

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE**  
**ENSM - Annaba**



**DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX**

**Mémoire de fin d'études**

**MASTER**

**THEME :**

**DETERMINATION DES DIFFERENTES PHASES  
DURCISSANTES TYPE  $\gamma'$  DE L'UDIMET 500 POUR  
LES AUBES DE TURBINE A GAZ.**

**Présenté(e) par :** - Mr. SOUADIA Hacene

**Encadré(e) par :** - Pr. M. Retima

<b>Membres du jury :</b>	- Président	Dr. M.C. Benoudia
	- Rapporteur	Mme. L. Kahloul

**Juin 2016**



## **Remerciement**

*Je voudrais avant d'entamer la présentation de ce mémoire  
remercier ALLAH tout puissant de nous avoir donné la volonté et  
la patience d'établir ce travail.*

*Je tiens à remercier vivement mon promoteur **Pr. M. Retima** qui a  
dirigé l'ensemble de mon travail.*

*Je tiens également à remercier les membres du jury qui ont  
accepté d'évaluer ce modeste travail.*

*Sans oublier tous les enseignants ayant contribué à notre  
formation de l'école primaire jusqu'à la dernière année d'études.  
Enfin, je voudrais adresser mes vifs remerciements à tous ceux et  
celles, de près ou de loin, qui m'ont aidé à élaborer ce mémoire.*



## Résumé

De nombreux alliages de structure doivent leurs propriétés mécaniques à la présence de précipités inter ou intragranulaires. Ainsi les superalliages à base nickel, de matrice austénitique sont souvent renforcés par des précipités de phases intermétalliques ordonnées. L'alliage Udimet 500 est un superalliage à base de Nickel riche en Cobalt, tel que on trouve la phase durcissante  $\gamma'$  de structure  $L1_2$  (cubique simple) et ses dérivées ( $\gamma''$ ,  $\gamma'''$ ). Le rôle des précipités  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  sur les propriétés macroscopiques de l'alliage est connu et largement utilisé en contexte industriel. Cependant les mécanismes de précipitation et de transformation de ces précipités ne sont toujours pas complètement élucidés, ce qui a motivé ce travail.

La microstructure de l'alliage a été caractérisée par microscopie optique (MO) et électronique à balayage (MEB), dans l'état de réception et après des traitements thermiques. Différents états de précipitation ont été obtenus à l'aide de traitements thermiques basés sur les traitements standards disponibles dans la littérature. Les observations en MEB ont permis de révéler les précipités des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  durcissantes distribuées dans la matrice  $\gamma$ .

**Mots clefs :** Udimet 500, précipitation, microscopie électronique à balayage, traitement thermique.

## Abstract

Many alloys of structure owe their mechanical properties with the presence of precipitates inter or intragranular. Thus, the nickel-base superalloys, with austenitic matrix are often reinforced by precipitates of ordered intermetallic phases. The Udimet 500 alloy is a nickel-base superalloy rich by Cobalt, such as one finds the phase durcissante  $\gamma'$  structure  $L1_2$  (cubic simple) and its derivative ( $\gamma''$ ,  $\gamma'''$ ). The role of the precipitates  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  on the macroscopic properties of alloy is known and largely used in industrial context. However the mechanisms of precipitation and transformation of these precipitates still are not completely elucidated, which justified this work.

The microstructure of alloy was characterized by optical microscopy (MO) and electronics with sweeping (MEB), in the state of reception and after heat treatments. Various states of precipitation were obtained using heat treatments based on the standard treatments available in the literature. The observations in MEB allowed revealed precipitates of the phases  $\gamma'$  and  $\gamma''$  durcissantes distributed in the  $\gamma$  matrix.

