et de précipiter le maximum de phases durcissantes, aussi de grossir les carbures aux joints de grains, dans le but d'obtenir des précipités stables pour une meilleure longévité.

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

I.3.2.1. Influence de la vitesse de refroidissement

La vitesse de refroidissement lors du trempage 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 augmentent, ce dernier génère des contraintes internes, causant des déformations en cours d'usinage ou des amorçages de fatigue prématurés [18].

La figure I.9, montre l'influence de la vitesse de refroidissement sur la taille des précipités γ' des alliages obtenus par métallurgie des poudres (*N18*, *R95* et *Astroloy*). Le superalliage est traité ici en sub-solvus, 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].

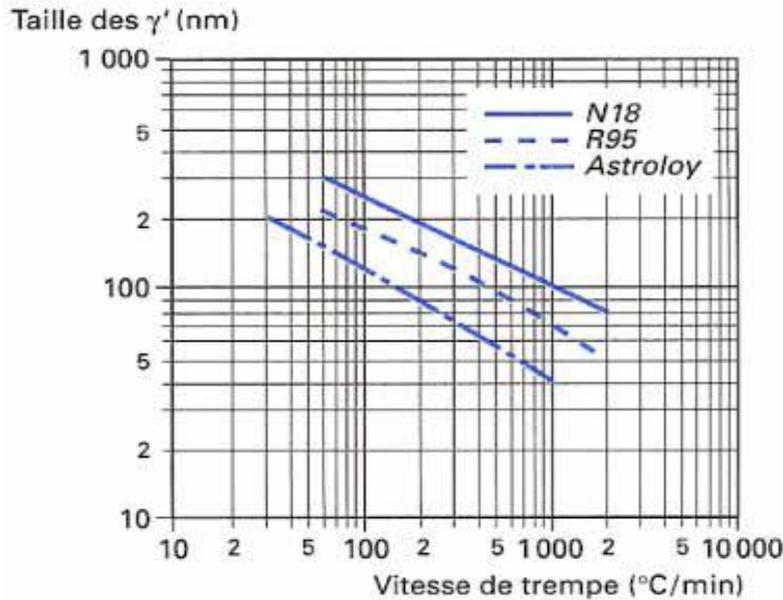


Figure I.9 : Influence de la vitesse de trempe sur la taille des précipités γ' des superalliages élaboré par MDP [15].

I.4. Mode de durcissement des superalliages à base Ni

Les différents modes de durcissement des superalliages à base Nickel sont répertoriés comme suit :

I.4.1 Durcissement de la solution 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, le tungstène se partage équitablement entre les phases γ et γ' .

Le durcissement est obtenu dans ce cas par déformation du réseau cristallin et ce par substitution des atomes de nickel par d'autres lourds et de grands diamètres, ayant de faibles vitesses de diffusion comme le tungstène ou le molybdène. Le carbone en solution solide interstitielle peut aussi y 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].

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

Le durcissement par précipités γ' et γ'' 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

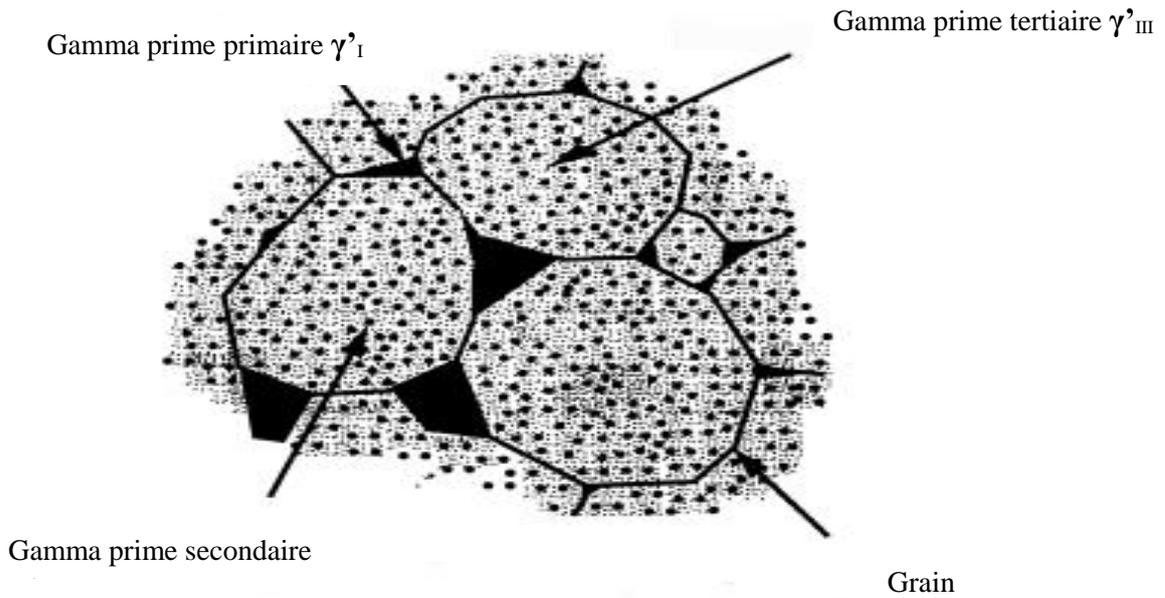


Figure I.11 : Schéma de la microstructure de la phase γ' de superalliage à base de Nickel

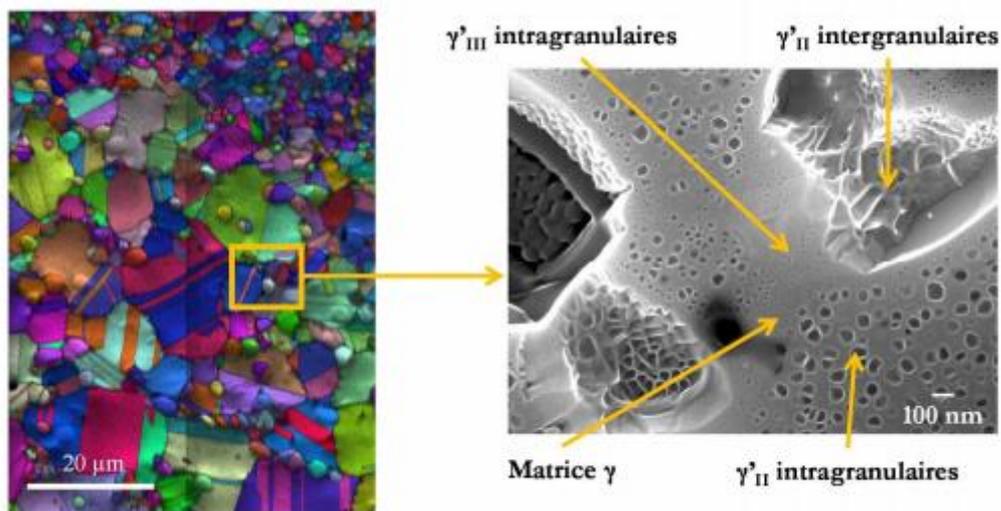


Figure I.12 : Microstructure René 65 avec à gauche l'échelle granulaire (image EBSD) et à droite la microstructure de précipitation [43]

I.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 des 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.

I.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 ruthénium 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 participe aussi principalement à la protection contre l'oxydation et la corrosion, par la formation en surface des oxydes de chrome (Cr₂O₃). Il forme aussi les carbures ($M_{23}C_6$).

Il est noté que le fer est utilisé aussi en substitution partielle de Nickel dans les superalliages, afin 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 (Ni₃Nb) 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 Ti (0,65 - 1,15%) favorise l'apparition de la phase gamma seconde métastable (Ni₃Nb) γ'' [23]. Le Tableau I.3, présente les principaux effets des éléments rencontrés dans les superalliages.

Tableau I.3 : Effets des principaux éléments d’alliages dans les superalliages à base de Ni [15].

<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 $M_{23}C_6$	Formation de carbures $M_{23}C_6$, favorise la formation de TCP
Mo	Renforcement de la phase γ , formation de carbures M_6C et MC	Formation de carbures M_6C 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 e 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	/

I.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, le tungstène aussi 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. Le tableau I.4, laisse supposer que 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.

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

	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

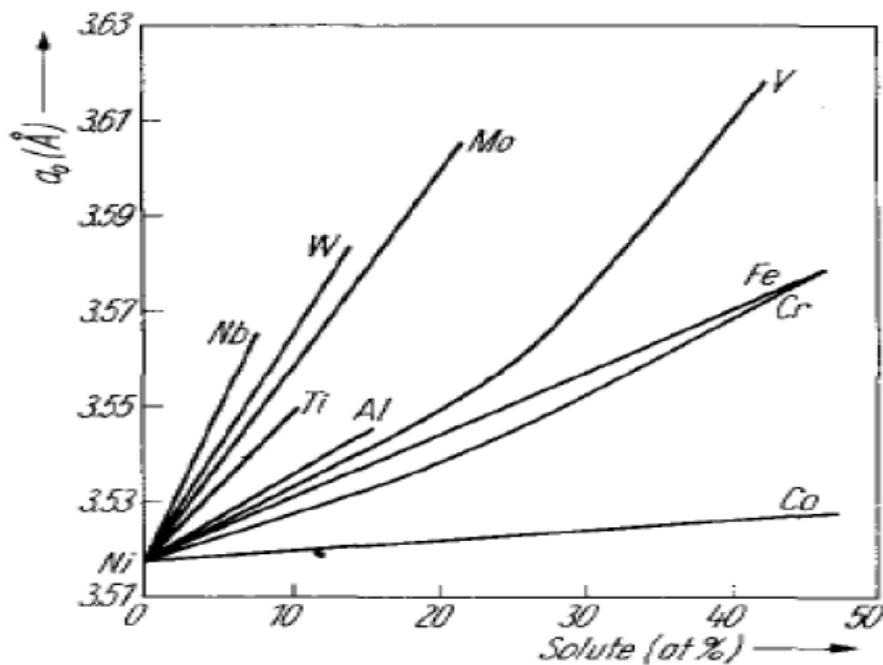


Figure I.13 : Evolution du paramètre de maille de la matrice austénitique de Ni en fonction de la solubilité de différents éléments d'alliage [20].

La Figure I.13, 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, ils sont plus ou moins solubles (Tableau I.4 et Figure I.13). 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].

I.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 [22].

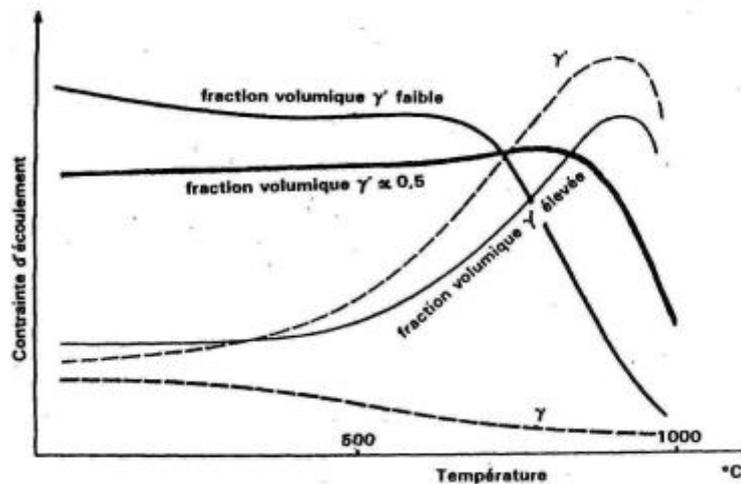


Figure I.14 : Tenue mécanique des composés γ/γ' en fonction de la température [5].

La Figure I.14 montre que les alliages à faibles fractions volumiques sont plus résistants à basse température que ceux à grandes fractions volumiques, et d'autre part, les alliages sont plus résistants à des températures plus élevées que les plus faibles fractions volumique de γ' à des températures supérieures à 800°C [22]. En revanche, aux températures intermédiaires (cercle rouge) ainsi que dans le cas de γ' isolé (fraction volumique γ' : 100% (cercle bleu)) la figure montre qu'il y a un changement dans les contraintes d'écoulement plastique. Cependant, pour obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques des matériaux, il ne faut non seulement ajuster la fraction volumique des précipités γ' , mais aussi tenir compte de leur taille et du désaccord paramétrique (misfit) entre les deux phases. En effet, en étudiant des monocristaux

Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les superalliages à base de nickel

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 2

Matériels et Méthodes

Chapitre 2 : Matériels et méthodes

II. Matériels et méthodes

II.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les techniques expérimentales utilisées pour cette étude et les moyens mis en œuvre pour identifier et caractériser l'évolution microstructurale du matériau, à savoir, la préparation d'échantillons pour l'observation métallographique par microscopie optique et électronique (MO) et (MEB), et une caractérisation physico-chimique par la calorimétrie différentielle à balayage et analyse différentielle (DSC), la caractérisation mécanique par des tests de micro indentation. La simulation du comportement mécanique ainsi que les propriétés physiques et physico-thermiques de notre matériau ont été déterminés par l'utilisation de logiciel JMatPro, enfin le traitement des images a été effectué dans ce travail par le logiciel Visilog.

Les conditions de fonctionnement dans les turbines à gaz sont sévères, soit par l'élévation de la température, parfois dépassants les 900°C sous une forte force d'inertie dû à leurs vitesses de rotations (de l'ordre 50000 tr/min), où par l'environnement agressif à cause de combustible (Kérosène, Gasoil.....). L'air comprimé dans le compresseur avoisine les 8 bars pour faire refroidir les aubes et autres composants chauffés. L'évolution de la microstructure est un facteur important dans la détérioration des propriétés mécaniques et physico-chimiques des superalliages à base de nickel. Afin d'assurer une durée de vie acceptable des aubes de turbine à gaz, les matériaux qui les composent doivent avoir les caractéristiques suivantes :

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

II.2. Procédure d'analyse

Le but de notre travail est de corrélérer la durée de vie des aubes aux évolutions microstructurales et de prédire l'endommagement des pièces et la durée de vie des aubes. La procédure suivie dans ce travail est décrite comme suit :

- Découpe de l'aube en plusieurs échantillons de 3x3x3 mm par découpe à la tronçonneuse suivie d'un usinage avec électroérosion à fil.
- Enrober les petits échantillons pour faciliter le polissage.
- Polissage suivi par des attaques chimiques pour révéler les phases et joints de grain.
- Analyse chimique de l'alliage par XRF ;
- Caractérisation microstructurale initiale des superalliages à base de nickel par MO, MEB, et DRX ;
- Définir les températures de précipitation et de dissolution des précipités par calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermo différentielle (DSC ou ATD) ;
- Effectuer des traitements thermiques interrompus pour identifier les pics apparaissant sur les thermo-grammes obtenus par DSC ;
- Effectuer un protocole de traitement thermique afin d'obtenir une microstructure optimale composée de précipités gamma prime homogènes et de meilleure taille (traitement de remise en solution et un ou plusieurs paliers de revenus) ;
- Effectuer le test de micro indentation pour calculer la dureté et le module de Young de nos superalliages à base de nickel ;
- Analyser quantitativement et qualitativement les images MEB par le logiciel de traitement d'images Visilog.
- Modélisation des comportements mécaniques et propriétés physico chimiques par le logiciel JMatPro.
- Corréler la taille, la vitesse et la morphologie des précipités et le comportement mécanique.

II.2.1. Mise au point du matériau étudié

- Le superalliage utilisé dans cette étude nous a été fourni par la Société Nationale d'électricité et de gaz (SONELGAZ), sous forme d'aubes usagées. Les aubes telles que reçues ont été utilisées pendant 50 000 heures dans une turbine à gaz pour produire de l'électricité

II.2.2. Préparation des échantillons

Avant découpe, une analyse chimique du matériau étudié et leurs caractérisations microstructurales et mécaniques dans son état de réception après 50 000 heures de service. Les échantillons découpés dans les aubes subissent un traitement de décapage chimique. Une mise en solution à différentes températures, puis un traitement de revenu. Pour étudier le comportement microstructural lors de ces traitements, des observations métallographiques ont été réalisées sur des échantillons à l'OM et au MEB, afin d'évaluer la morphologie et la taille des grains, révélant ainsi la présence de précipités de seconde phase. La microanalyse par EDS complète l'étude par la caractérisation de la concentration des éléments dans ces précipités inter et intra granulaire.

Le comportement de croissance des grains due à l'exposition à long terme aux conditions de mise en service a été observé. Les renseignements fournis par les observations micrographiques optiques et électroniques ont complété par la micro dureté.

II.2.3. Découpe et repérage des échantillons

Afin d'étudier les caractéristiques microstructurales, les aubes ont été découpées par un disque de tronçonnage sous lubrifiant (l'eau), puis par usinage d'électroérosion à fil pour le prélèvement de plusieurs échantillons de 3x3x3 mm³ (figure II.1).

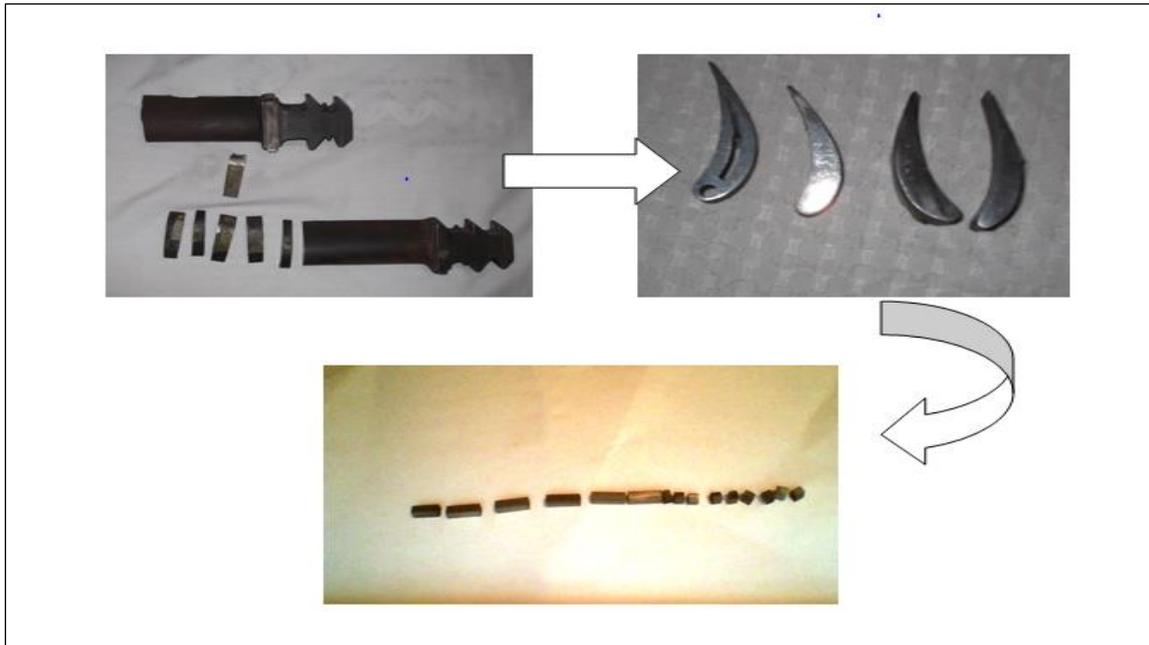


Figure II.1 : Photographie du l'aube découpée en plusieurs échantillons.

II.2.4. Analyse de la composition chimique

L'analyse chimique de l'alliage a été effectuée au laboratoire métallurgie et chimie de la société industrielle SNVI, par l'enlèvement de la matière dans plusieurs endroits de l'aube (fige II.2). Une analyse par un spectromètre XRF a été effectuée, la comparaison des pourcentages massiques des éléments trouvés avec d'autres alliages donnés par la compagnie internationale de nickel INC, a révélé que l'aube est constituée d'un superalliage à base du nickel dénommé **Inconel 738**.