**Key words:** Udimet 500, precipitation, electronic scan microscopy, heat treatment.



## List des figures

Figure	Page
Figure 1 : Structures cristallines des phases $\gamma$ et $\gamma'$ .	06
Figure 2 : Diagrammes de phase ternaire Ni-Ti-Al.	07
Figure 3 : Schéma de la structure d'un superalliage.	10
Figure 4 : Étapes du traitement thermique Creep Resistant (CR).	12
Figure 5 : Images des aubes au niveau de MEI/Sonelgaz.	15
Figure 6 : Polisseuse hitech europe.	16
Figure 7 : Four de traitement thermique Nabertherm GmbH utilisé.	17
Figure 8 : Observation de la taille de grain.	20
Figure 9 : Observation de la précipitation $\gamma'$ intragranulaire.	21
Figure 10 : Observation de la précipitation $\gamma'$ tertiaire intragranulaire.	21
Figure 11 : Observation de la précipitation avant les traitements de vieillissement.	22
Figure 12 : Observation de la précipitation $\gamma'$ intergranulaire.	22
Figure 13 : Echantillon ayant subi au traitement thermique.	23
Figure 14 : Echantillon ayant subi le traitement final (765°C / 9000h) (MEB).	23

## Liste des tableaux

Figure	Page
<b>Tableau 1</b> : Les conditions de traitement thermiques appliquées à l'Udimet 500.	11
<b>Tableau 2</b> : Composition chimique nominale du matériau d'étude.	14
<b>Tableau 2</b> : Tableau récapitulatif des traitements thermiques appliqués sur l'U500.	16
<b>Tableau 3</b> : Traitements thermiques possibles sur l'Udimet 500	19



# *Introduction Générale*



Le développement des machines thermiques pour la production d'énergie (turbines à vapeur puis à gaz) dès la fin du 19ème siècle a entraîné le développement d'alliages métalliques pouvant tenir à haute température. L'addition d'Aluminium puis de Titane dans le Nickel au cours des années 1920-1930 a été le début de la grande aventure des superalliages base Ni. L'industrie des turbines aéronautiques naissante avant la 2ème guerre mondiale a constitué un formidable essor pour ces matériaux. Dans les années 50, la mise au point de nouveaux outils de caractérisation (microscope électronique ...) ainsi que de moyens d'élaboration performants (four sous vide...) a permis d'une part de comprendre les modes très spéciaux de durcissement à chaud de ces alliages et d'autre part de mettre au point des nuances toujours plus performantes. Un large spectre de température d'emploi a pu être défini par la mise en œuvre de compositions pour alliages de fonderie destinés aux hautes températures et d'alliages corroyés présentant de très haute résistance. Les années 60-70 se sont révélées un véritable âge d'or pour ces matériaux avec les travaux de nombreux métallurgistes et la mise sur le marché de compositions toujours utilisées comme Udimet 500 ou le Waspaloy. La possibilité de pousser ces matériaux vers les plus hautes températures pour ceux mis en œuvre par voie coulée ou vers les résistances très élevées pour les nuances corroyées ne s'est pas démentie durant les dernières décennies et aujourd'hui encore, des nouvelles compositions d'alliages pour solidification monocristalline ou pour mise en œuvre par voie forgeage, qu'ils s'agissent d'alliages conventionnels comme le Inconel, Udimet ou d'alliages élaborés par métallurgie des poudres comme le N19.

De nombreux traitements thermiques ont été appliqués à l'alliage pour évaluer l'effet de la température de mise en solution, des conditions de refroidissement et de la température de revenu sur la taille de grain et sur la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ . L'observation des microstructures en microscopie électronique à balayage a permis d'évaluer l'effet des différentes étapes du traitement thermique sur les caractéristiques microstructural de l'alliage.

### **Problématique**

Le superalliage à base de nickel que nous avons étudié, est utilisé pour la fabrication des aubes de turbine dont la provenance est la MEI/SONELGAZ de M'Sila.

Le traitement thermique, joue un rôle important, car il conditionne la stabilité des phases. Il a une influence sur la structure, sur les propriétés mécaniques et sur la corrosion. Nous avons appliqué le même traitement thermique que celui préconisé pour l'Udimet 500 (alliage proche de notre superalliage), utilisé dans la fabrication des aubes de turbine terrestres.



De nombreux traitements thermiques ont été appliqués à l'alliage pour évaluer l'effet de la température de mise en solution, des conditions de refroidissement et de la température de revenu sur la taille de grain et sur la taille et la distribution des précipités  $\gamma'$ . L'observation des microstructures en microscopie électronique à balayage a permis d'évaluer l'effet des différentes étapes du traitement thermique sur les caractéristiques microstructurales de l'alliage.

Les effets des paramètres du traitement thermique tels que la température de remise en solution, la vitesse de refroidissement et la température de vieillissement ont été étudiés et ont conduit à la définition d'un traitement thermique optimisé utilisé.