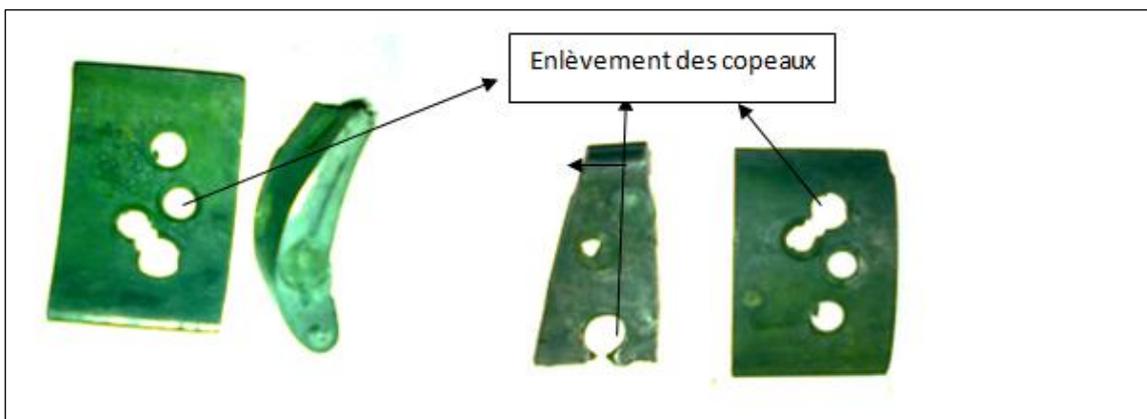


Figure II.2 : Enlèvement les copeaux pour analyse chimique.

La composition chimique moyenne de l'aube analysée est reportée dans le tableau II.1 en pourcentage massique :

Tableau II.1 : Composition chimique de l'alliage en poids.

Elément chimique	C	Al	Ti	Nb	Mo	V	Cr	W	Ni
Aube (% poids)	0.218	2.66	2.76	0.96	2.59	0.08	16.25	4.98	59.76
Elément chimique	Fe	Co	Ta	Cu	Si				
Aube (% poids)	0.19	8.74	0.34	0.47	-				

II.3. Les techniques d'analyses

Afin de caractériser la microstructure et identifier les phases et les précipités présents dans le superalliage 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),
- Définir les températures de précipitation et de dissolution de la phase durcissante par (DSC),
- Caractérisation mécanique par l'essai de micro dureté,

II.3.1. Analyse métallographique par microscope optique MO

L'observation au microscope optique nous a permis de caractériser la microstructure à l'échelle des grains au sein du superalliage dans l'état de réception et leur évolution au cours du traitement de mise en solution et de revenu. Les échantillons sont d'abord polis mécaniquement avec du papier abrasif au carbure de silicium jusqu'à une granulométrie de 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 afin de révéler la microstructure. La composition chimique des réactifs d'attaque et les conditions d'attaque sont présentées dans le tableau 3. Le réactif d'attaque N°1 (voir tableau II.2) dissout les précipités γ' , tandis que le réactif N°2 dissout la matrice gamma (γ) et laisse les

précipités γ' en reliefs. 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'appareil utilisé est un microscope optique de marque Olympus.

Tableau II.2 : Les conditions d'attaque des échantillons

N° d'attaque	Composition chimique	La méthode d'attaque	Condition d'attaque	La phase dissoute
1	2g CuCl_2 -50ml HCl-25ml HNO ₃ -200ml H ₂ O.	Attaque par immersion	Attaque par immersion à température ambiante pendant 40sec.	Les précipités γ'
2	20g CuSO_4 100 ml HCl 5 ml H_2SO_4 80 ml H_2O .	Attaque par immersion	Attaque par immersion à température ambiante pendant 10-12 sec.	La matrice γ .

II.3.2. Observation au MEB et microanalyse chimique des particules EDS

Pour compléter les observations en microscopie optique, nous avons utilisé deux microscopes électroniques à balayage de marque Quanta A600 FEI au sein de Laboratoire de Génie des Matériaux de l'EMP et un microscope électronique à balayage ZEISS GEMINI SEM 300 fonctionnant à 15 kV du CRTI. Les deux sont équipés d'un détecteur pour des électrons secondaires permettant d'obtenir un contraste topologique, d'un détecteur pour des électrons rétrodiffusés, et d'une sonde qui permet d'effectuer une analyse chimique ponctuelle EDS.

L'observation au MEB, nous a permis de caractériser les précipités, les carbures, autres phases dommageables et d'étudier la variation des fractions surfaciques et la morphologie de la phase dominante (gamma prime) en fonction de la température. Le MEB, nous a permis de connaître les micro-analyses chimiques des particules présentes dans le superalliage à base de nickel. La préparation des échantillons est identique à celle décrite précédemment.



Figure II.3 : Photo du MEB de marque Quant A600 FEI.

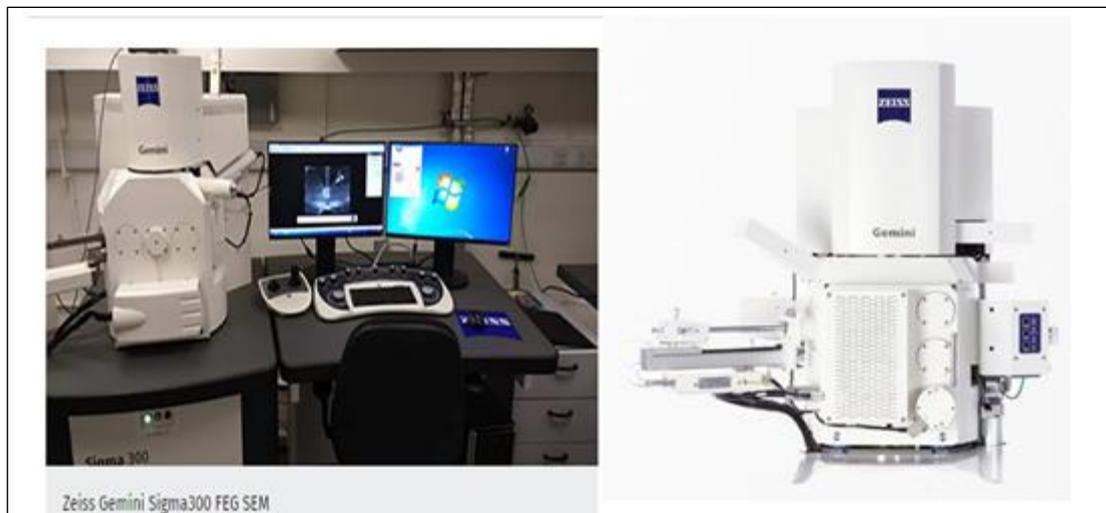


Figure II.4 : Microscopie électronique à balayage ZEISS GEMINI SEM 300

II.3.3. Calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermo différentielle (DSC ou ATD)

L'appareil utilisé pour nos essais est une *DSC/ATG Q600* du CRTI. Les échantillons de dimensions 3×3×3 mm et d'une masse d'environ 70 mg ont été découpés à la tronçonneuse sous lubrifiant, puis par usinage d'électroérosion à fil. Les essais ont été réalisés en utilisant des creusets en alumine, le creuset de référence étant vide durant l'essai. Afin de pallier au problème d'oxydation des échantillons, un débit d'Argon de 400 ml/min est injecté dans la chambre de l'appareil durant les cinq premières minutes de l'essai afin d'évacuer l'oxygène du four. Ensuite, l'essai se poursuit avec un débit de 100 ml/min. trois vitesses de chauffage et de refroidissement ont été effectués.

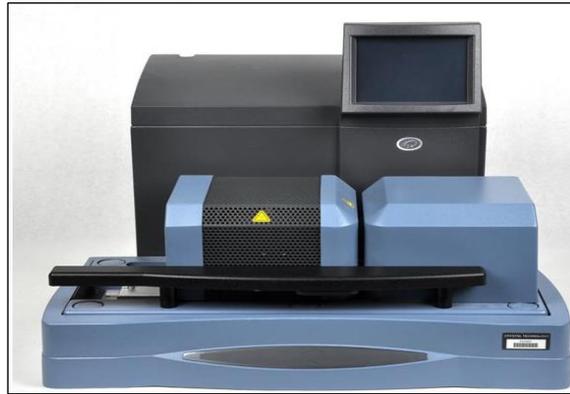


Figure II.5 : DSC/ATG Q600 du CRTI

II.3.4. Caractérisation mécanique par essai de micro dureté (VICKERS)

L'essai de micro dureté 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 II.6 :

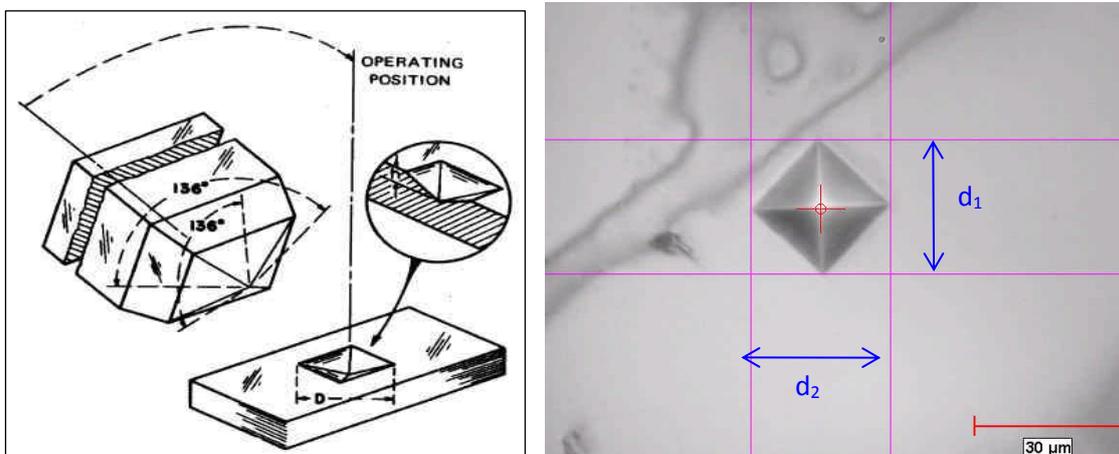


Figure II.6 : Principe de l'essai de micro dureté Vickers

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

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

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

$$H_v = 1.8544 \frac{F}{d_{em}^2}$$

Les essais sont réalisés au Laboratoire de Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique, en utilisant un micro duromètre de marque Olympus à pénétration Vickers, en appliquant une charge de 0,5 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.

II.4. Traitements et analyse quantitatives des métallographies

Visilog est un Logiciel d'imagerie scientifique avec un environnement de traitement d'images édité par la Noesis. La facilité de mise en œuvre et la pérennité des développements de ce logiciel sont assurées par le choix de VBA (Visual Basic for Applications) comme outil de réalisation d'application.

Afin de traiter et d'analyser à l'aide de ce logiciel, des ajustements de contraste et de luminosité ont été appliqués aux images MEB. Après avoir eu un niveau de gris adapté au traitement de l'image (figure II.7 (a)), celle-ci est binarisée (figure II.7 (b)). Une procédure de colorisation est utilisée pour définir la taille, la forme et la fraction surfacique des différents précipités (Figure II.7 (c)). L'image finale est montrée sur la figure II.7 (d) est prête pour la quantification des fractions de surface et la taille des précipités présents.

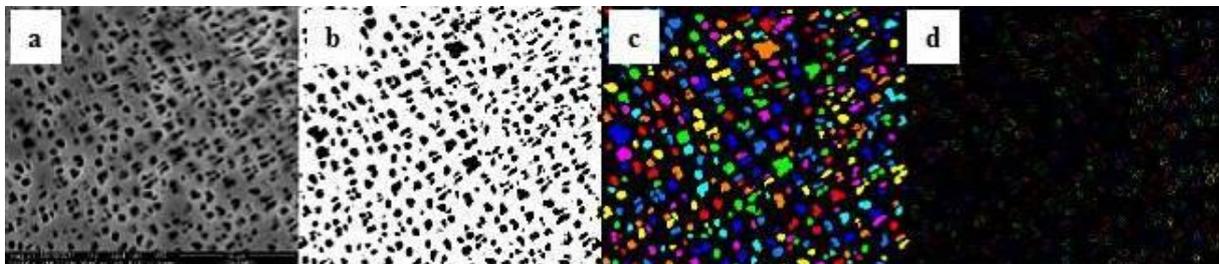


Figure II.7 : Processus de traitement d'image : a) une image originale contrastée, b) une image binarisée et seuillée, c) image colorisée, d) image finale.

II.4.1. Calcul de la distribution de la taille des précipités γ'

L'obtention de la taille des précipités servira à évaluer l'évolution de la distribution en taille des précipités en fonction de la température. Le calcul se fait directement via Visilog à partir des images traitées précédemment, les images sont classées selon leur morphologie, en attribuant à chaque forme une couleur spécifique correspondante (figure II.8), leur taille est ainsi estimée. Le résultat est présenté dans un histogramme de la distribution du pourcentage des différentes particules de même morphologie en fonction de leurs diamètres moyens correspondants (figure II.9).

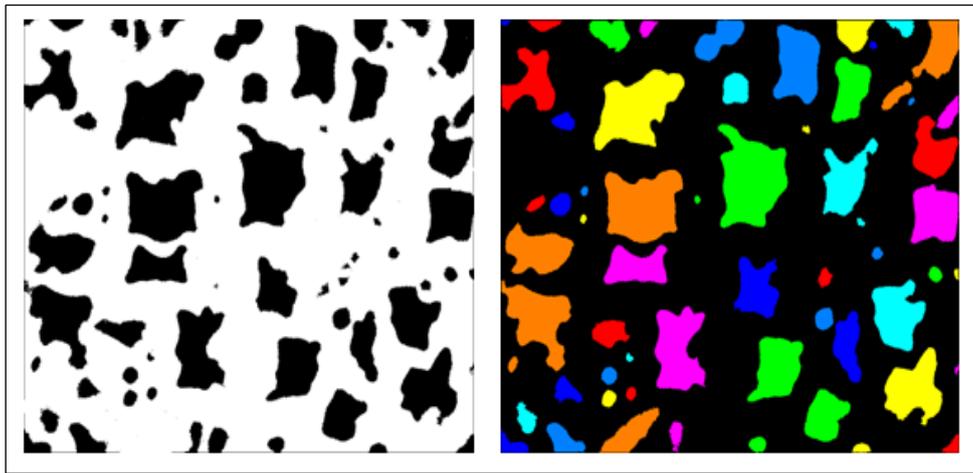


Figure II.8 : Calcul de la distribution de la taille des précipités γ' à l'aide de la macro de logiciel Visilog 6.9.

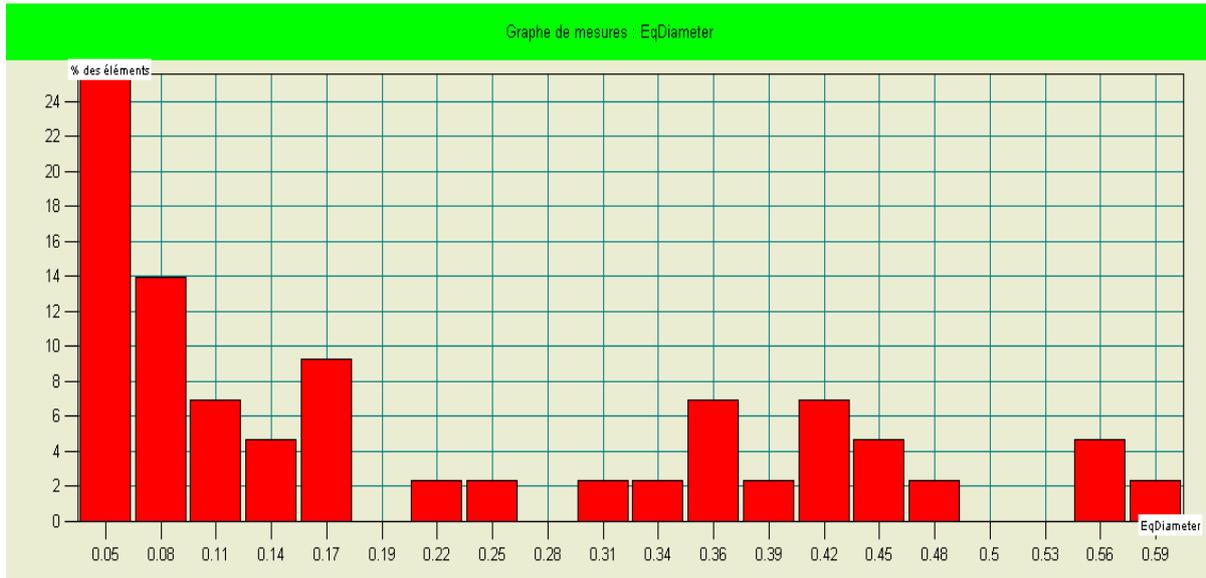


Figure II.9 : Histogramme de la distribution de la taille des précipités γ' donné pour le logiciel Visilog.

II.4.2. Calcul de la fraction surfacique (taux de phase) de la phase durcissante γ'

En tant que facteur principal dans l'amélioration des propriétés mécaniques de superalliages à hautes températures, la phase γ' doit être contrôlée aussi dans la fraction volumique. Le calcul de la fraction volumique ou surfacique des précipités γ' se fait toujours par le logiciel Visilog qui repère les différentes phases présentes, puis attribue à chaque phase une couleur spécifique (figure II.10), pour ensuite évaluer leurs fractions surfaciques. Les résultats sont regroupés dans le tableau II.3.

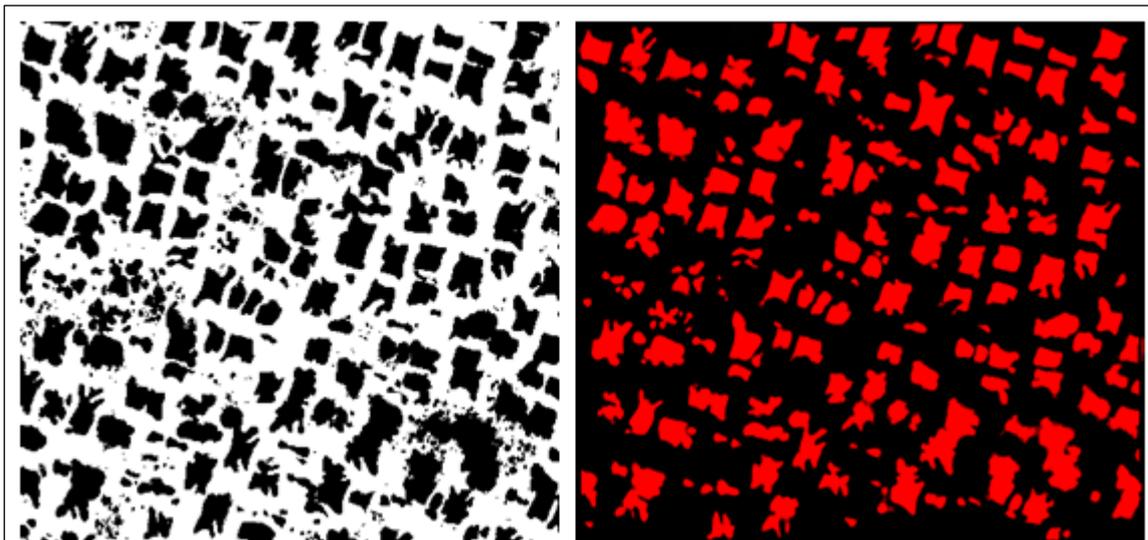


Figure II.10 : Calcul de la fraction surfacique de la phase γ' (taux de phase) à l'aide d'une macro du logiciel Visilog 6.9.

Tableau II.3 : 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.

Calibration :	1 pixel =	0,01	μm	
Surface	Champ =	5,63	μm^2	
Image :	état réception $5\mu\text{m} \times 20000$			
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

II.5. Traitement thermique

Afin d'étudier l'influence de la température de traitement et du temps de maintien sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques des superalliages constituant les aubes, une série de traitements thermiques a été réalisée. Elle consiste d'une part en un traitement de mise en solution à différentes températures, pour des temps de maintien différents, suivi d'un refroidissement à l'air libre et dans l'eau tiède, d'autre part en un traitement de revenu (reprécipitation) étagée. La vérification principale 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 de durcissement, dans le but de connaître la répartition correspondant à chaque traitement thermique.

II.5.1. Traitement de mise en solution

L'objectif de ce traitement est de dissoudre, partiellement ou totalement, les précipités γ' et les autres précipités qui peuvent exister dans les superalliages en faisant varier la température et la

durée du traitement. La vitesse de refroidissement a également un effet sur la taille des précipités.