En optimisant la microstructure du notre superalliage en jouant sur les paramètres de traitement thermique pour améliorer les propriétés de l'alliage.

Une bonne compréhension des relations entre les paramètres de traitement thermique et la microstructure, d'une part, et, des relations entre la microstructure et les propriétés, d'autre part, est donc nécessaire.

La structure et la microstructure des superalliages dépendent beaucoup des traitements thermiques appliqués. Le choix d'un type de traitement conditionnant les propriétés (dureté, résistance à la rupture et à la corrosion). Ces propriétés proviennent de la coexistence de deux phases : La matrice  $\gamma$  est une solution solide désordonnée de structure CFC, dans laquelle précipite de façon cohérente une phase  $\gamma'$  ayant une structure chimiquement ordonnée. En plus du durcissement de solution solide dans la matrice  $\gamma$ , les précipités vont avoir un effet de durcissement structural au cours d'un essai mécanique. Les propriétés mécaniques de ces matériaux dépendent donc fortement de la morphologie des précipités  $\gamma'$  et donc de la microstructure de l'alliage.



# *Synthèse Théorique*

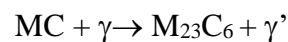




## 1- Les Superalliages

Les superalliages à base de Nickel sont couramment employés dans l'industrie aéronautique, et énergétique, plus spécifiquement dans la fabrication des aubes de turbines pour les réacteurs d'avions, et pour les turbines à gaz. Pour ce type de moteurs, les exigences sont très sévères, notamment en termes de propriétés mécaniques, de tenue à la température et de résistance à l'oxydation et à la corrosion.

Les superalliages à base de nickel et riche en cobalt doivent leur dureté à chaud (fluage) à la présence d'une forte fraction volumique (de l'ordre de 60%) de précipités  $\gamma'$  de composition,  $(Ni,Co)_3(Al,Ti)$  de structure CFC en cohérence avec la matrice  $\gamma$ , de structure CFC également, à base de Ni, parfois de Co, et également riche en Cr, Mo, W et avec peu d'Al et de Ti en solution solide. D'autres précipités, carbures primaires MC (TiC, NbC, MoC...) et carbures secondaires  $M_{23}C_6$  ( $Cr_{23}C_6$ ) se répartissent dans les grains et les joints de grains [01, 02]. Pendant le traitement thermique, les carbures primaires se décomposent suivant :



L'Al et le Ti entrent dans la formation des précipités  $\gamma'$  qui renforcent le matériau, ce sont des additions essentiels dans la composition chimique des superalliages. La fourchette de composition en Al et en Ti est limitée par l'apparition possible d'une phase dite  $\eta$ , qui fragilise l'alliage et provoque un abaissement notable de ces caractéristiques mécaniques [03].

La composition du superalliage que nous avons étudié (voir tableau) et qui est utilisé dans la fabrication des aubes de turbines à gaz, montre qu'il est riche en cobalt (18 %).

## 2- Éléments d'alliage

Le traitement thermique et les processus de production optimisent les propriétés mécaniques des superalliages. En parallèle, la composition chimique du superalliage est très importante pour fournir les propriétés souhaitées. Les superalliages contiennent une variété d'éléments combinés en accord avec le processus de vieillissement, d'usinage et l'utilisation finale de la pièce.

Les superalliages de nickel contiennent généralement des précipités intermétalliques et des carbures qui se produisent au cours du traitement de vieillissement. Ces précipités intermétalliques déterminent les propriétés mécaniques du superalliage.



Les résultats des études expliquent l'influence de la précipitation sur les propriétés mécaniques et la limite d'élasticité apparente ou la dureté, en considérant la taille des grains et le type de précipités.

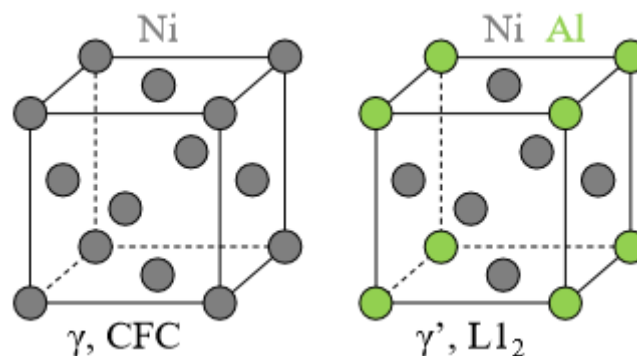
Les propriétés physiques, la conductivité électrique, la conductivité thermique et la densité des superalliages sont influencées par les éléments d'alliage et par les processus de traitement de vieillissement qui contrôlent les propriétés polycristallines et l'orientation des grains.