Pour ce faire, les échantillons des aubes ont été soumis à un traitement de mise en solution à différentes températures ; 1100°C et 1190°C, pour un temps de maintien de 1h, suivi d'un refroidissement à l'air calme (2°C/sec), comme illustré sur la figure II.11. Un traitement de mise en solution à 1100°C pendant 1 heure suivi d'un refroidissement à l'eau tiède a été réalisé afin de mettre en évidence l'effet de la vitesse de refroidissement sur la précipitation de la phase γ' .

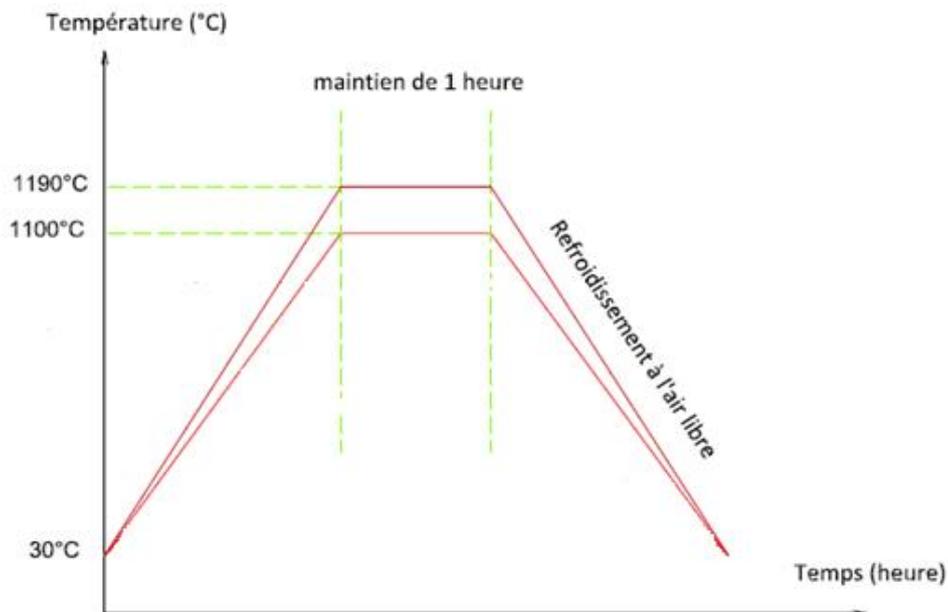


Figure II.11 : Schéma de traitement de mise en solution effectuées dans cette étude.

II.5.2 Traitement de revenu (précipitation)

Les traitements de revenu ont pour but de reprécipiter au maximum la fraction volumique de la phase durcissante et d'optimiser leurs tailles et morphologies. Le contrôle et la maîtrise de la précipitation de γ' vont conférer au superalliage à base de nickel, les propriétés mécaniques souhaitées. Assurant la longévité et une meilleure résistance aux contraintes élevées. L'augmentation du taux de la phase γ' dans le matériau permet en outre de renforcer ses propriétés mécaniques, en particulier sa tenue au fluage. Ces traitements de revenus interviennent après le traitement thermique de mise en solution. Le traitement thermique de vieillissement doit être effectué à la même température de travail des aubes dans les turbines à gaz. Ces derniers vont aboutir à une évolution dans la microstructure pendant le maintien. En regard des objectifs souhaités en termes de propriétés d'usage, les échantillons qui ont subi le traitement de mise en solution à la température 1100°C, sont suivis de deux traitements de

revenus respectifs aux températures 720°C et 620° pendant 4 heures. Le refroidissement entre ces deux températures se fait dans le four (0.01°C/sec). La figure II.12 montre les différentes étapes de traitements effectués.

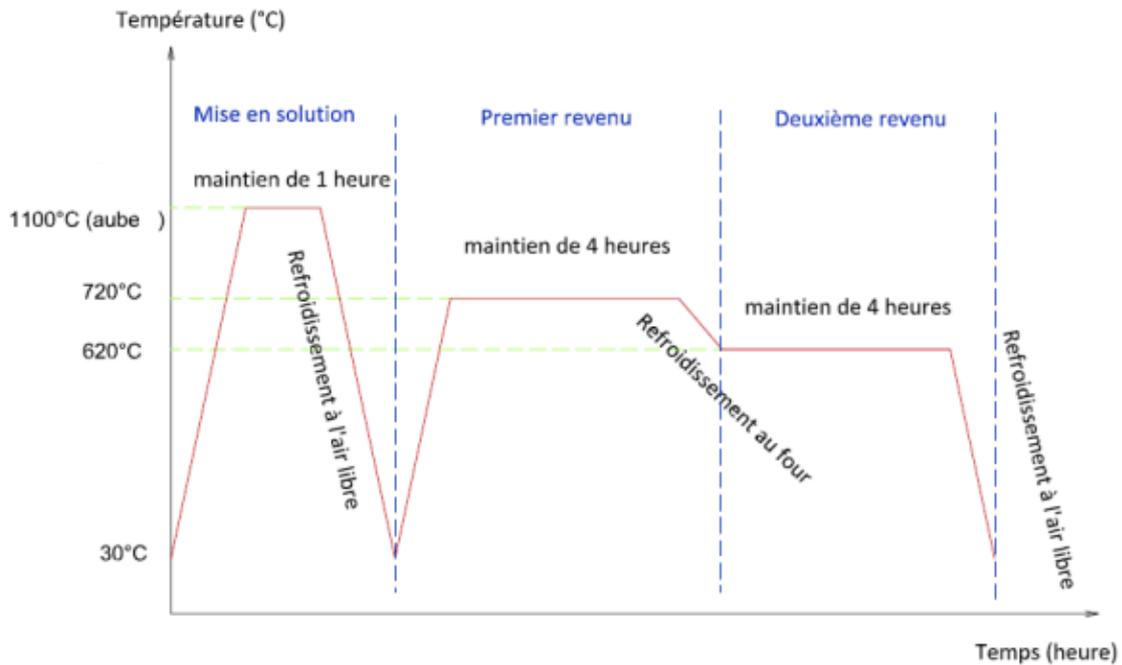


Figure II.12 : Schéma de traitement de mise en solution à 1050°C suivi de deux de revenu à 720°C et 620°C.

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. Il peut monter jusqu'à une température de 1200°C. Les échantillons sont posés au four à la température ambiante avant de démarrer le chauffage.

Le tableau II.4 : Récapitule le traitement thermique réalisé au cours de cette étude.

N° (Traitement)	Mise en solution	Premier palier de vieillissement	Deuxième palier e vieillissement
TRT.1	1100°C pour 1 h (Refroidi à l'air)	-	-
TRT.2	1190°C pour 1 h (Refroidi à l'air)	-	-
TRT.3	1100°C pour 1 h (Refroidi à l'air)	720°C pour 4 h (Refroidi dans le four)	620°C pour 4 h (Refroidi à l'air)
TRT.4	1100°C pour 1 h (Refroidi dans l'eau tiède)	-	-

II.6. Simulation par JMatPro :

Les propriétés physiques, chimiques et thermodynamiques des phases sont des éléments déterminants pour les comportements mécaniques des alliages à plusieurs composants. Ces propriétés comprennent la fraction des phases transformées, la libération d'enthalpie, la conductivité thermique, la résistivité électrique. Elles comprennent aussi ; le volume et la densité, la taille et la morphologie des précipités, le tout est en fonction de la température. En raison de la difficulté à déterminer expérimentalement ces propriétés en fonction de la température exigée. La simulation par Le logiciel JMatPro a été utilisée pour modéliser les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, contrainte de rupture, résistance à la rupture par fluage, ductilité en traction et en fluage). JMatPro est un logiciel de simulation qui calcule les propriétés des alliages surtout qui ont des multi-composants. Il a été conçu pour être utilisé par les scientifiques pour en savoir plus sur les propriétés des matériaux.

Chapitre 3

Résultats et discussion

Chapitre 3 : Résultats et discussion

III. Résultats et Interprétations

III.1. Introduction

Ce troisième chapitre traite de la caractérisation microstructurale des échantillons d'aubes tels que reçus, et d'une étude des traitements thermiques et de leurs influences sur l'évolution microstructurale et la micro dureté de l'Inconel 738. Les traitements thermiques utilisés dans ce travail sont : le traitement de mise en solution et les traitements de vieillissement. Une comparaison des micro duretés pour chaque traitement est fournie et donne une conclusion à la fin de ce travail.

Une partie numérique a été consacrée dans ce chapitre à l'étude du comportement mécanique de l'Inconel 738 et à décrire l'influence de la température, de la taille et de la fraction volumique de γ' sur ce superalliage à base de nickel.

III.2. Caractérisation du matériau à l'état de réception

L'aube telle que reçue a été découpée en plusieurs échantillons, suivant les séquences évoquées au chapitre II.

III.2.1. Analyse chimique et identification de l'alliage des aubes :

La composition chimique des matériaux analysés par une méthode mentionnée déjà dans le chapitre 2, ainsi que les compositions de superalliages donnés par la compagnie internationale de nickel (INC), sont présentées sur le tableau III.1 :

Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage d'aube telle que reçue, et l'Inconel 738 en poids.

Element chimique	Aube (% en masse)	Inconel 738 (coulée)
C	0,218	0,15 - 0,2
Al	2,66	3,2 - 3,7
Ti	2,76	3,2 - 3,7
Nb	0,96	0,6 - 1,1
Mo	2,59	1,5 – 2
V	0,08	
Cr	16,25	15,7 - 16,3
W	4,98	2,4 - 2,8
Ni	59,76	Balance
Fe	0,19	0,05 max
Co	8,74	8 – 9
Ta	0,34	1,5 – 2
Cu	0,47	-

Si	-	-
Ti + Al	5,42	> 6 %
Ti/Al	1,0376	

En comparant les pourcentages massiques des éléments retrouvés avec d'autres alliages donnés par la société INC, on constate que l'aube est constituée d'un superalliage à base de nickel appelé Inconel 738. Le tableau III.1 montre la diversité des éléments chimiques où le nickel est le constituant de base de l'alliage, à plus de 59 % pour l'aube (Inconel 738), d'où l'appartenance à la famille des superalliages base nickel. Cet élément confère aux matériaux une stabilité thermique. La présence de chrome pour une teneur relativement élevée de 16,25% confère à l'alliage une bonne résistance à la corrosion à chaud, car elle favorise la formation d'une couche protectrice de Cr_2O_3 dans la plage de températures 600°C-950°C concernée par ce type d'agression. Il participe également au durcissement en solution solide, par distorsion du réseau de la matrice gamma, aussi à la formation des carbures de type MC [26]. Ces deux éléments confèrent aux aubes la bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température, cet élément a tendance à former les phases TCP fragiles à haute température, qui diminuent les propriétés mécaniques de l'alliage, et peuvent être des sites d'initiation et de propagation de fissures [15].

Le cobalt (Co) est présent à teneur relativement élevée (8,74 %). Cet élément qui se répartit assez régulièrement entre les phases γ et γ' , d'une part renforce légèrement la matrice, et par conséquent diminue la solubilité de l'aluminium qui y est présent. D'autre part, il augmente la température de solvus de γ' - Ni_3Al , et la capacité à former de la phase durcissante γ' , ce qui a un effet favorable sur la résistance au fluage. le superalliage qui ne contient pas de cobalt comme le Nimonic 80 A, atteint la rupture en fluage à 760°C, une durée de vie de 1000 h sous une contrainte de 160 MPa, tandis 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 a fait de l'Inconel 738 un superalliage résistant au fluage.

En générale le mode de renforcement majeur dans les superalliages, est dû à la précipitation d'une phase intermétallique γ' cohérente avec la matrice 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], tandis que l'aluminium joue également un rôle important en ce qui concerne 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 possède de pourcentage en aluminium et en titane tous les deux supérieures à 3 % ($Ti + Al = 5,42\%$) 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 [7]. Nous remarquons dans tableau III.1, que les teneurs de ces éléments dans l'aube (Inconel 738) sont légèrement inférieures aux teneurs minimales requises pour l'Inconel 738. Nous pensons que cela est dû à la diffusion de ces éléments vers le revêtement à la surface, après une longue durée de mise en service à haute température, ce qui provoque la redistribution des teneurs des éléments chimiques. Ce revêtement étant éliminé lors du polissage, une légère variation de la teneur en certains éléments est donc obtenue lors de l'analyse chimique. Le même cas est noté pour le tantale, malgré la lourdeur de cet élément, ce dernier contribue au durcissement par solution solide, de plus il est le principal élément de durcissement par solution solide [7].

On observe un phénomène inverse dans d'autres éléments constituant l'aube, 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 de la solution solide, ont une faible vitesse de diffusion. Ils subsistent pour substituer le nickel dans la matrice induisant parfois la formation des phases TCP [7].

L'analyse chimique révèle aussi d'autres éléments dans l'aube (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 carbures de type NbC [16]. D'autres éléments aussi sont trouvés dans l'aube telle 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.

III.2.2. La microstructure du matériau de l'aube telle que reçue

Après une préparation métallographique des échantillons par les deux attaques chimiques (voir tableau II.2), Le superalliage tel que reçu est caractérisé par une microstructure à gros grains constituée d'une matrice austénitique (γ), d'une phase durcissante γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] et d'autres précipités, tels que des carbures primaires MC, carbures secondaires (tels que M_{23}C_6 et M_7C_3) et les phases TCP (phases topologiquement compactes) (voir figure III.1). La micrographie optique présentée sur la figure III.1a montre une microstructure à gros grains, avec des carbures inter- et intra-granulaires. Les images MEB présentées sur la figure III.1b, c, révèlent que la microstructure consiste en une matrice γ et de précipité intermétallique appelée γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$), ainsi que d'autres précipités tels que les carbures primaires de type MC et les carbures secondaires de type M_{23}C_6 . La figure III.1d, révèle deux types de précipités γ' : γ' secondaire et tertiaire. Les (γ'_{II}) secondaires ont une forme cubique d'une taille de centaines de nanomètres. Cependant, les tertiaires (γ'_{III}) marqués par une forme sphérique de taille de quelques dizaines de nanomètres trouvées dans les couloirs de la matrice, entre les précipités secondaires (γ'_{II}) (figure III.1.d).

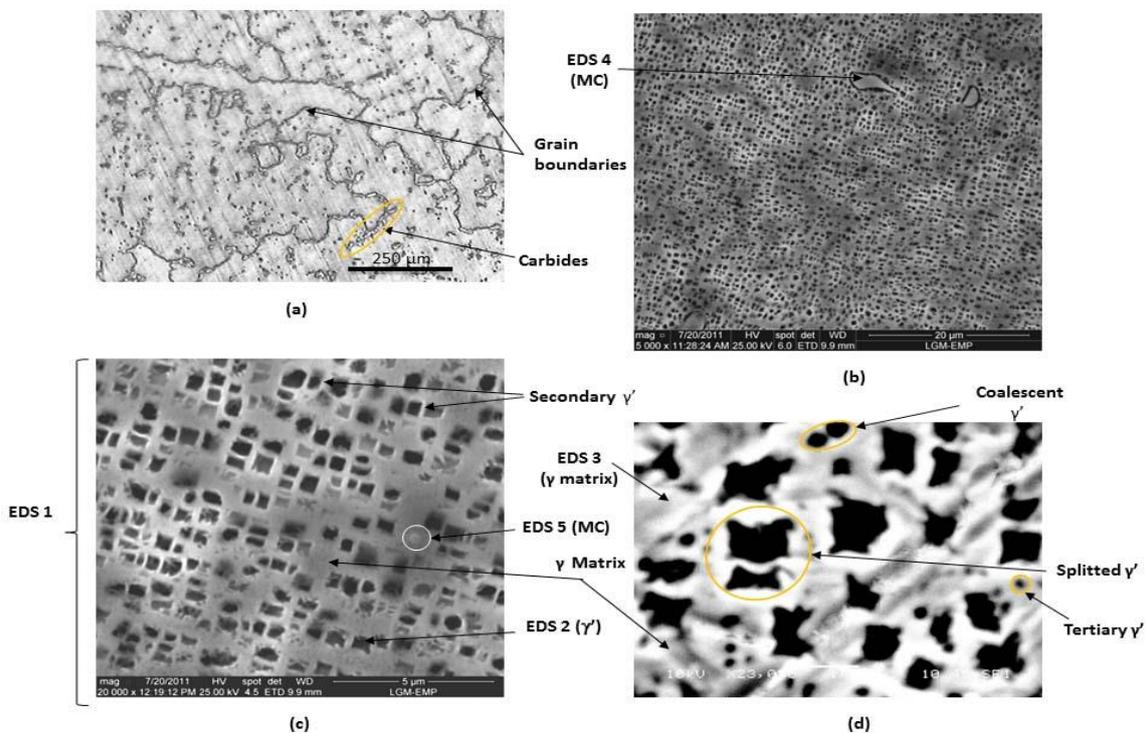


Figure III.1 : Microstructure du matériau tel que reçu après l'attaque chimique N°1 : (a) : Image de microscopie optique(OM), (b, c, d) : Images MEB des précipités γ' et les carbures à plusieurs échelles (20,5 et 1µm).

La coalescence et la croissance des précipités γ' observés de manière significative après une longue période de fonctionnement, engendrent la division des γ' secondaires en deux ou plusieurs morceaux (splitting) (figure III.1.c et d). Ce phénomène s'est produit après que le γ' secondaire (γ'_{II}) ait atteint une taille critique, cela a été confirmé dans les études précédentes de Wang et al [44]. La division des précipités γ' était un avertissement à la dissolution ultérieure des précipités γ' [44]. Les phénomènes de coalescence et de grossissement passent par plusieurs séquences du changement morphologique, de la sphère jusqu' à la forme irrégulière où dendrite, ce qui provoqueront l'affaiblissement des propriétés mécaniques dans les superalliages à base de Ni [45, 46].

L'agglomération des précipités de γ' s'avère être le mécanisme provoquant leur grossissement dans le superalliage. L'observation à la microscopie électronique (figure III.2) a révélé que les premiers stades d'agglomération (le carré bleu) se produisent par la formation de col (le cercle rouge) entre les précipités γ' voisines [47]. Il est à noter d'après des études antérieures [48] que le processus de coalescence comprend d'abord le chevauchement des champs de diffusion des précipités suivi de la formation du col. Ensuite, une diffusion rapide le long de l'interface précipité-matrice engendre la coalescence des précipités voisins, ce qui a été remarqué sur la figure III.2.

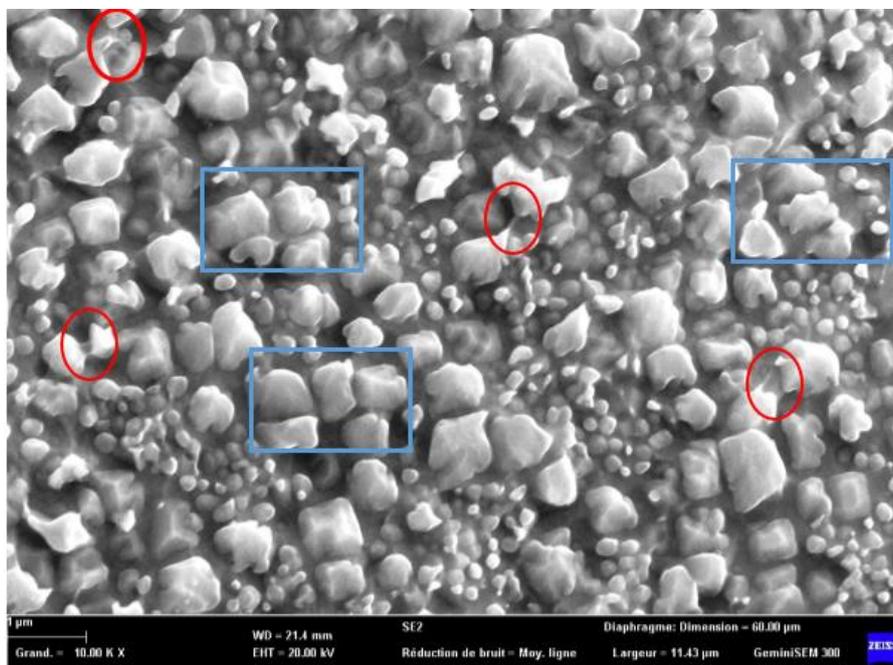


Figure III.2 : Image MEB révèle l'agglomération des particules voisines de la phase γ' .

Les carbures secondaires se logent préférentiellement sur les joints des grains (figure III.3), qui se répartissent d'une façon allongée et décorative, mais on peut aussi les trouver à l'intérieur du grain, aussi, dans les ilots eutectiques (figure III. 3). Ils ont un rôle majeur d'ancrer les joints de grains afin d'éviter les phénomènes de recristallisation [30].

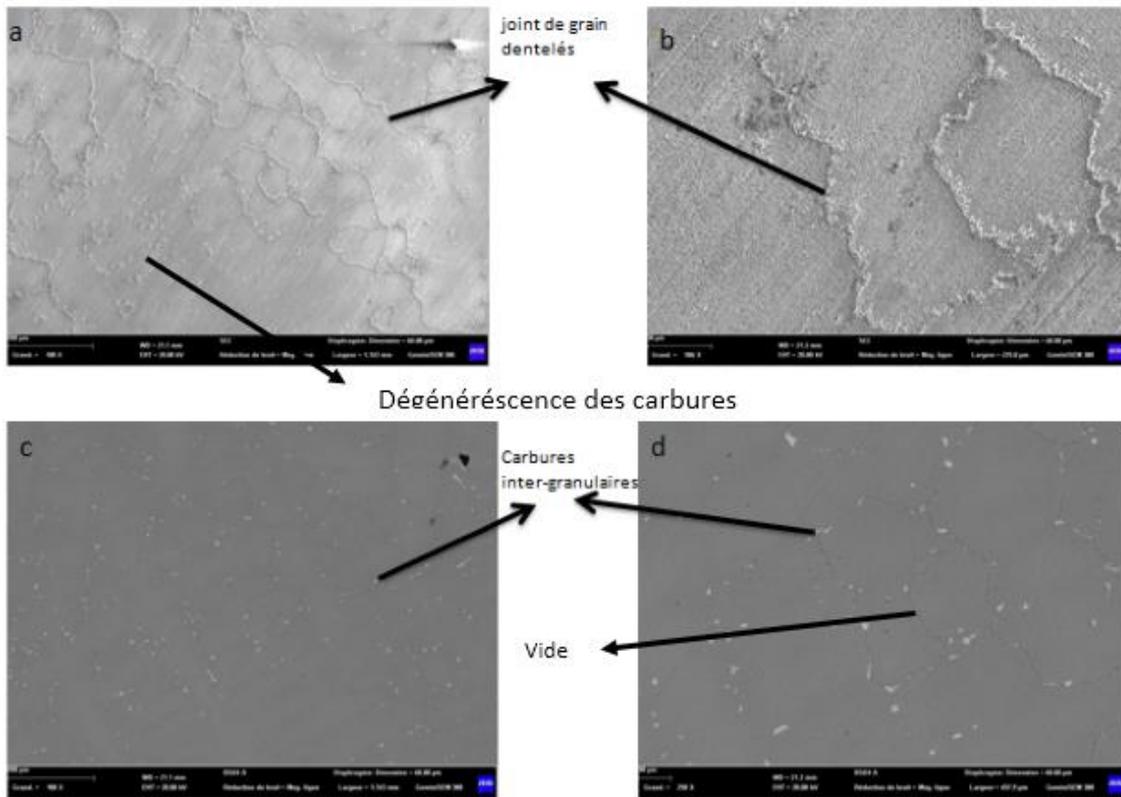


Figure III.3 : Image MEB après l'attaque chimique N₂O (Tableau II.2) révèle les joints de grains dentelés et les carbures inter et intra granulaires.

La disparition des joints des grains dentelés se fait par la dégradation des réseaux de carbures situés aux joints de grains (Figure III.3.b), provoquant des vides entre eux (Figure III.3.d), qui seront des sites de microfissures lors du fonctionnement de l'aube.

Suite à nos observations, nous constatons que la dégradation microstructurale en service dans les aubes de turbine se manifeste sous la forme d'un grossissement de γ' , diminution de la fraction volumique de γ' , dégradation du carbure MC, disparition du grain dentelé et de la formation d'un réseau continu de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains. Et que la dissolution de

la phase durcissante γ' se fait par croissance, agglomération, fusion (coalescence), division et enfin disparition (dissolution).

III.2.3. Microanalyse des phases et carbures présents dans l'aube

Les concentrations massiques des éléments présents dans le matériau reçu à partir de l'analyse EDS sont portées dans (le tableau III.2). L'EDS 1 correspondant à l'image MEB globale (figure III.1c) montre la présence des éléments constitutifs (Cr, Co, Al, W, Ti, Mo, Ta, Nb et C) en pourcentages massiques suffisants et adaptés aux superalliages à base de Nickel [49]. Chacun de ces éléments joue un rôle actif. En effet, les éléments Al, Ti, Ta, W et Nb sont connus pour améliorer le comportement mécanique des superalliages à base de Ni en favorisant la formation de la phase durcissante γ' , tandis que la substitution des atomes de la matrice par des éléments comme : Co, Cr, Mo et Nb peut provoquer un durcissement par solution solide. En revanche, la protection contre la corrosion et la sulfuration est assurée par le Cr et Al.

Tableau III.2 : Composition chimique de la matrice γ , de la phase durcissante γ'' et des carbures primaires MC.

ELEMENTS CHIMIQUES (POURCENTAGE MASSIQUE)											
Phase	Ni	Cr	Co	Al	W	Ti	Mo	C	Ta	Nb	Autres
EDS 1	54.75	18.43	9.23	2.39	4.39	2.58	2.47	-	0.34	0.97	4.45
EDS 2(γ')	48.19	16.28	7.77	1.68	2.97	5.92	3.07	-	7.10	5.26	1.76
EDS 3(γ)	55.47	15.70	7.85	3.36	2.90	2.75	2.20	-	1.76	0.68	7.33
EDS 4	3.99	2.01	0.63	0.18	4.95	23.79	-	6.23	36.39	18.55	3.28
EDS 5	6.70	3.00	1.06	0.36	6.45	21.69	-	12.93	31.93	15.88	0

La présence de carbone dans le tableau III.2 est justifiée par les carbures sur lesquels une analyse chimique ponctuelle a été réalisée (figure III.1c) [50]. L'EDS 2 montre que les atomes Al, Ti, Ta et Nb peuvent être des éléments constitutifs de la phase γ' , c'est-à-dire les phases (Ni, Co, Cr, Mo)₃(Al, Ti, Ta, Nb), comme indiqué pour le superalliage commercial RR1000 à base de Ni [51]. Selon la figure III.1d, la microanalyse chimique de la matrice γ par l'EDS 3 montre que ses principaux éléments constitutifs sont Ni, Cr, Co et dans une moindre mesure, les éléments W, Al, Mo, Ti et Ta. L'EDS 4 et l'EDS 5 ont démontré que les carbures formés dans

les grains se sont respectivement des carbures primaires lamellaires et globulaires (MC) (Figure III.1.b et c). 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 mise en solution [14], dans lesquels l'atome M peut être Ti, W et / ou Ta. Les carbures inter-granulaires ont été identifiés comme carbures secondaires ($M_{23}C_6$) dans plusieurs études, où l'atome M peut être Cr et / ou Mo [52, 53].

III.2.4. Les carbures primaires et autre phases nocives :

Il est clairement confirmé qu'en plus des matrices γ et la phase durcissante γ' , d'autres types de précipités de forme aciculaire ou sphérique sont apparus dans la microstructure, à savoir les carbures, les phases fragiles et nocives TCP (phases μ , σ , η et Laves), et les ilots eutectique γ / γ' (figure III.3.a, b, c, d). Des études antérieures [54, 55] ont montré que la présence de carbone associée à d'autres éléments réfractaires (titane, tantale, etc.) conduit à la formation inévitable de carbures primaires. Les quantités de titane, de tantale et de niobium révélées dans EDS4 et EDS5 (les données correspondantes sont présentées dans le tableau III.2) prouvent que les carbures analysés sont de type MC (TaC, TiC ou NbC). 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 secondaire 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 solide, 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 III.4.a et b).

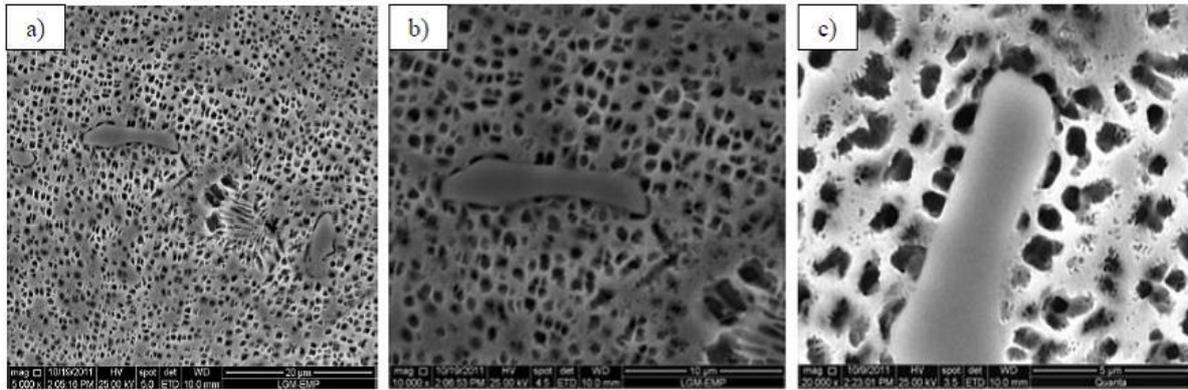


Figure III.4 : Images MEB des phases nocives observées dans le matériau tel que reçu.

Cependant, les aspects microstructuraux (forme, taille et emplacement (c'est-à-dire inter- ou intra-granulaire)) de ces carbures peuvent contribuer de manière positive ou négative aux propriétés désirées du superalliage à base de Ni considéré [54, 55]. L'existence de niobium dans ce précipité stabilise les carbures primaires et retarde leur décomposition en carbures secondaires [56].

L'examen de la figure III.5.a révèle que l'îlot eutectique γ / γ' consiste en un réseau en nid d'abeilles de gros et fins précipités γ' , et de la matrice γ lamellaire. L'îlot eutectique γ' / γ est séparée par une phase TCP en : eutectiques homogènes et autre hétérogènes γ / γ' . La figure III.5.b montre l'eutectique γ / γ' , avec des précipités γ' ayant des orientations quasi-perpendiculaires. Les carbures MC, carbonitrures de titane et d'autres type de carbures peuvent être présents à l'intérieur de ces eutectiques (figures III.5.a .flèche jaune) [29].

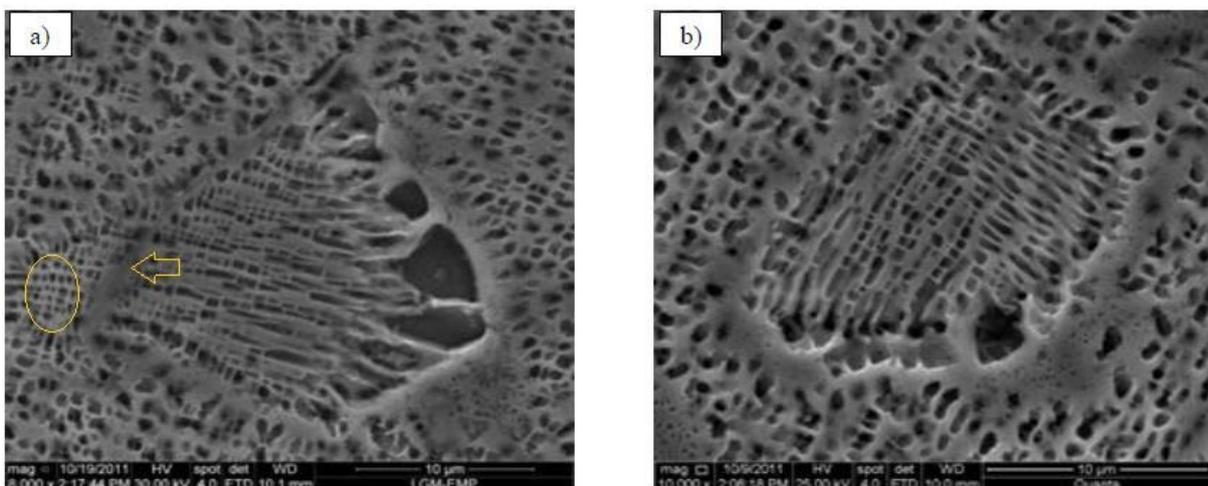


Figure III.5 : Images MEB des îlots eutectiques γ/γ' observés dans le matériau reçu : **a** : réseau en nid d'abeille et **b** : précipités quasi-perpendiculaires.

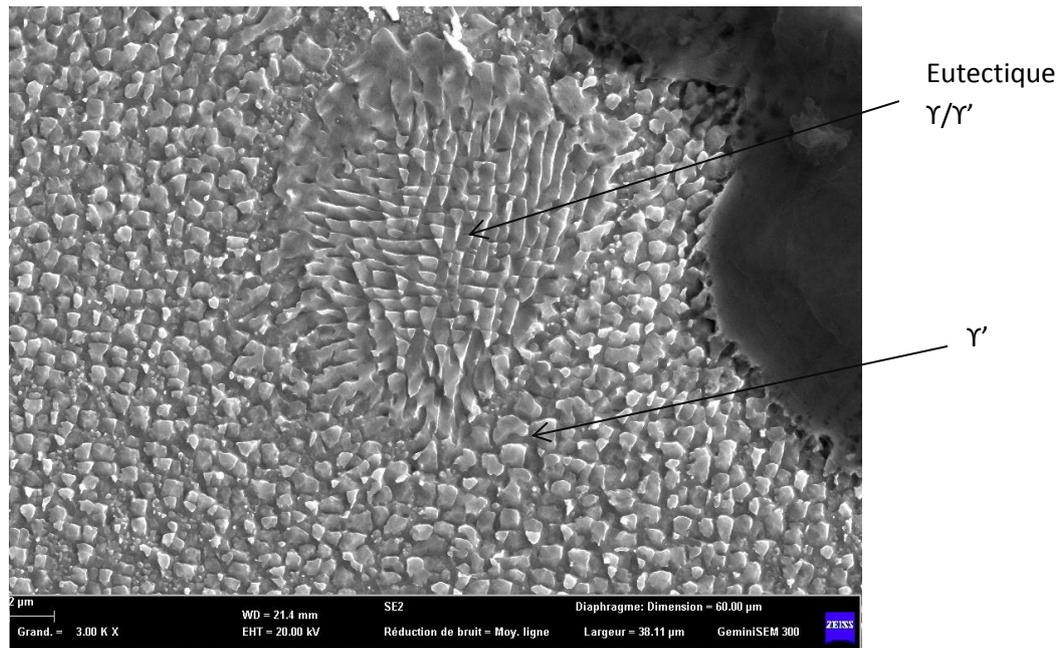


Figure III.6 : Image MEB révèle l'eutectique γ/γ' après attaque chimique N°2.

Un zoom sur l'eutectique γ/γ' après l'attaque chimique N° 2 (figure III.6), montre l'eutectique γ/γ' en relief, et différentes formes et orientations de gamma prime et gamma du centre à la extrémité de γ/γ' .

III.2.5. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique d'analyse thermique la plus largement utilisée aux côtés de l'ATG, ATM et DMA. Le DSC mesure les variations d'enthalpie d'un matériau suite à l'évolution de ses propriétés chimiques et physiques en fonction de la température ou du temps.

La figure III.7 montre les données de calorimétrie différentielle à balayage obtenues par une vitesse de chauffage et de refroidissement de : 20 °C / min. Un pic exothermique a été observé entre deux températures (lors de refroidissement) : 1156,08 et 980 °C. Ce pic correspond à la température de début et de fin de précipitation de γ' .

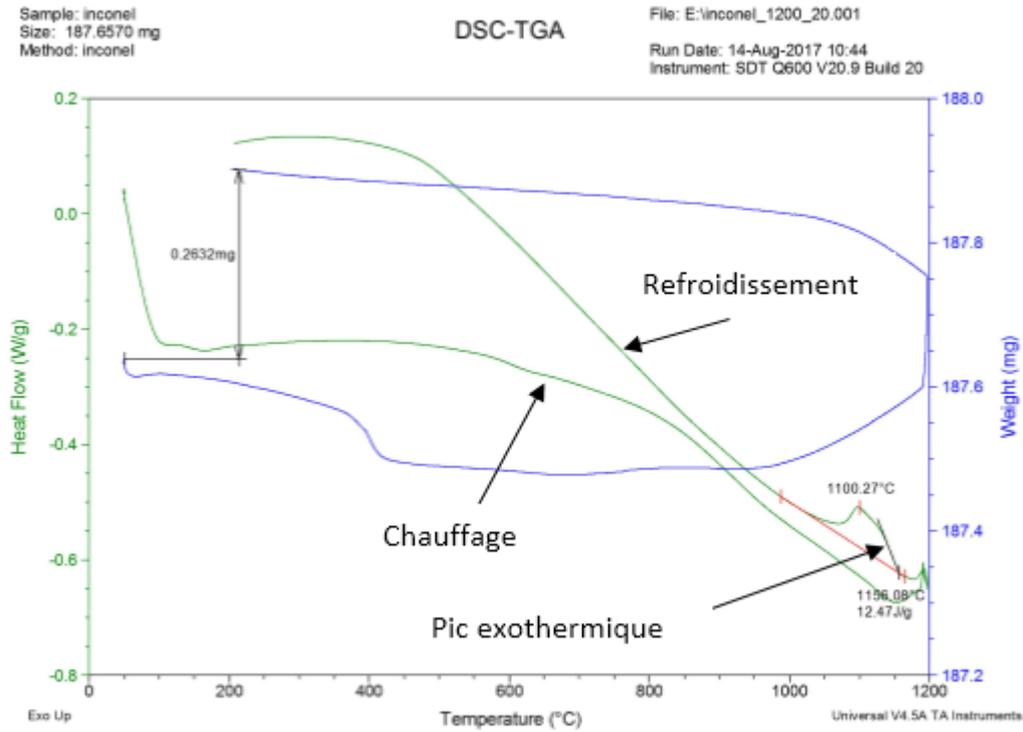


Figure III.7 : Courbes DSC - ATG montrant la température de dissolution et de précipitation de γ dans l'Inconel 738 avec une vitesse de refroidissement et de chauffage de $20^\circ\text{C} / \text{min}$.

D'autres tests DSC ont été réalisés avec deux vitesses de refroidissement différentes : $40^\circ\text{C} / \text{min}$ et $80^\circ\text{C} / \text{min}$ comme indiqué sur la figure III.8.

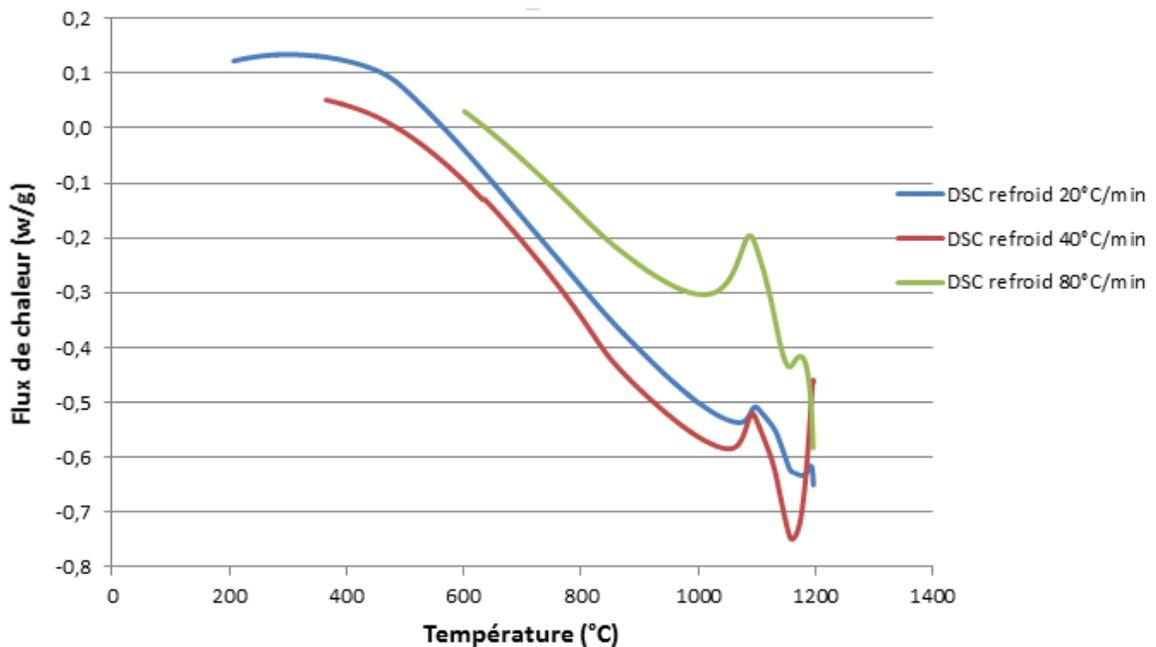


Figure III.8 : la courbe de DSC montre les trois pics exothermiques après un chauffage jusqu' à 1200°C suivis de trois vitesses de refroidissement différentes.