### 2.1- Phase gamma

La phase gamma,  $\gamma$ , est l'élément principal de tous les superalliages et la phase austénitique de la matrice. Cette phase est durcie par solution solide et par les précipités de la phase gamma prime ( $\gamma'$ ) et du carbure. La phase gamma est cubique à faces centrées (CFC) et la maille cubique comporte une distribution aléatoire de différents atomes [04].

### 2.2- Phase gamma prime

La phase gamma prime ( $\gamma'$ ) est cubique à faces centrées d'une structure cristalline géométriquement compacte et très stable de  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , de  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  ou de  $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ . La maille cubique contient des atomes de Nickel aux centres des faces et des atomes d'Aluminium ou de Titane aux coins du cube. Parfois, par substitution des éléments, le Nickel est remplacé par le Cobalt, le Chrome ou le Fer et l'Aluminium est remplacé par le Fer.



**Figure 1** : Structures cristallines des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .

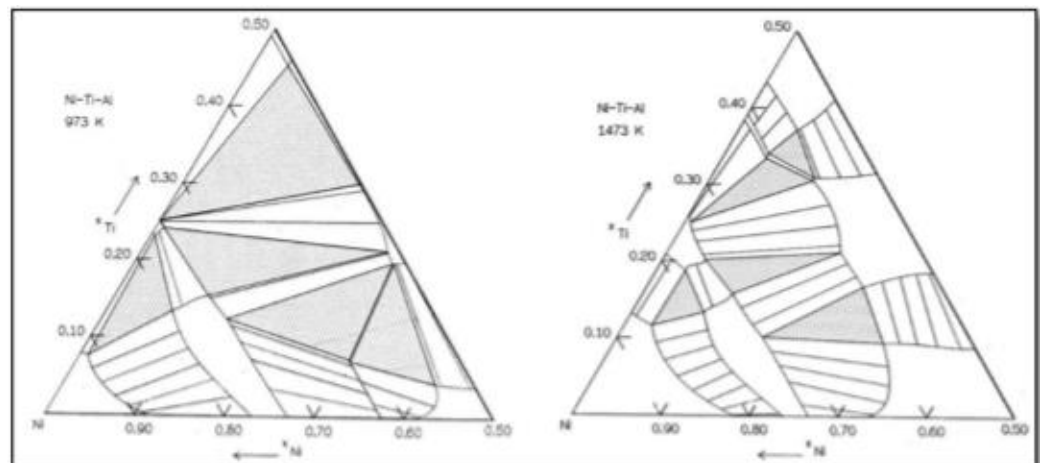
Le réseau cristallin de la phase gamma prime est très similaire à celui de la matrice et donc, deux phases gamma et gamma prime sont cohérentes. La variation de teneur en Molybdène et le rapport quantitatif entre l'Aluminium et le Titane changent la morphologie de la phase gamma prime et affectent la cohérence entre les deux phases gamma et gamma prime. Dans certains superalliages le facteur d'inégalité des réseaux cristallins est trop élevé et, par conséquent, l'exposition de matériaux



à haute température finira par la transformation de la phase gamma prime en phases indésirables  $\epsilon$  ( $\eta$ ) ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ), ou delta ( $\delta$ ) ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) [05].

La fraction volumique, la taille et la distribution de la phase gamma prime sont les paramètres les plus importants pour contrôler les propriétés des superalliages. La phase gamma prime est principalement responsable de la résistance du matériau à la température élevée et à la déformation microstructurale par fluage. Illustrée dans les diagrammes de phase ternaire de la figure 2, la quantité de la phase gamma prime dépend de la composition chimique et de la température de traitement du vieillissement.

**Figure 2 :**  
Diagrammes de  
phase ternaire Ni-  
Ti-Al [04].



### 2.3- Précipités de carbures

La précipitation de carbure en différentes formes,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{M}_6\text{C}$  et  $\text{MC}$ , se présente avec l'augmentation de la température entre  $760^\circ\text{C}$  et  $980^\circ\text{C}$ . Également, les précipités de carbure se forment comme une couche continue sur les joints de grains à une température d'un peu moins de  $600^\circ\text{C}$ .