Cette figure illustre l'évolution des courbes de flux de chaleur avec la température pour les trois vitesses de refroidissement : 20, 40 et 80°C/min. La courbe révèle que les températures de précipitation et de dissolution de γ' sont quasiment identiques pour les deux premières vitesses (20 et 40°C/min). En revanche, la différence est remarquable pour la troisième vitesse (80°C/min). Ceci confirme l'influence de la vitesse de refroidissement sur la précipitation de la phase de durcissement γ' [57].

III.3. Caractérisation mécanique par micro dureté des aubes à l'état de réception

Le test de micro-dureté réalisé sur des échantillons de l'aube à l'état de réception va nous permettre de mesurer la dureté de nos superalliages et de corréler ce comportement par leur microstructure.

La résistance de l'aube est principalement due aux précipités γ' secondaires et tertiaires, et aux carbures primaires de type MC tels que TaC, TiC et NbC, ainsi qu'au renforcement de la solution solide initialement par Cr, and Co. Notre étude se concentre sur l'étude de l'effet de la fraction volumique du gamma prime et de leur taille sur la micro dureté de l'aube telle que reçue.

Sous une charge de 0.5 Kgf (gramme force) et un temps de maintien de 15 secondes et suite à une dizaine de mesures sur un échantillon déjà préparé, la valeur moyenne de la micro dureté de l'aube telle que reçue est : $HV_{0,5} = 384,94$ VPN.

III.3.1 : Effet du traitement thermique sur la microstructure de l'aube

Durant le fonctionnement de la turbine à gaz, les aubes sont soumises à des températures élevées et des fortes contraintes (l'inertie) pendant une longue période. Dans ces conditions, la microstructure peut évoluer, conduisant à une modification atténuée des caractéristiques mécaniques du matériau. Pour interpréter la nature de ce changement, des traitements thermiques ont été effectués sur des échantillons à des températures supérieures à celles rencontrées en service dans une turbine.

Afin d'optimiser une microstructure adaptée aux conditions de fonctionnement et de générer une bonne résistance au fluage, à la fatigue thermique et à la corrosion, un traitement thermique consistant en mise en solution et vieillissement est nécessaire. Le choix des cycles de traitement

thermique utilisés dans les superalliages que nous avons caractérisés (Tableau II.4) a été guidé par les conditions de formation de la phase γ' définie par le diagramme d'équilibre de l'alliage Ni-Al (figure I .10) [42] et par les données relatives aux résultats obtenus par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ainsi que les résultats obtenus par le logiciel JMatPro (Figure III.9) [58, 59].

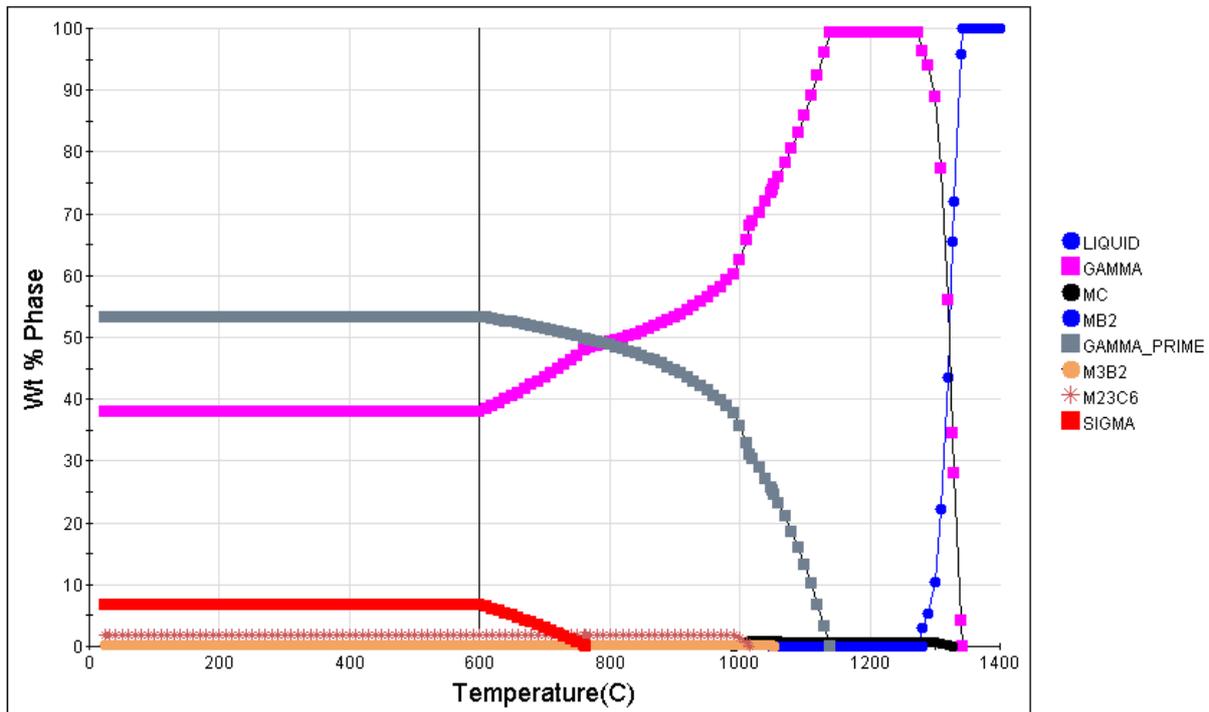


Figure III.9 : La distribution des phases (poids%) en fonction de la température pour l'inconel 738 [59].

La figure III.9 a révélé que les températures de dissolution de γ' , MC, M23C6 et Sigma est respectivement à 1138, 1326, 1015,59 °C ou 764,14 °C et que la température de dissolution de la phase γ' trouvée par le DSC (Figure III .7) est à 1156,08 °C, une légère différence par rapport à 1138 °C. A cet effet, le choix des deux températures de dissolution est à 1100 °C pour le traitement de mise en solution sub-solvus et à 1190 °C pour le super-solvus.

Les études antérieures sur les superalliages à base nickel ont trouvé que les carbures primaires de type MC apparaissent très tôt lors de la solidification de l'alliage au cours de leur

élaboration. la température de début de leur précipitation est à 990 °C [26]. Ces carbures contiennent de grandes quantités d'éléments tels que le tantale, le titane et le niobium. Et ces éléments participent aussi à la formation, et stabilisation de la phase durcissante γ' dans le domaine de température 760-1100 °C [26]. Ce qui a été confirmé par le logiciel JMatPro (figure III.9).

III.3.2. Traitement de mise en solution

Les propriétés optimales souhaitées du matériau dépendent de la microstructure du matériau (forme, taille, distribution et fraction volumique de précipités γ' , écart paramétrique entre γ et γ') [58, 60,61]. Pour répondre à cette exigence, une nouvelle précipitation de la phase γ' est nécessaire. Cet aboutissement implique la dissolution de la phase γ' , de l'eutectique γ / γ' , des phases TCP et des carbures dans la matrice γ . La dissolution doit être effectuée par un traitement de mise en solution à haute température (super-solvus).

Les micrographies associées à la mise en solution à 1190 °C pendant 1 h suivi de refroidissement à l'air calme (TRT.2 dans le tableau II. 4) sont représentées sur les figures III.10.

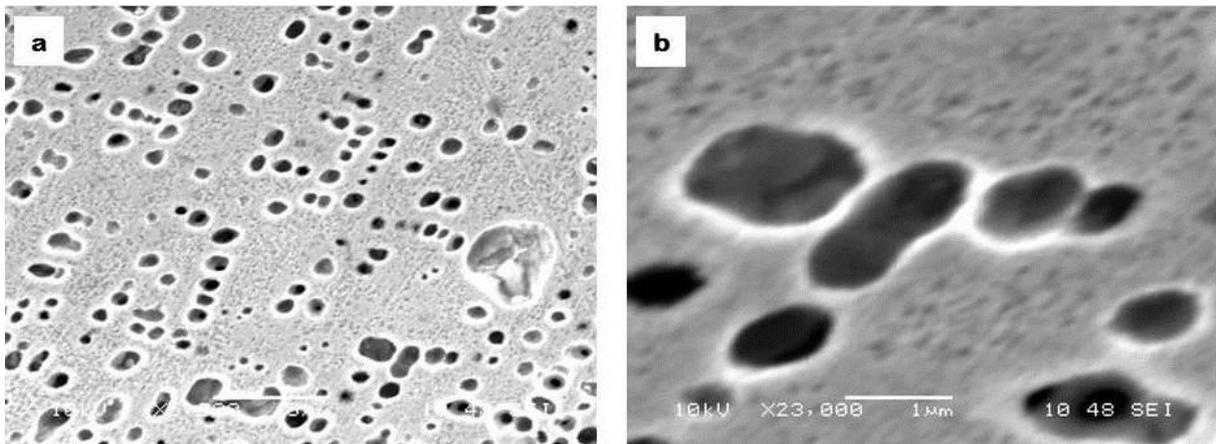


Figure III.10 : Les images MEB de précipités γ' observés dans le matériau après un traitement de remise en solution à 1190°C pendant 1 h suivi de refroidissement à l'air.

Des précipités ont été observés après le traitement précité, ce qui démontre que le traitement de mise en solution appliqué correspond à un traitement de sub-solvus et que toute la phase γ' n'a

pas pu être dissoute et ceci est dû à la vitesse de refroidissement (refroidissement à l'air calme) qui est relativement lente.

Les travaux précédents ont trouvé une relation entre la taille de γ' et la vitesse de refroidissement après la mise en solution [57, 43,62].

$$R = Ac^{-n}$$

Où :

- R : est le rayon moyen du précipité γ' (nm),
- C : est la vitesse de refroidissement à partir de la température de mise en solution (°C/Sec),
- A : est une constante de croissance qui est différente entre le γ' secondaire et le γ' tertiaire.

La vitesse de refroidissement correspond à l'air calme est : 2°C/Sec (Tableau.III.3).

Tableau.III.3 : Vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe [63].

Nature du bain	Vitesse de refroidissement
Saumure	220 °C / seconde
Eau froide	160 °C / seconde
Eau tiède	150 °C / seconde
Eau chaude	140 °C / seconde
Huile de trempe	70 °C / seconde
Air soufflé	20 °C / seconde
Air calme	2 °C / seconde
Dans un moule de sable	0,05 °C / seconde
Dans le four	0,01 °C / seconde (ou selon la programmation du cycle)

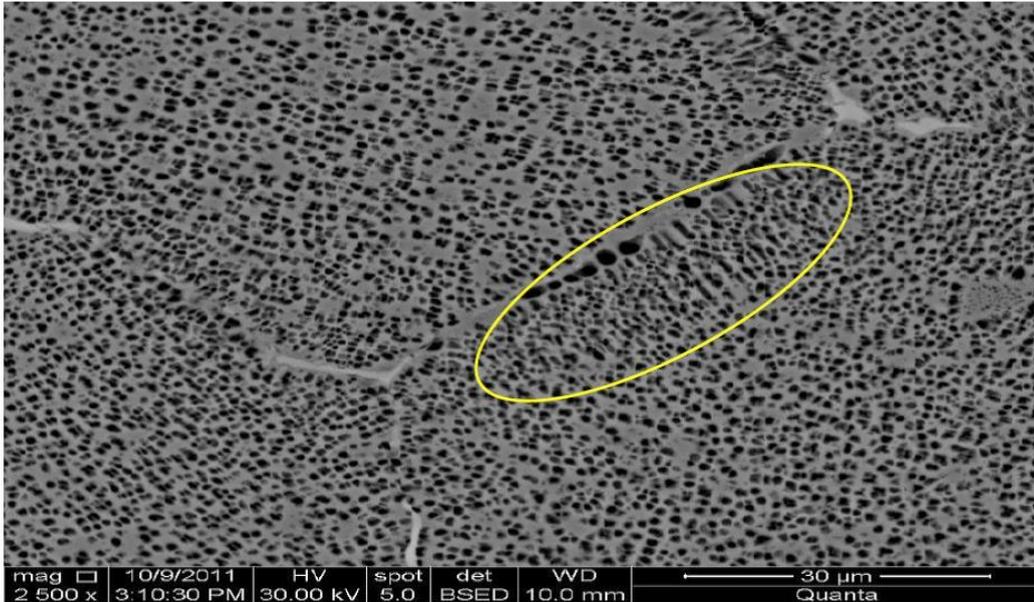


Figure III.11 : Image MEB révèle la morphologie et la distribution de γ' , carbures, îlot eutectique γ/γ' et la phase TCP après un traitement de mise en solution à 1190 °C pendant 1h et refroidissement à l'air calme.

Le changement opérant dans la morphologie des précipités γ' (figure III.11) indique que la dissolution des éléments constitutifs des carbures dans la matrice γ a atteint la sursaturation. L'examen de la figure III.11 révèle que les carbures sont restés dans les joints de grains. La forme ellipsoïdal dans la figure III.11 montre que le traitement de mise solution à travers la dissolution des carbures inter-granulaires a provoqué une modification de la morphologie (de forme sphérique et cubique à lamellaire) des précipités γ' à une proximité des joints de grains. La persistance des carbures, TCP, les précipités γ' secondaires et tertiaires indiquent une sursaturation de la matrice γ par les éléments constitutifs [64]. L'origine de cette sursaturation sort du cadre de la présente étude, mais constitue un point intéressant à étudier dans le cadre d'un futur travail.

La figure III.12 présente les images MEB obtenues après le traitement de mise en solution pendant 1 h à 1100 ° C (TRT.1, voir Tableau II.4). La microstructure montrée sur la figure III.12.a, est constituée de : différentes phases, carbures et l'eutectique γ/γ' .

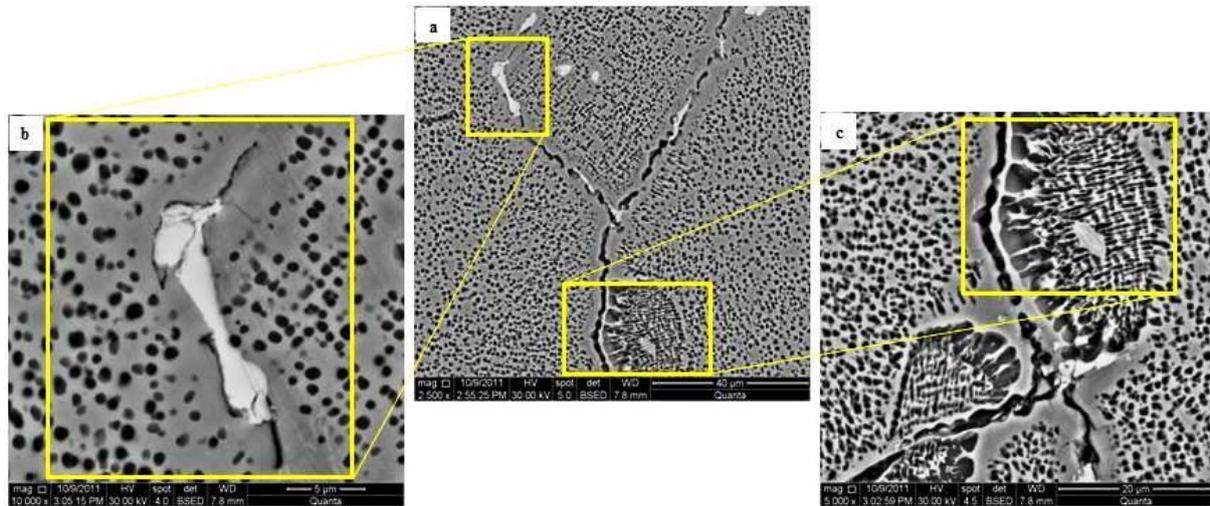


Figure III.12 : Les images MEB révèlent la morphologie et la distribution des précipités γ' , les carbures, les ilots eutectiques et les phases TCP après traitement de mise en solution à 1100 °C pendant 1h et refroidissement à l'air.

En raison de la dissolution de carbures secondaires ($M_{23}C_6$) et des précipités γ' primaires. La figure III.12.b révèle que la microstructure contient toujours des précipités inter granulaires tels que des carbures primaires (MC). L'existence de tels carbures même après le traitement de mise en solution démontre leur stabilité à 1100 °C. Les extrémités des carbures forment le début des microfissures qui se présentent sous la forme de vides ou de cavités dans les joints de grains et l'eutectique γ / γ' comme le montre la figure III.12. La figure III.12.c montre les phases eutectiques γ' / γ et d'autres phases nocives au voisinage des joints de grains. La formation de la phase TCP nuisible est probablement causée à la fois par la dissolution partielle de la phase γ' dans la matrice γ et la sursaturation des éléments réfractaires (à savoir le chrome, le molybdène, le tungstène et le cobalt) dans la matrice γ . Cette sursaturation a également entraîné l'élargissement et l'allongement d'une partie de la phase eutectique γ' / γ située près des joints de grains. Les carbures secondaires sont connectés dans les joints de grains, et leur dissolution crée des cavités constituant des voies préférentielles pour la propagation des fissures [52,61].

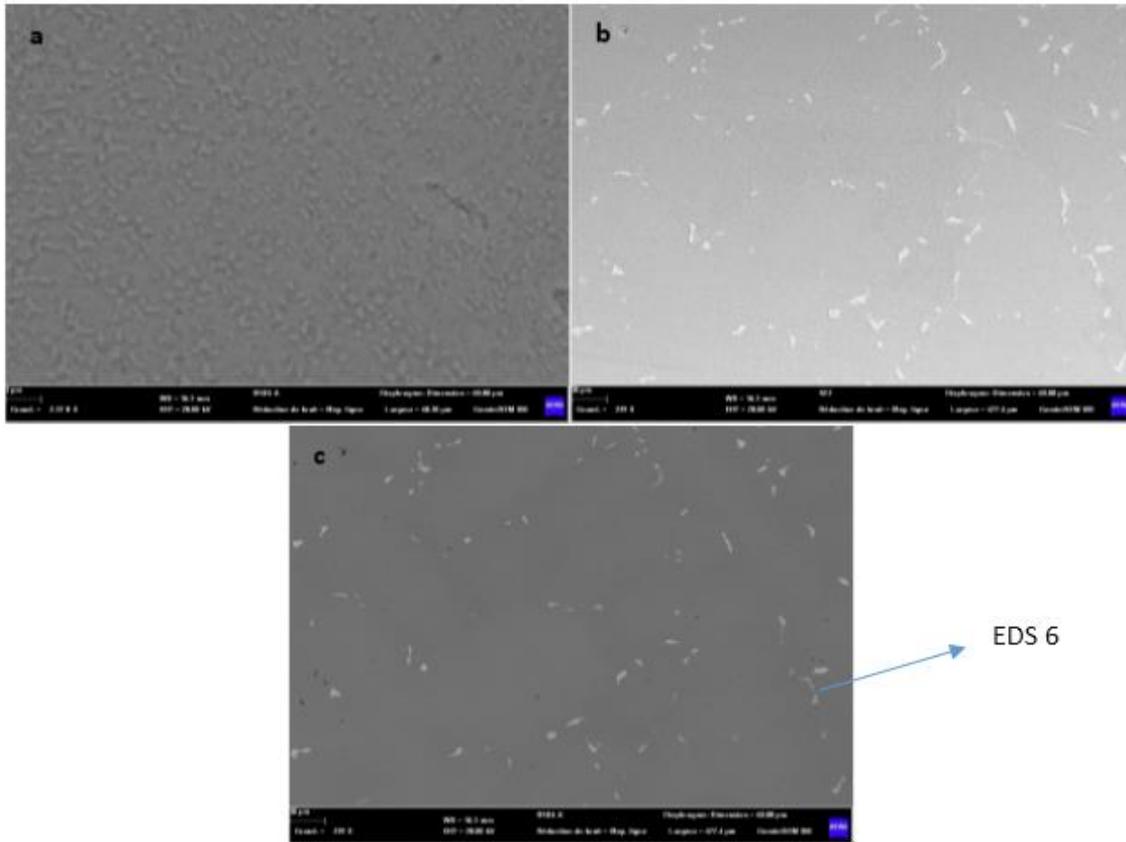


Figure III.13 : Les images MEB révèlent la microstructure après un traitement de mise en solution à 1100 °C pendant 1h et refroidissement à l’eau tiède (attaque chimique N°2).