### 3- Propriétés mécaniques des superalliages

Les résultats des évaluations scientifiques, dans plusieurs références, affirment que la résistance à la traction, la résistance au fluage, la limite d'élasticité et la limite de rupture des superalliages augmentent par la présence de phase gamma prime de  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  et  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$  et par la présence des précipités intermétalliques. Le rapport quantitatif entre l'Aluminium et le Titane ainsi que la taille des grains et le grossissement des précipités affectent les résistances et les propriétés mécaniques des superalliages. Ainsi, le processus de traitement thermique et de vieillissement contrôle la taille des grains et le grossissement des précipités.

## 4- Traitements thermiques des superalliages

Dans le cas des superalliages, les traitements thermiques interviennent à tous les stades de la mise en œuvre. Ils permettent de modifier, de façon contrôlée, certains paramètres tels que la qualité du produit fini, les propriétés mécaniques et microstructurales du matériau, ainsi que l'homogénéité chimique des produits obtenus. Avant d'aborder la description des traitements thermiques utilisés dans ce projet, il convient de rappeler les modes de durcissement des superalliages base nickel.

### 4.1- Modes de durcissement des superalliages :

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

- Le durcissement par précipitation de phase ordonnée  $\gamma'$  est le mode de durcissement majeur des alliages base nickel. La taille, la morphologie et la répartition des précipités pour une fraction volumique donnée vont conditionner les propriétés du matériau, particulièrement la limite d'élasticité, le durcissement par écrouissage, la rupture, la tenue en fatigue et la vitesse de fissuration, mais aussi le fluage. Les microstructures obtenues dépendent du choix des températures de traitement, de la vitesse de refroidissement lors de la trempe et de la durée des traitements de précipitation.

- La précipitation des carbures et borures s'effectue surtout aux joints de grains afin d'en améliorer l'ancrage. Ces éléments sont généralement insensibles aux traitements thermiques et n'engendrent pas de risque de brûlure, c.-à-d. de fusion locale de la matrice qui les entoure.

- Le durcissement par effet de solution solide est obtenu par distorsion du réseau cristallin par substitution au nickel d'atomes lourds tels que le tungstène ou le molybdène, de grands diamètres et de faibles vitesses de diffusion dans le nickel.

### 4.2- Mise en solution :

L'objectif de ce traitement thermique est de mettre en solution la phase durcissante  $\gamma'$  précipitée parfois de façon incontrôlée lors de l'élaboration du matériau. En faisant varier les paramètres de ce traitement, on est ainsi capable de contrôler le taux et la distribution des précipités  $\gamma'$  et ainsi de préparer le matériau au traitement de vieillissement qui lui donnera les caractéristiques mécaniques et microstructurales voulues.



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

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

b. Influence de la vitesse de refroidissement :

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

 L'hypertrempe :

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

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

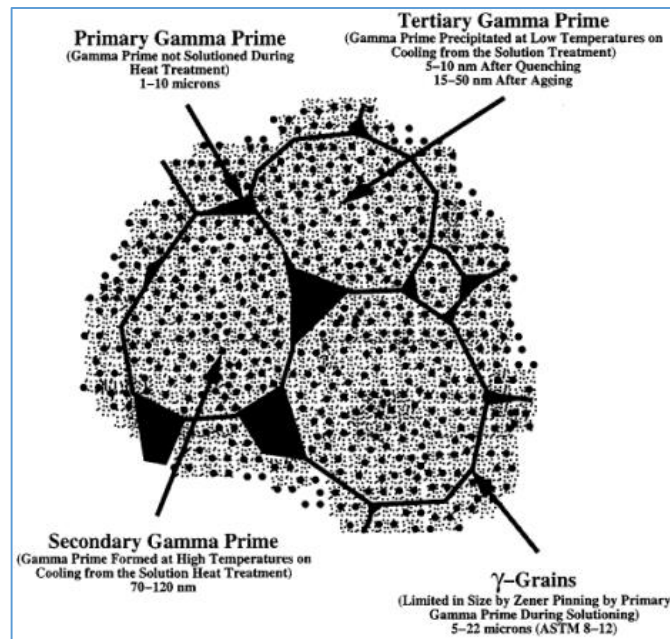


### 4.3- Vieillessement :

Ces traitements ont pour but de précipiter le maximum de fraction volumique de phases durcissantes et d'optimiser leur morphologie (fig. 3). Les objectifs sont l'obtention de précipités stables permettant un usage de longue durée en températures et sous contraintes élevées. L'augmentation du taux de phase  $\gamma'$  dans le matériau permet en outre d'augmenter ses propriétés mécaniques, en particulier sa dureté. Ces traitements interviennent en complément d'un traitement thermique de mise en solution.

La précipitation de la phase  $\gamma'$  est gouvernée, en partie, par l'histoire thermomécanique du matériau et, dans le cas des superalliages évolués, par la vitesse de refroidissement. La formation de la phase  $\gamma'$  s'effectue en 2 étapes : précipitation proprement dite et coalescence. De même que pour la mise en solution, les paramètres ajustables des traitements thermiques de vieillissement sont la température, le temps de maintien en température et le mode de refroidissement. Les traitements de vieillissement compris entre 800°C et 1050°C permettent la précipitation d'un grand nombre de particules  $\gamma'$  stables.

Le but de ces traitements de vieillissement est bien entendu de maîtriser la précipitation de la phase  $\gamma'$  afin de conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées.



**Figure 3** : Schéma de la structure d'un superalliage.

#### 4.4- Stabilisation :

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

#### 5- Les traitements spécifiques au l'Udimet 500

Pour les Udimet500 utilisés pour la fabrication des aubes de turbines à gaz, le traitement thermique le plus employé industriellement consiste en une remise en solution à 1150°C pendant 4 heures suivie de deux revenus de précipitation de la phase  $\gamma'$ . Ce type de traitement donne des propriétés optimales de dureté et de résistance à la rupture, mais entraîne, d'après, une susceptibilité à la corrosion inter-granulaire.

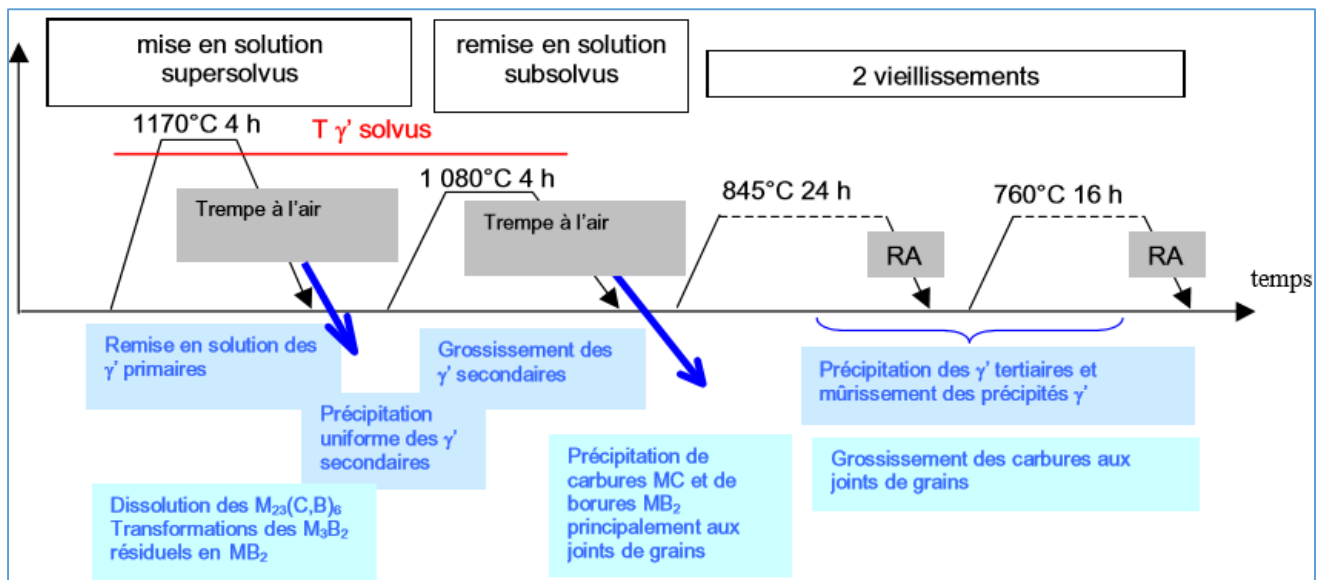
**Tableau 1 :** Les conditions de traitement thermiques appliquées à l'Udimet 500 [06].