La figure III.13 montre la microstructure de l’Inconel 738 après un traitement de mise en solution à 1100 °C suivi d’un refroidissement dans de l’eau tiède qui correspond à une vitesse de refroidissement de 150 °C / s (Tableau .III.3). L’image (figure III.13.a) montre que la dissolution de γ' est importante, par contre l’image III.13.b et c, montre que les carbures primaires persistent toujours dans la microstructure en raison de l’impossibilité d’atteindre la température de leurs dissolution. En comparant les traitements de mise en solution à 1100 et 1190 °C suivis d’un refroidissement à l’air calme, et la mise en solution à 1100 °C suivi d’un refroidissement par l’eau tiède, nous percevons l’effet significatif de la vitesse de refroidissement sur la dissolution de γ' .

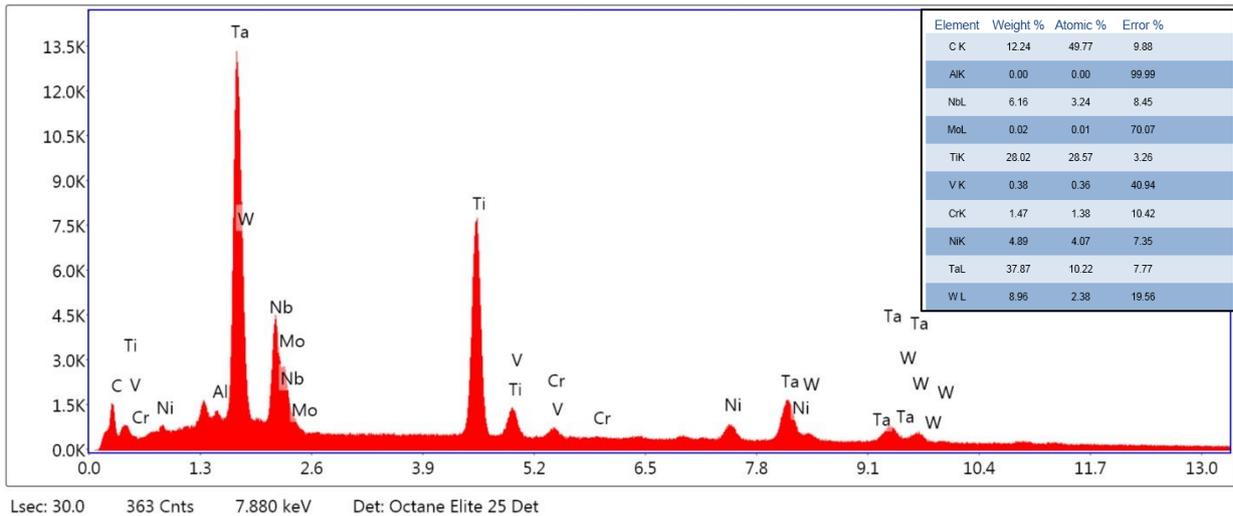


Figure III. 14 : EDS des carbures primaires MC après une mise en solution à 1100 °C suivie par refroidissement dans l'eau tiède.

Le spectre représenté sur la figure III.14 (EDS 6) montre que les précipités présentés sur la figure III.13 sont des carbures primaires de type MC avec un pourcentage atomique de carbone de 49,77%. M : correspond à : Ti + Ta + Nb.

III.4. Traitement de mise solution suivi de deux paliers de vieillissement (TRT.3).

Un traitement de mise en solution suivi de deux paliers de vieillissement (voir Tableau II.4) a permis l'homogénéisation et la reprécipitation de la phase durcissante γ' , en particulier les particules sphériques (γ'_{III}) présentes dans les couloirs de précipités γ' secondaires (γ'_{II}), comme observé sur la figure III.15. Par rapport aux microstructures observées dans les précédents traitements de mise en solution (Figures III.11-13), nous avons identifié une microstructure bimodale remarquable de la phase γ' constituée de gros γ' secondaires cuboïdes et de fines γ' tertiaire de forme sphérique (situé dans les couloirs entre γ' secondaires).

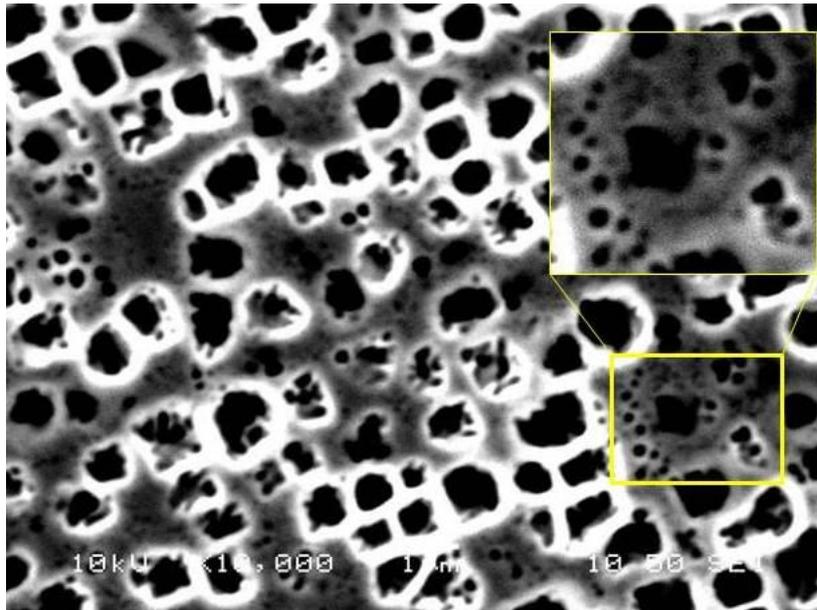


Figure III.15 : Image MEB montrant la nouvelle distribution et la morphologie de la phase γ' après le traitement de mise en solution et les deux paliers de vieillissements.

Les deux paliers de vieillissements après un traitement de mise en solution à 1100 °C ont entraîné une augmentation de la fraction volumique des précipités γ' . Autres types de phases avec formes et tailles différentes ont été détectées (TRT.3 dans le tableau II.4). La figure III.16 montre que les ilots eutectiques γ'/γ' et les phases nocives TCP persistent toujours dans la microstructure même après les deux paliers de vieillissement. Cela peut être dû à une température et un temps de maintien insuffisants pendant le traitement de mise en solution [65], où à une lente vitesse de refroidissement après la mise en solution.

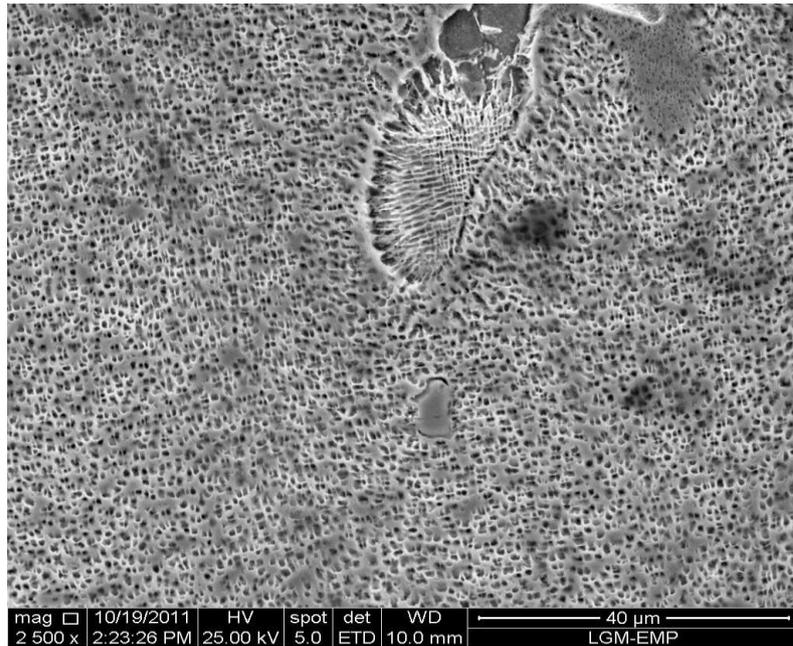


Figure III.16 : Image MEB révèle les ilots eutectiques γ/γ' et les phases nocives après un traitement de mise en solution à 1100 °C suivi par deux paliers de vieillissement (TRT3. Voir tableau II.4).

III.5. Analyse quantitative de la microstructure après différents traitements thermiques

Le calcul de la fraction surfacique et de la taille des précipités gamma prime secondaires γ'_{II} après traitement thermique a été traité par un logiciel de traitement d'image (visilog). Des ajustements par contraste et luminosité ont été appliqués aux images MEB. Après avoir eu un niveau de gris adapté au traitement d'image (figure III.17.a), cette image a été binarisée (figure III.17.b). Et enfin une procédure de colorisation a été utilisée pour définir la taille, la forme et la fraction surfacique des différents précipités (figure III.17.c). L'image finale est représentée sur la figure III.17.d.

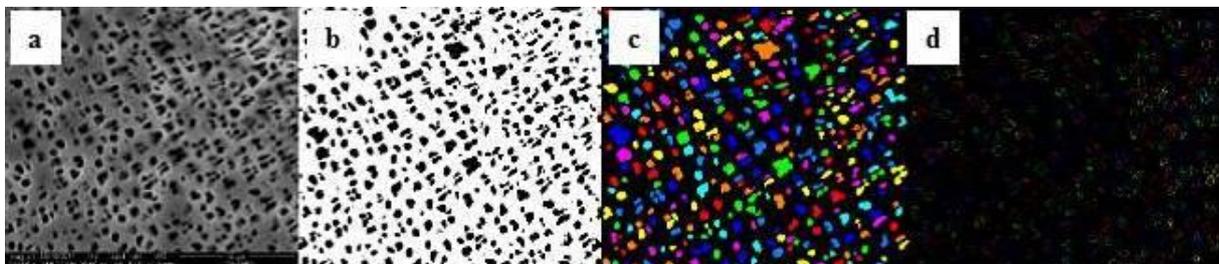


Figure III.17 : Processus de traitement d'image : a : une image originale contrastée, b : une image binarisée et seuillée, c : image colorisée, d : image finale.

Les images finales ont été interprétées par des histogrammes montrant la distribution en tailles des précipités γ' , ainsi que dans le tableau III.4 indiquant la fraction surfacique de chaque phase. La figure III.18 illustre l'évolution microstructurale (en terme de taille et de la morphologie) résultant des trois traitements répertoriés dans le tableau II.4.

Tableau III. 4 : Paramètres décrivant la distribution de taille des précipités γ'_{II} , leurs fraction surfacique (en %) et les valeurs de micro duretés (à une charge de 0.5 kgf) pour l'échantillon : tel que reçu, après TRT.1, après TRT.2, après TRT.3, respectivement.

État de l'échantillon	$d_{min}(nm)$ de γ'	$d_{max}(nm)$ de γ'	$d_{mean}(nm)$ de γ'	Ecart type	γ'_{II} (%)	HV _{0.5}
Tel que recue	60	290	125	0.0368	36.04	384.94
Après TRT 1	110	480	282	0.1084	29.93	358.03
Après TRT 2	90	470	271	0.1084	19.46	325.25
Après TRT 3	120	830	354	0.1901	42.27	416.85

La figure III.18.a, montre la microstructure correspondant au superalliage reçu. La figure III.18.b – d, montre les images MEB après TRT.1, TRT.2 et TRT.3, respectivement.

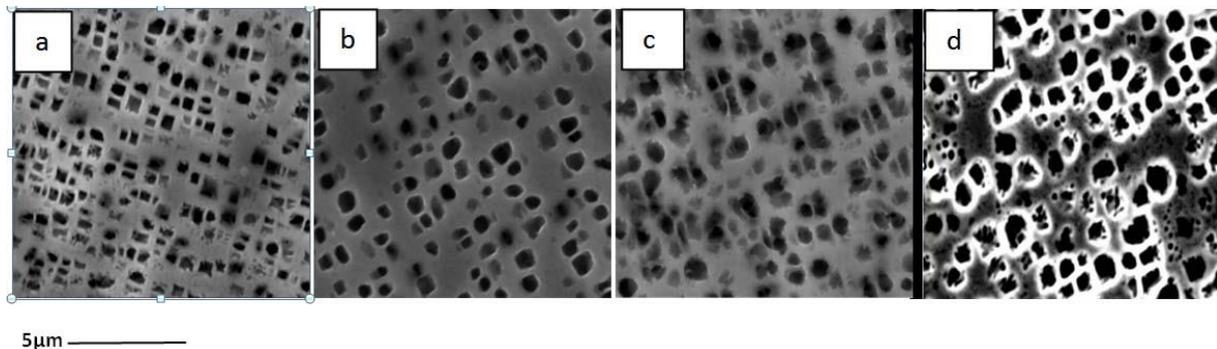


Figure III.18 : évolution microstructurale de la taille et de la morphologie des précipités γ'_{II} : (a) état de réception, (b) d'après TRT.1, TRT.2, TRT.3.

L'analyse quantitative des figures III.18 a-d, est présentée sur la figure III.19 par des histogrammes illustrant la distribution de taille des précipités γ'_{II} . La figure III.19 présente les histogrammes de taille des précipités γ' secondaires dans différents états (état de réception (figure III.18.a), après TRT.1 (figure III.18.b), TRT.2 (figure III.18.c) et TRT.3 (figure III.18.d) (comme indiquée dans le tableau III.5). La distribution de précipités γ' secondaires à l'état de réception (voir Figure III.19.a) varie entre 60 et 290 nm, avec un maximum autour de 125 nm.

Sur la figure III.19.b (correspondant à l'état après TRT.1), la distribution de taille varie entre 110 et 480 nm, avec deux pics séparés. La figure III.19.c, indique que la distribution de taille du précipité γ' secondaire varie de 90 à 470 nm, sans maximum apparent. L'aplatissement de l'histogramme de la figure III.19.c, peut s'expliquer par la dissolution partielle de γ' dans la matrice γ et que des tailles de γ' est uni modale.

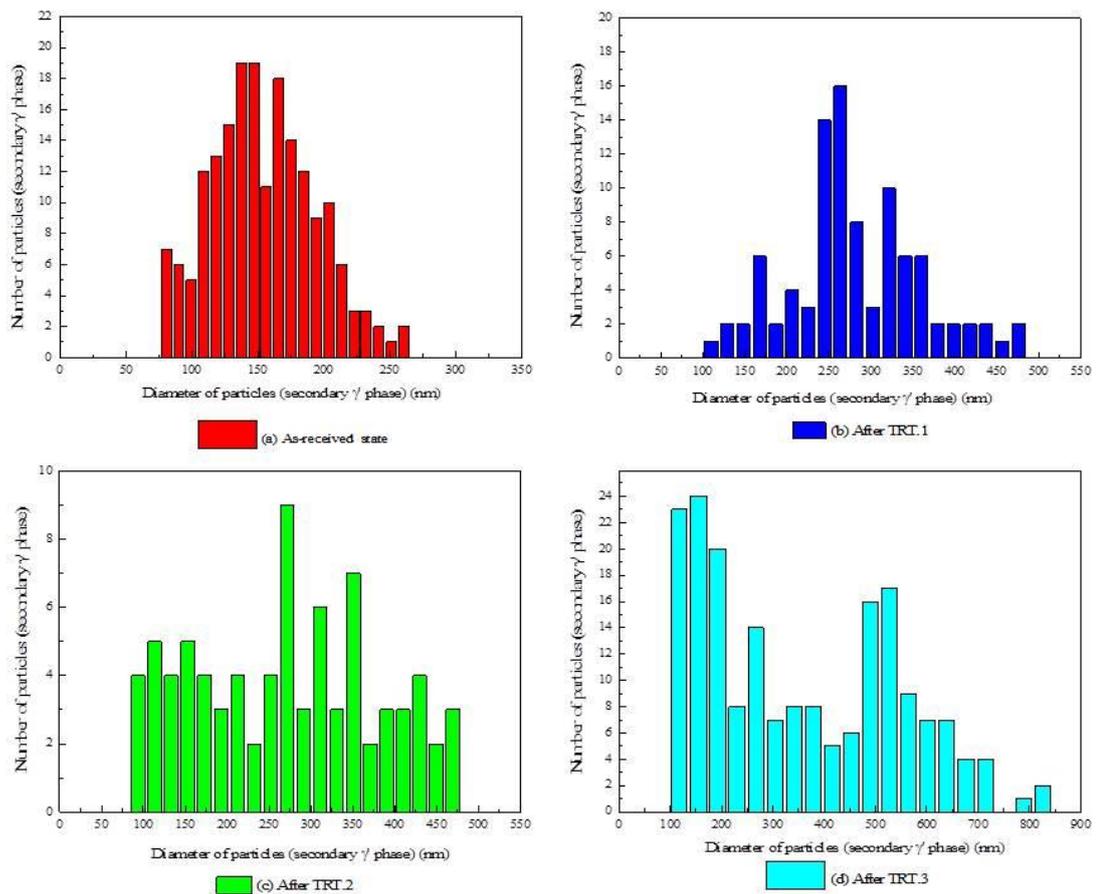


Figure III.19 : Histogrammes de la distribution de taille du γ'_{II} : a : état de réception, b-d : après TRT.1, TRT.2 and TRT.3.

La figure III.19.d, révèle que la distribution de taille des précipités γ' est plus large que celles des situations précédentes, avec une plage de valeurs entre 120 et 830 nm. Deux maximums sont présents, ce qui peut s'expliquer par la reprécipitation de la phase γ' et la croissance des γ' secondaires persistants. Le tableau III.4 présente la distribution de la taille des précipités γ' secondaires, leur fraction surfacique (en %) et les valeurs de micro-dureté (à une charge de 0,5 kgf) dans chaque état : état de réception et après différents traitements thermique : TRT.1, TRT .2 et TRT.3 (voir le tableau II.4), respectivement.

La comparaison entre les différents états indique que la taille des précipités γ' trouvée après différents traitements de mise en solution n'a pas un effet significatif sur la micro dureté. En revanche, l'augmentation de la micro dureté est due à l'augmentation de la fraction surfacique totale de précipités γ' .

La figure III.20, montre la dépendance linéaire de la fraction surfacique γ' à la micro dureté pour l'état réception et après différents traitements thermiques : TRT.1, TRT.2 et TRT.3 (voir le tableau II.4). Ce comportement confirme les résultats précédents dans lesquels la fraction volumique des précipités γ' est un paramètre critique pour exercer un effet de durcissement dans les superalliages à base de nickel [45].