No.	Mise en solution	Vieillessement de première précipitation	Vieillessement de deuxième précipitation
1*	1150°C / 4 h (RA)	1080°C / 4 h (RA)	760°C / 16 h (RA)
2	1150°C / 4 h (RA)	1080°C / 4 h (RA)	760°C / 24 h (RA)
3	1150°C / 4 h. (RA)	1080°C / 4 h (RA)	800°C / 16 h (RA)
4	1150°C / 4 h (RA)	1080°C / 4 h (RA)	800°C / 24 h (RA)
5	1150°C / 4 h (RA)	1080°C / 4 h (RA)	840°C / 16 h (RA)
6	1150°C / 4 h (RA)	1080°C / 4 h (RA)	840°C / 24 h (RA)

\* Condition standard du Traitement thermique.

Les traitements thermiques de l'Udimet500 sont approximativement similaires aux traitements de l'Udimet 720 décrits dans la figure 4 qui a une composition chimique proche. Le traitement de Creep Resistant (CR) conduisant un matériau à gros grains optimisé pour le fluage.





**Figure 4 :** Étapes du traitement thermique Creep Resistant (CR) [07],  
RA ; refroidissement à l'air.

### 6- Les traitements thermiques pour l'obtention de structure cuboïde

Après les traitements de mise en solution et de vieillissement les intermétalliques  $\gamma'$  sont précipitées avec petit taille et de forme sphérique donc il faut soumis les superalliages à des autres traitements de long terme de maintien atteint de 1000 heures jusqu'à 2500 heures avec des températures entre 900 °C et 1000 °C pour le résultat des précipitées cuboïdes, de taille approximativement grande et de fraction volumique de pourcentage supérieur à 40 % et inférieur à 60 %.





# *Etude Expérimentale*



## 1. Composition chimique

**Tableau 2 :** Composition chimique nominale du matériau d'étude.

	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Fe
U500	Le reste	15.0-20.0	13.0-20.0	3.0-5.0	2.5-3.3	2.5-3.3	0.0-4.0
Valeurs mesurées	55,33	16,50	16,77	3,51	2,94	3,01	0,29

En plus du Nickel, qui est considéré comme élément de base, on trouve le Cobalt qui joue un rôle important dans les propriétés du fluage à haute température en réduisant la solubilité de l'Aluminium et du Titane dans la matrice ce qui augmente la proportion de  $\gamma'$  [08], et durcit cette même phase par l'augmentation de la température du solidus [09]. Il augmente également la solubilité du carbone dans la matrice  $\gamma$ , ce qui permet de réduire les carbures [10]. Il participe aussi au durcissement de la matrice du superalliage en réduisant l'énergie de faute d'empilement [11].

Le Chrome est nécessaire pour la résistance à la corrosion, par ailleurs, il joue un rôle dans l'interaction entre matrice et précipités [12], toutefois un excès de cet élément conduit à une chute des propriétés mécaniques.