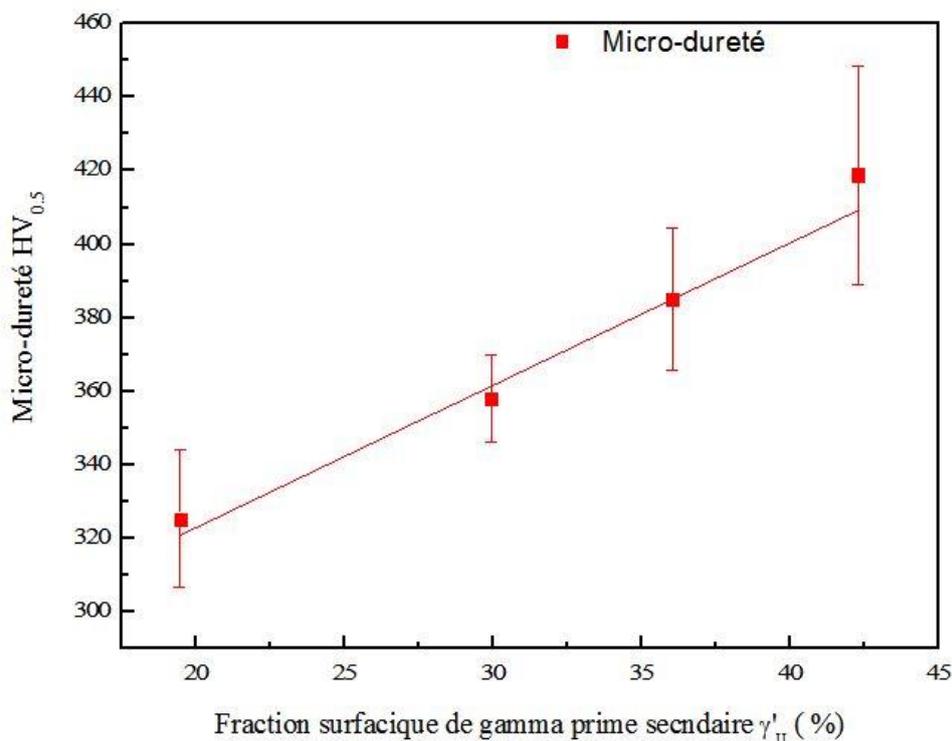


Figure III.20 : Effet de la fraction surfacique de précipités γ'_{II} sur la microdureté.

III.6. Simulation par le logiciel JMatPro :

Les résultats trouvés et interprétés au cours de ce travail ne prennent en compte que le γ' secondaire (γ'_{II}) (fraction volumique et taille). Pour donner plus de fiabilité, il est nécessaire de prendre en considération les γ' tertiaires (γ'_{III}) et de suivre leurs effets sur le comportement mécanique du superalliage à base de nickel. Pour cela, la modélisation des propriétés mécaniques de notre alliage à travers un programme informatique appelé Java-based Materials

Property (JMatPro) est utilisé dans le but d'étendre ces résultats, également, l'effet de la microstructure sur les comportements mécaniques.

III.6.1. Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux de la simulation :

Le tableau III.5, récapitule les micros duretés et les fractions volumiques obtenues par les méthodes expérimentales et celle du logiciel JMatPro. Une étude comparative a été menée entre la simulation et les résultats expérimentaux, en vue de l'étendre à d'autres résultats par le logiciel JMatPro.

Le succès de JMatPro repose sur une description précise de toutes les transformations de phases majeures intervenant lors du traitement thermique [65], ainsi que sur un calcul précis des propriétés des différentes phases formées dans l'Inconel 738.

Tableau. III. 5 : Résultats comparatifs obtenus par les tests expérimentaux et ceux du logiciel JMatPro.

N° (traitement)	HV (VPN)		γ' (%)	
	Expérimental	JMatPro	Expérimental	JMatPro
TRT.1	358,03	331,45	29,93	26
TRT.2	325,25	311,87	19,46	23
TRT.3	416,85	400,18	42,27	52

La figure III. 21, montre un bon accord entre la micro dureté obtenue expérimentalement (Tableau II.4) et celle calculée par le logiciel JMatPro. D'autre part, la figure III. 22, illustre une différence significative entre la fraction volumique de la phase γ' après le traitement thermique TRT.3 et celle calculée par le JMatPro. Ce dernier résultat est justifié par le comptage du γ' tertiaire plus les secondaires dans le calcul obtenu par JMatPro, sachant que seuls les secondaires ont été considérés expérimentalement. Cette incertitude est due à la non-apparition de γ' tertiaire (taille nanométrique) dans toutes les images MEB acquises. Les informations obtenues à partir des résultats expérimentaux ont été utilisées comme entrée dans un modèle physique qui a été formé pour estimer la limite d'élasticité, la micro dureté et la résistance à la traction de l'aube dans différentes états microstructurales.

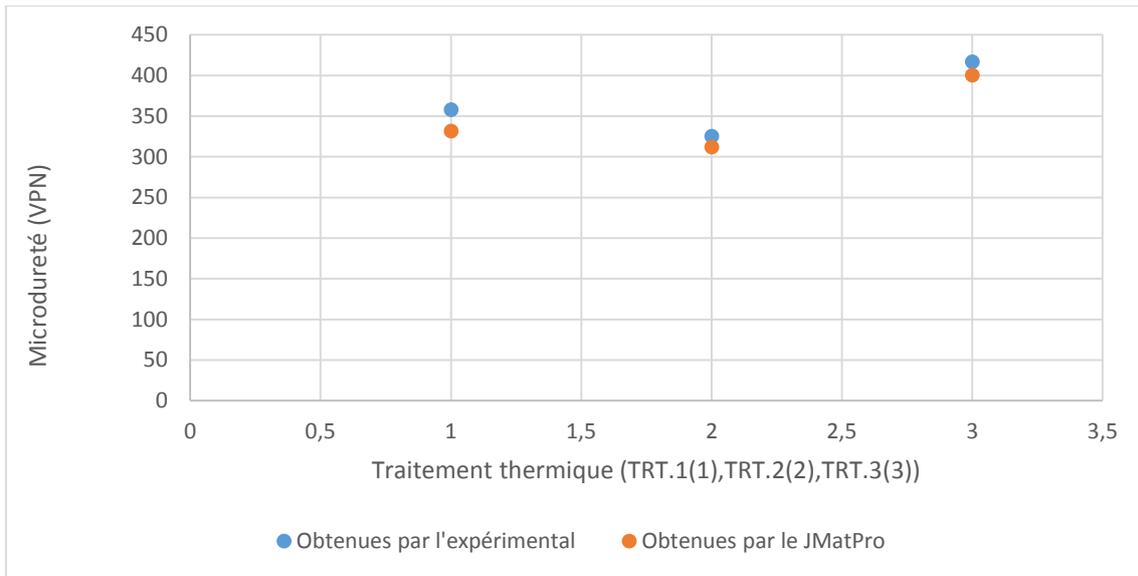


Figure III.21 : Comparaison entre les micro duretés obtenues expérimentalement et celles du logiciel JMatPro.

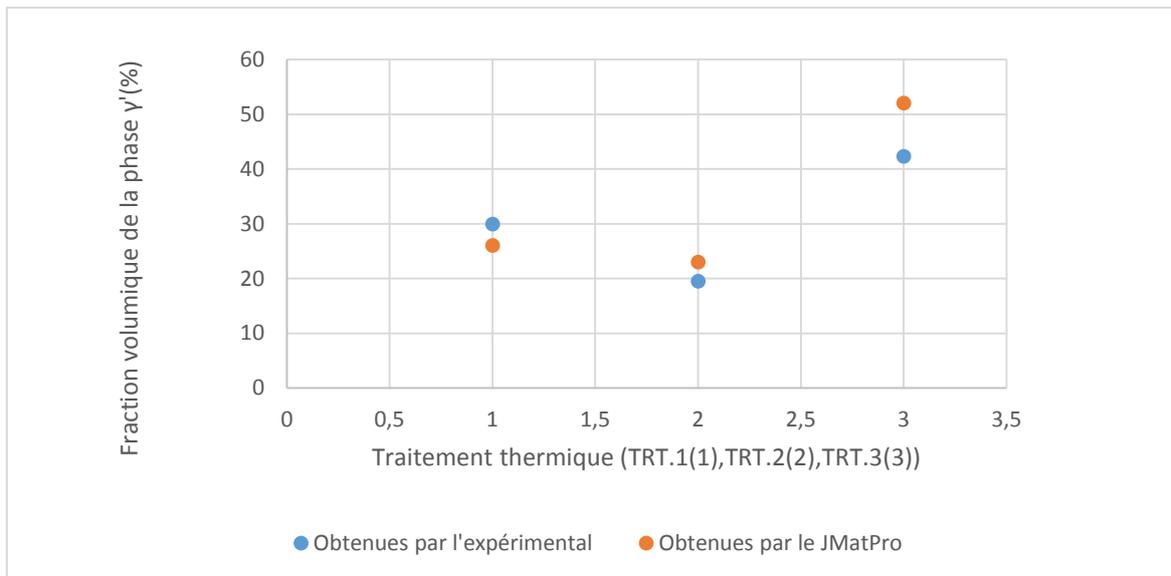


Figure III.22 : Comparaison entre les fractions volumiques obtenues expérimentalement et celles du logiciel JMatPro

III.6.2. Modélisation des propriétés mécanique et l'effet de la microstructure sur les superalliages à base de nickel :

Il est bien connu que les caractéristiques optimales des superalliages à base nickel sont liées à la fraction volumique, à la taille, à la morphologie et à la distribution des précipités de γ' et de carbure (MC et M₂₃C₆). Par conséquent, l'effet du carbure MC sur la limite d'élasticité n'a pas été étudié dans ce travail. Notre objectif était de trouver les températures conduisant à une

fraction et tailles de γ' offrant une limite d'élasticité et la micro dureté meilleure, et de prédire les chutes dans les comportements mécaniques de l'Inconel 738. Il existe un consensus selon laquelle cela peut être conditionné par l'interaction entre les dislocations et les petites et les grosses précipités γ' [66]. Lorsque les particules γ' sont trop petites, des dislocations les traversent. Au contraire, dans le cas où les particules sont grosses et trop fortes pour être coupées, une dislocation s'incline (renforcement Orowan).

Une résistance maximale peut être atteinte si les précipités peuvent résister au cisaillement et sont trop proches les uns des autres. Le rayon qui la résistance maximale atteinte est également appelée «rayon critique» qui peut être calculé par la formule ci-dessous pour les superalliages à base de Ni :

$$R_{\text{Critique}} = \frac{\mu b^2}{\gamma_{\text{APB}}} \quad [67].$$

Où :

- b est le vecteur de burgers,
- μ est le module de cisaillement,
- γ_{APB} est l'énergie de la paroi antiphase.

Ce travail n'est pas basée sur les détails de l'interaction dislocation / précipité du γ' , mais se focalise sur le rôle de la taille et de la fraction volumique de γ' dans l'amélioration du comportement mécanique d'Inconel 738 à l'aide du logiciel JMatPro.

Les résultats obtenus de l'expérimentale (micro dureté et la fraction volumique) ont été utilisées comme entrées dans la simulation des comportements mécaniques par le JMatPro. Les propriétés de traction de l'Inconel 738 avec différentes microstructures de précipité sont évaluées à température ambiante, 650, 750, 850 et 950 ° C à une vitesse de déformation de 10^{-3} (1/sec).

Dans des conditions de température inférieures à 800 ° C, la résistance du matériau est estimée par la résistance à la traction où la limite d'élasticité. La figure III. 23, montre que plus la température est supérieure à 800 ° C, plus la déformation plastique a lieu rapidement. Au-dessus de 800 ° C, le phénomène de fluage apparaît. Cela se produit à la suite d'une exposition prolongée des matériaux à des températures plus élevées. Il s'agit d'un problème

particulièrement sérieux pour les aubes de turbine à gaz et se produit sous la forme d'une baisse remarquable de l'écoulement plastique et de la limite d'élasticité.

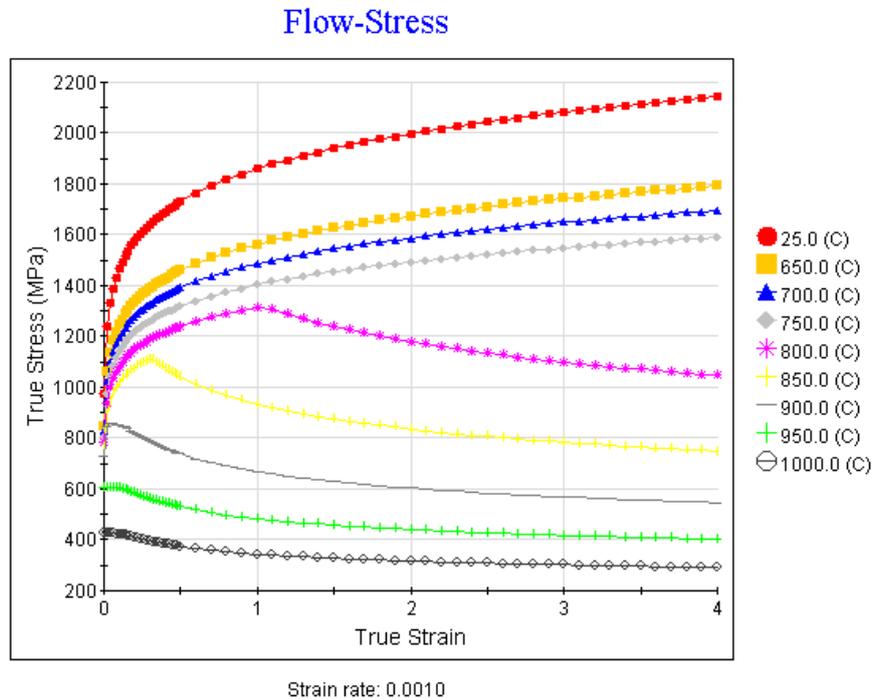


Figure III.23 : Simulation par JMatPro des courbes de traction à plusieurs températures et à 0.001 (1/s) de vitesse de déformation de l’Inconel 738.

Le changement de mode de déformation est clairement observé à 800° C sur la figure III.23. Il convient de noter que l'adoucissement de l'écoulement est souvent suggéré comme étant dû à la recristallisation. Cependant, comme clairement montré ici, l'adoucissement de l'écoulement est un résultat naturel de la déformation contrôlée par la montée des dislocations (DDC), que la recristallisation ait lieu ou non [68].

La figure III.24 montre la variation de la limite d'élasticité, de la dureté et de la résistance à la traction de l'Inconel738 en fonction de la taille des précipités à différentes températures et de la fraction volumique de γ' . Les quatre figures montrent les mêmes changements de comportement mécanique à différentes températures et fraction volumique de γ' . Deux niveaux de changements de comportement mécanique, l'un des petits précipités où le comportement mécanique augmente avec la taille des précipités jusqu'à une taille critique de 71 nm, et l'autre de moyennes et grandes tailles où le comportement mécanique diminue jusqu'à un maximum

taille de γ' . Nous remarquons que la taille de (γ') a un effet direct sur l'Inconel 738 et que ce sont elles qui définissent la résistance de l'aube à d'éventuels dommages dans les turbines à gaz.

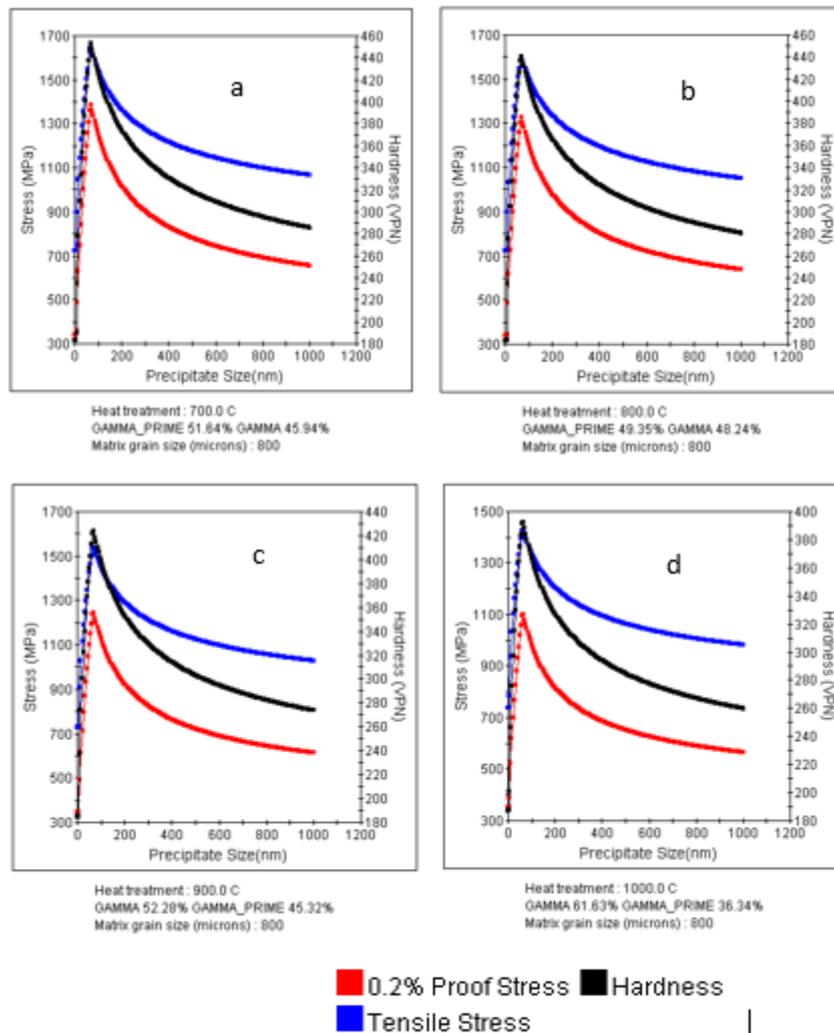


Figure III.24 : Modélisation de la dureté, limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'Inconel 738 en fonction de la taille des précipités γ' ,

Le tableau III.6 montre la relation entre la fraction volumique du γ' et la limite d'élasticité, dureté et la résistance à la traction. Et par conséquent, l'amélioration des comportements mécaniques de l'Inconel dépend du choix de la fraction volumique de γ' et de leur morphologie, ainsi que du fait qu'il soit mono ou bimodal.

Tableau III.6. Récapitulatif sur l'effet de la fraction volumique du γ' et de la température sur le comportement mécanique de l'Inconel 738.

Température (°C)	Fraction volumique γ' (%)	$\sigma_{0,2}$ maximale (MPa)	La dureté maximale (VPN)	Résistance à la traction maximale (MPa)
700	51,64	1383,45	452,78	1643,94
800	49,35	1326,42	440,84	1600,15
900	45,32	1242,51	423,14	1536,03
1000	36,34	1100,10	392,51	1427,43
1100	13,52	762,20	313,72	1160,20
1120	6,97	641,32	281,62	1054,30
1130	3,26	551,06	255,41	967,81
1135	1,27	481,41	233,47	894,78
1136	0,87	459,98	226,69	872,05
1138	0,0433	388,34	201,17	785,33
1139	0	367,91	193,54	759

La figure III.25 représente la variation de la limite d'élasticité à 0.2% ($\sigma_{0,2}$) en fonction de la température après différents traitements thermiques à 700, 800, 900 et 1000°C (Figure III.24 a-b-c et d respectivement). Les quatre figures illustrent que la limite d'élasticité à 0.2% diminue légèrement avec l'augmentation de la température jusqu'à ce qu'une température critique soit atteinte, au-dessus de laquelle il y a une forte baisse de la limite d'élasticité. Cette forte baisse est due à un changement de mécanisme de déformation. Passant de dominé par le glissement de dislocation (DDG) à 900°C à celui de la montée de dislocation (DDC) à des températures plus élevées.

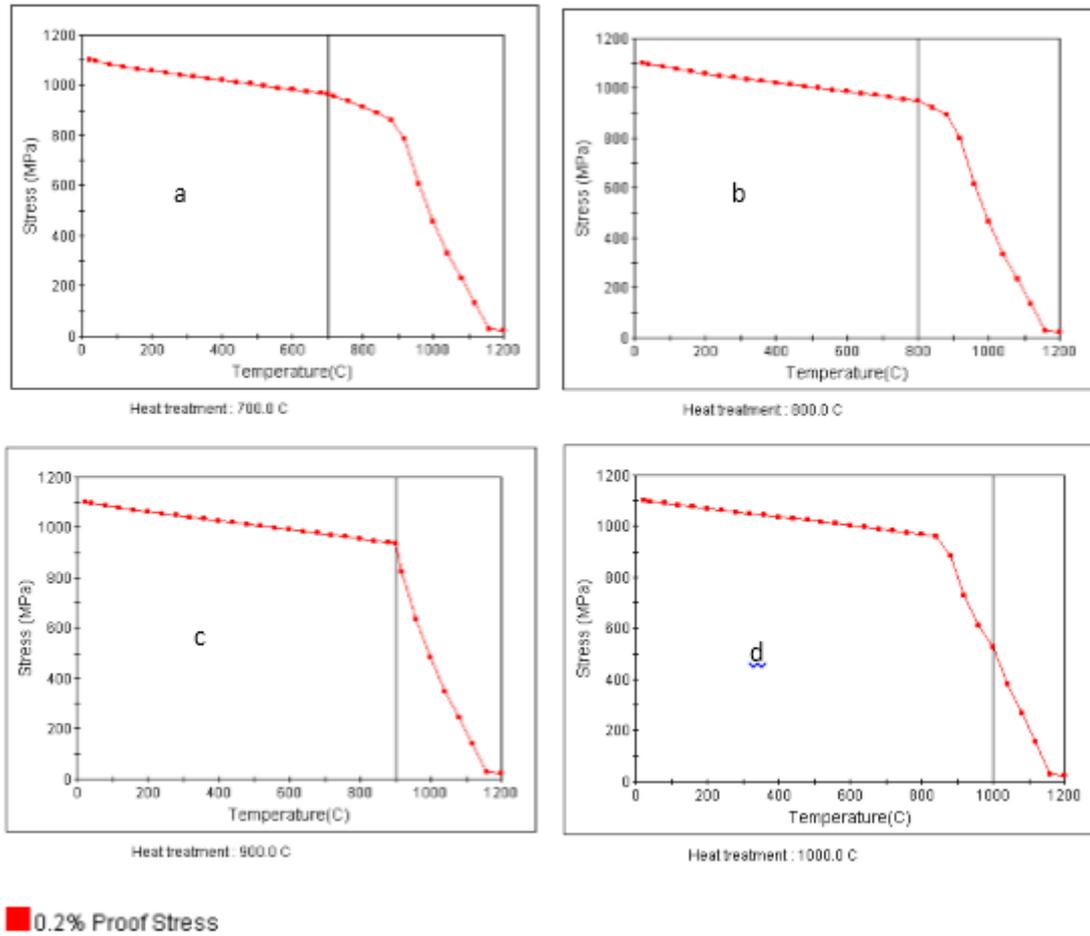


Figure III.25 : la variation de la limite d'élasticité $\sigma_{0.2}$ en fonction de la température.

Conclusion générale

Conclusion générale et perspective

En raison de leur stabilité thermique élevée dans des conditions de travail sévères et agressives, les superalliages à base de nickel (Ni), tels que l'Inconel 738, sont largement utilisés dans l'industrie des turbines à gaz, en particulier pour les aubes. Cependant, après une longue période de fonctionnement, l'évolution microstructurale des aubes de turbine à gaz, à savoir la diminution de la fraction volumique, le grossissement (croissance), le changement de la morphologie du précipité γ' , plus, la formation d'autres phases nocives, conduisent à la perte de cohérence entre la phase durcissant γ' et la matrice γ , ce qui facilite l'endommagement des aubes.

Le travail réalisé vise à donner une vision globale sur l'influence de la microstructure des superalliages à base de nickel sur le comportement mécanique dans les aubes de turbine à gaz par l'étude de l'effet de la température de mise en solution et des traitements thermiques de vieillissements (revenus) sur la microstructure de l'aube (Inconel 738) reçue après quelques dizaines de milliers d'heures de fonctionnement.

Ce travail a été scindé en deux parties : la partie expérimentale et la partie numérique dans laquelle nous avons utilisé le logiciel JMatPro comme un outil de simulation.

La partie expérimentale s'est basée sur l'observation microscopique et les essais de micro dureté ainsi les traitements d'images. Afin de restaurer ou rajeunir la microstructure de l'aube usée, Nous avons effectué des traitements de mise en solution à 1100 et 1190 °C et un autre protocole constitué d'un traitement de mise en solution à 1100°C suivi de deux paliers successifs de vieillissements (Revenus). Nous avons constaté que :

- à l'état de réception, la microstructure contenait la matrice γ , la phase γ' et d'autres types de précipités (carbures, eutectiques γ/γ' et phases TCP).
- Pour la mise en solution à 1100°C suivie d'un refroidissement à l'air calme, les précipités γ' ont été partiellement dissous à l'intérieur de la matrice γ , indiquant que la température de la mise en solution correspond à un traitement de subsolvus de la phase γ' . en revanche , lors du refroidissement dans l'eau tiède, la dissolution du γ' secondaire est totale ce qui explique l'influence de la vitesse de refroidissement sur le traitement de la remise en solution de la phase γ' .

- Pour la mise en solution à 1190°C : la persistance des précipités secondaires est due à la vitesse de refroidissement par l'air calme, qui était relativement lente. et aussi la dissolution des éléments constitutifs des carbures dans la matrice a atteint la sursaturation.
- .Pour traitement de mise en solution suivi de deux paliers de Revenus, une microstructure bimodale remarquable de la phase γ' composée de grands cuboïdes γ' secondaires et de fines sphériques γ' tertiaires a été identifiée. Le vieillissement à deux paliers a entraîné une augmentation de la fraction surfacique de la phase γ' .
- Une dépendance linéaire entre la fraction surfacique du gamma prime (γ') et la micro dureté a été trouvée, confirmant que la fraction volumique des précipités γ' est un paramètre critique pour optimiser le comportement mécanique des superalliages à base de nickel [69].

La partie numérique met en évidence l'influence de la taille de précipités γ' , leur fraction volumique et de la température de traitement thermique sur : la limite d'élasticité, la dureté et la résistance à la traction. De façon globale, il a été conclu de cette partie numérique qu'il existe deux modes de déformation dans les superalliages à base de nickel. Le mode de déformation par le glissement des dislocations (DDG) à des températures inférieures à 800°C, et le mode de déformation par la montée des dislocations (DDC) dans les températures supérieures à 800°C qui correspond à l'adoucissement de l'Inconel 738. La maîtrise de la fraction volumique et des tailles de précipités γ' sont des clés de la stabilité des superalliages à base de nickel à haute température.

En perspective, il serait très intéressant d'étudier l'origine de la persistance des eutectiques et autres phases indésirables après les traitements de mise en solution et la sursaturation de la matrice γ aussi l'effet des technologies innovantes, notamment, l'utilisation de la pression isotherme à haute température (HIPing).

Le fluage et la fatigue thermique par des tests de micro- ou nano-indentation à haute température, ainsi l'utilisation de la diffraction des rayons X pour contrôler le désaccord paramétrique entre la matrice gamma et les précipités gamma prime sont des ambitions pour les prochains travaux.

Bibliographie

Bibliographies

- [1] M. Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys* (Routledge, London, 2017);
- [2] V.M. Imayev, S.K. Mukhtarov, A.V. Logunov, A.A. Ganeev, R.V.Shakhov, L.R. Shaikhutdinova, R.M. Imayev, Effect of thermo-mechanical treatment on the microstructure and mechanical properties of a nickel base superalloy heavily alloyed with substitution elements. *Lett. Mater.* **9**(4), 465–469 (2019).
- [3] A. Hazotte, J. Lacaze, Quantitative analysis of the microstructure of single crystal nickel-based superalloys. *Acta Stereol.* **16**,281–286 (1997) ;
- [4] F. Pettinari, M. Jouiad, P. Caron, et al., Influence of the solute nature on the tensile behaviour and on the microstructure of γ -phases of nickel based superalloys. *Revue de Metallurgie. Cahiers D'Informations Techniques*, pp. 1038–1046 (2000);
- [5] J. Cormier, J.-Y. Guedou. *Ma1-des materiaux incontournables pour les turboréacteurs aéronautiques : les superalliages base nickel* (2015) ;
- [6] Ghasemi, M. Pouranvari, Thermal processing strategies enabling boride dissolution and gamma prime precipitation in dissimilar nickel-based superalloys transient liquid phase bond. *Matures.* 182, 108008 (2019);
- [7] T.M. Pollock, S. Tin, Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties. *J. Propuls.Power.* 22, 361–374 (2006);
- [8] T.M. Pollock, Alloy design for aircraft engines. *Nat. Mater.* 15,809–815 (2016);
- [9] C. Kim, Creep damage characterization of Ni-based superalloy by acoustic nonlinearity. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* 22(4), 303–310(2012);
- [10] J.A. Villada, R.G. Bayro-Lazcano, E. Martinez-Franco, D.G. Espinosa-Arbelaez, J. Gonzalez-Hernandez, J.M. Alvarado-Orozco, Relationship between γ' phase degradation and in-service GTD-111 first-stage blade local temperature. *J. Mater. Eng. Perform.*28(4), 1950–1957 (2019);
- [11] Y.K. Kim, D. Kim, H.-K. Kim et al., An intermediate temperature creep model for Ni-based superalloys. *Int. J. Plast.* 79, 153–175(2016);
- [12] D.A. Woodford, Environmental damage of a cast nickel base superalloy. *Metall. Trans. A* 12(2), 299–308 (1981);
- [13] J.A. Pfaendtner, C.J. McMahon Jr., Oxygen-induced intergranular cracking of a Ni-base alloy at elevated temperatures—an example of dynamic embrittlement. *Acta Mater.* 49(16), 3369–3377 (2001) ;

- [14] F. Sun, J. Tong, Q. Feng et al., Microstructural evolution and deformation features in gas turbine blades operated in-service. *J. Alloys. Compd.* 618, 728–733 (2015);
- [15] K.-H. Chang, *Design Theory and Methods Using CAD/CAE: The Computer Aided Engineering Design Series* (Academic Press, Cambridge, 2014);
- [16] H.E. Collins, R.J. Quigg, Carbide and intermetallic instability in advanced nickel-base superalloys (Relative stability of gamma prime and minor phases in five nickel base superalloys, discussing effect of time, aging temperature and stress). *ASM Trans. Q.* 61,139–148 (1968);
- [17] L. Gong, B. Chen, Z. Du, M. Zhang et al., Investigation of solidification and segregation characteristics of cast Ni-based superalloy K417G. *J. Mater. Sci. Technol.* 34(3), 541–550 (2018);
- [18] P.Kontis, A. Kostka, D. Raabe et al., Influence of composition and precipitation evolution on damage at grain boundaries in a crept polycrystalline Ni-based superalloy. *Acta Mater.* 166, 158–167(2019) ;
- [19] G. Bai, J. Li, R. Hu et al., Effect of thermal exposure on the stability of carbides in Ni–Cr–W based superalloy. *Mater. Sci. Eng. A528(6)*, 2339–2344 (2011);
- [20] Q. Wu, Microstructural evolution in advanced boiler materials for ultra-supercritical coal power plants. Thèse de doctorat, University of Cincinnati (2006) ;
- [21] S. Cruchley, H. Evans, M. Taylor, An overview of the oxidation of Ni-based superalloys for turbine disc applications: surface condition, applied load and mechanical performance. *Mater. High Temper.* 33(4–5), 465–475 (2016);
- [22] E.W. Ross, René 100 : a sigma-free turbine blade alloy. *JOM* 19(12), 12–14 (1967) ;
- [23] J. Capponi, C. Chaillout, A. Hewat, P. Lejay, M. Marezio, N. Nguyen, B. Raveau, J. Soubeyroux, J. Tholence, R. Tournier, *EPL (Europhys Lett)* 3, 1301 (1987) ;
- [24] M. Revaud, Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus Ph.D. thesis Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2013) ;
- [25] J.R. Davis, et al. (eds.), *Nickel, Cobalt, and their Alloys* (ASM International, Cleveland, 2000) ;
- [26] E.F. Bradley, (ed.), *Superalloys: a technical guide* (ASM International, Materials Park, Ohio, 1988);
- [27] D.J. Tillack, *ASM Handbook*, vol. 4 (ASM International, Materials Park, 1993), pp. 907–912;

- [28] A. James, Review of rejuvenation process for nickel base superalloys. *Mater. Sci. Technol.* 17(5), 481–486 (2001);
- [29] P. Wang Yao, N. Chuankrerkkul, S. Polsilapa et al., Gamma prime phase stability after long-term thermal exposure in cast nickel based superalloy, IN-738. *Chiang Mai J. Sci.* 36(3), 312–319(2009);
- [30] P. Wangyao, V. Krongtong, N. Panich et al., Effect of 12 heat treatment conditions after HIP process on microstructural refurbishment in cast nickel-based superalloy, GTD-111. *High Temper. Mater. Process.* 26(2), 151–160 (2007);
- [31] A. Turazi, C.A. de Oliveira, C.E. Bohórquez et al., Study of GTD-111 superalloy microstructural evolution during high-temperature aging and after rejuvenation treatments. *Metallogr. Microstruct. Anal.* 4(1), 3–12 (2015);
- [32] K. Sabri, M.O. Si-Chaib, M. Gaceb, Lifetime extension prediction of the rejuvenated first stage gas turbine blades. *Mater. Sci. Technol.* 36(1), 46–54 (2020);
- [33] J. Liburdi, P. Lowden, D. Nagy, et al., Practical experience with the development of superalloy rejuvenation, in *ASME Turbo Expo2009: Power for Land, Sea, and Air*. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, pp. 819–827 (2009);
- [34] Stein-Brzozowska, G., Florez, D. M., Maier, J. & Scheffknecht, G. Nickel-base superalloys for ultra-supercritical coal-fired power plants: Fireside corrosion. Laboratory studies and power plant exposures, *Fuel* **108**, 521–533 (2013), cf. page 65;
- [35] Morbioli, R. & Walter, P. Corrosion des superalliages : cas des aubes de turbines. *Corrosion des matériaux à haute température* Éditions de Physique, Les Ulis (1987), isbn : 978-2-86883- 053-1, cf. pages 66, 76 ;
- [36] Reed, R. C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, Cambridge (2006), ISBN: 978-0-521-07011-9 cf. pages 66, 67, 69, 70, 98;
- [37] T. Gosdidier and all. Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single Cristal Nickel-based superalloys; doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00795-3;
- [38] Anthony, seret. Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base Nickel inconel 625 et AD 730TM. Thèse de doctorat (2019, PSL , Paris) ;

- [39] L.M. SUAVE, J. CORMIER, P. Ville CHAISE, A. SOULA, Z.HERVIER, D.BERTHEAU et J.LAIGO: Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625: Impact of temperature and forming process. *Metallurgical and Materials transactions*, 45: 2963-2982, 2014;
- [40] R.C. REED, *The superalloys – Fundamentals and Applications*. Cambridge, UK: Cambridge University Press 2006;
- [41] N.D. EVANS, P.J. MAZIASZ, J.P SHINGLEDECKER et Y. YAMAMOTO: Microstructure evolution of alloy 625 foil and sheet during creep at 750°C. *Materials Science and Engineering: A*, 498(1):412-420, 2008. International conference on recent advances in composite materials (ICRACM 2007).
- [42] Mustafa Tarik Boyraz. In *738 Lc Microstructure Optimization With Heat Treatment And Simulation To Improve Mechanical Properties Of Turbine Blades*
- [43] LAURENCE Aude. Impact du sur-vieillissement métallique sur le comportement et la durabilité du superalliage base Nickel pour disque de turbine René 65. Thèse de doctorat (ENSMA, 2016).
- [44] J. Wang, L. Zhou, L. Sheng et al., The microstructure evolution and its effect on the mechanical properties of a hot-corrosion resistant Ni-based superalloy during long-term thermal exposure. *Mater. Des.* 39, 55–62 (2012)
- [45] T. Wang, X. Wang, Z. Zhao et al., Dissolution behaviour of the γ' precipitates in two kinds of Ni-based superalloys. *Mater HighTemper.* 33(1), 51–57 (2016)
- [46] M. Aghaie-Khafri, M. Hajjavady, The effect of thermal exposure on the properties of a Ni-base superalloy. *Mater. Sci. Eng.* A487(1–2), 388–393 (2008);
- [47] F. Masoumia, M. Jahazia, D. Shahriaria, J. Cormierb. Coarsening and Dissolution of γ' precipitates during Solution Treatment of AD730TM Ni-based Superalloy: Mechanisms and Kinetics Models. Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure (ETS),
- [48] Zungang Mao, Chantal K. Sudbrack, Kevin E. Yoon, Georges Martin And David N. Seidman The mechanism of morphogenesis in a phase-separating concentrated multicomponent alloy;
- [49] S. Atamert, J. Stekly, Microstructure, wear resistance, and stability of cobalt based and alternative iron based hard facing alloys. *Surf. Eng.* 9(3), 231–240 (1993)
- [50] A.K. Jena, M.C. Chaturvedi, The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys. *J. Mater. Sci.* 19(10), 3121–3139 (1984)

- [51] Y.Q. Chen, E. Francis, J. Robson et al., Compositional variations for small-scale gamma prime (γ') precipitates formed at different cooling rates in an advanced Ni-based superalloy. *Acta Mater.* 85,199–206 (2015) (Sajjadi SA, Zebarjad SM, Guthrie R, Isac M(2006) *J Mater Process Technol* 175:376–381);
- [52] X. Dong, X. Zhang, K. Du et al., Microstructure of carbides at grain boundaries in nickel based superalloys. *J. Mater. Sci. Technol.*28(11), 1031–1038 (2012)
- [53] A. Glage, Nickel-based superalloys and their application in the aircraft industry. Ph.D. thesis, University degli Studi di Trento(2007);
- [54] G.L. Erickson, Critical issues in the development of high temperature structural materials, ed. by N.S. Stoloff, D.J. Duquette, and A.F. Giamei. Proceedings from the conference on critical issues in the development of high temperature structural materials, (TMS Publications, kona, hawaii, 7–14 Mar 1993), pp. 87–105 ;
- [55] Danis Y (2008) Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'inconel 738. Thèse de doctorat, Bordeaux 1 ;
- [56] M.J. Cieslak, G.A. Knorovsky, T.J. Headley et al., The solidification metallurgy of alloy 718 and other Nb-containing superalloys. *Superalloy*718, 59–68 (1989);
- [57] Chrysanthi Papadaki, Wei Li, Alexander M Korsunsky. On the dependence of γ' precipitates size in a nickel-based superalloy on the cooling rate from super- solvus temperature heat treatment.2018. DOI : 10.3390/ma11091528 ;
- [58] C. Mons, Traitements thermiques des superalliages. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, no M1165, pp. M1165.1– M1165.12 (1996) ;
- [59] J.M. Vitek, D.W. Gandy, S.S. Babu et al., *Alloy Development of Nickel-Based Superalloy Weld Filler Metals Using Computational Thermodynamics* (Oak Ridge National Laboratories, Oak Ridge,2001);
- [60] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari et al., Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: mechanisms and kinetics models. *J. Alloys Compd.* **658**, 981–995 (2016) ;
- [61] K. Huang, K. Marthinsen, Q. Zhao, R.E. Logé, The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behavior and associated mechanical properties of metallic materials. *Prog. Mater. Sci.* 92, 284–359 (2018);
- [62] Guide D'auto-Apprentissage Pour Les Opérateurs En Traitement Thermique

- [63] Saunders, N., Guo, Z., Miodownik, A.P. and Schille, J.P. (2004) 'The calculation of TTT and CCT diagrams for General Steels', Internal Report of Sente Software Ltd., Guildford, UK (free download from Ref. [Sente Software 2005]);
- [64] M.A. Charpagne, T. Billot, and J.M. Franchet et al., Hetero epitaxial recrystallization: a new mechanism discovered in a polycrystalline γ - γ' nickel based superalloy. *J. Alloys Compd.* **688**, 685–694 (2016);
- [65] G.E. Fuchs, Solution heat treatment response of a third generation single crystal Ni-base superalloy. *Mater. Sci. Eng. A* **300**(1–2), 52–60 (2001).
- [66] Precipitation Hardening Metallurgical and Materials Transactions A 16(12):2131-2165 Alan J. Ardell;
- [67] E.I.Galindo-Nava, L.D.Connor and C.M.F.Rae, "On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys," *Acta Materialia*, vol. 98, pp. 377-390, 2015;
- [68] Modelling High Temperature Flow Stress Curves Of Titanium Alloys Z. Guo, N. Saunders, J.P. Schillé, A.P. Miodownik Sente Software Ltd, Surrey Technology Centre, Guildford, Gu2 7yg, U.K;
- [69] O.Sifi and all , The effect of the solution and aging treatments on the microstructures and micro hardness of nickel-based superalloys, *applied physics A, Materials Science and Processing*, doi.org/10.1007/s00339-020-03517-2.15 April 2020.