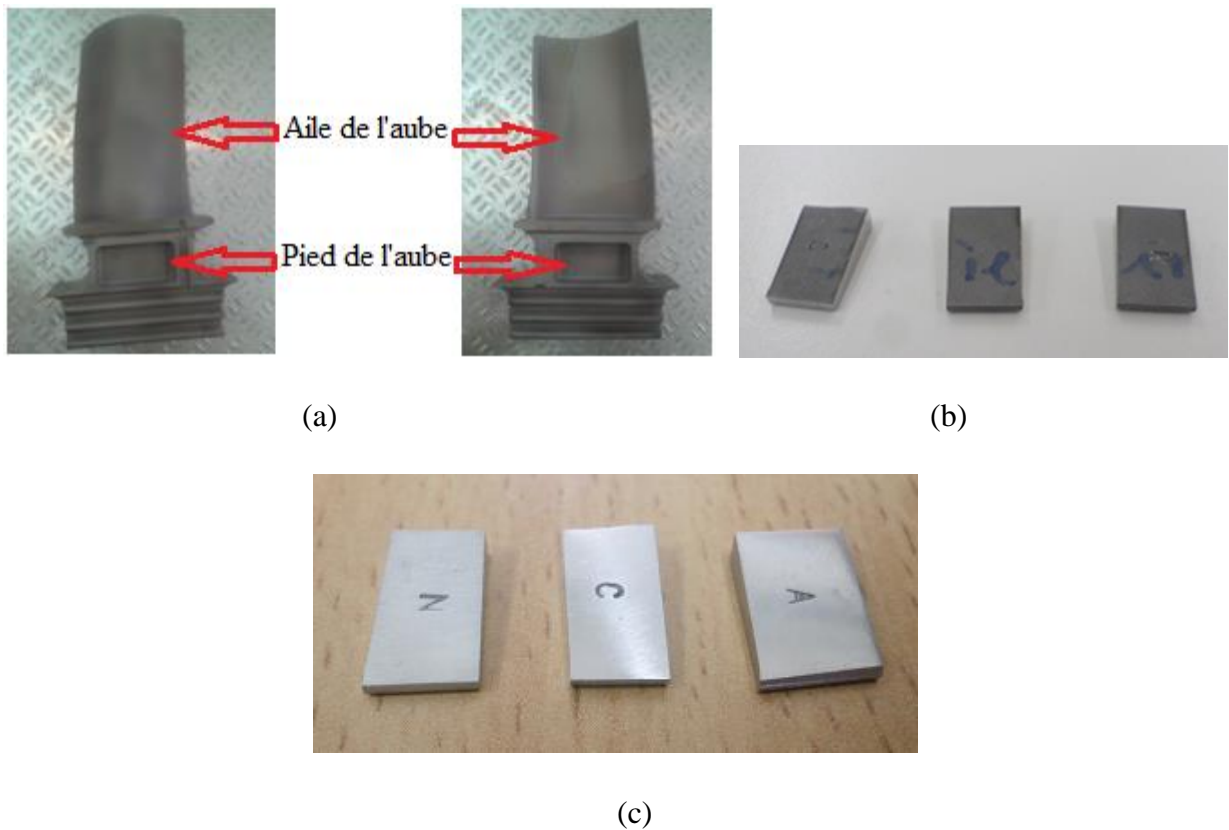
L'addition des métaux lourds tels que le Molybdène et le Tungstène permet d'améliorer la résistance mécanique des superalliages par effet de solution solide. Le durcissement observé est dû principalement à la différence de taille des atomes en solution.

Le Carbone est considéré comme un agent complexe, car il se combine à la plupart des éléments métalliques dans la formation des différents carbures, toutefois son pourcentage ne dépasse pas les 0,2% poids dans la plupart des superalliages.

## 2. Prélèvement des échantillons

Des petits échantillons ont été découpés à l'aide d'une tronçonneuse (fig. 5.b) à partir d'une aube de turbine à gaz (fig. 5.a), aussi on a enlevé le revêtement (fig. 5.c) pour nous permet d'éviter toute problème de confusion causé par celui-ci.





**Figure 5 :** Images des aubes au niveau de MEI/Sonelgaz.

(a) Aube complète, (b) Echantillons découpées (Aile), (c) Après enlèvement du revêtement.

### 3. Préparation de la surface

Les échantillons de réception et après chaque traitement thermique ont subi un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse de type hitech europe MP series (fig. 6) tournant de 75 à 600 tours/min sur lequel est collé un papier abrasif. Le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 400, 600, 800, 1000, 1200, 2000 et 4000. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre décroissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90° afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent. Sur chaque papier, on maintient en contact l'échantillon pendant 2 à 3 minutes. Pour la finition, nous avons utilisé une suspension d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (1 $\mu\text{m}$ ) dispersée sur un papier feutre.



**Figure 6 :** Polisseuse hitech europe.

#### 4. Les traitements thermiques

Le traitement thermique retenu est celui utilisé pour les superalliages industriels de composition chimique proche de celle de l'Udimet 500. Le travail consiste à faire des traitements thermiques en suivant les traitements standards de l'Udimet500 qui sont synthétisés dans le tableau 2. Des échantillons ont été prélevés après chaque étape du traitement thermique dans le but de voir l'effet de ce dernier sur la structure et la microstructure.

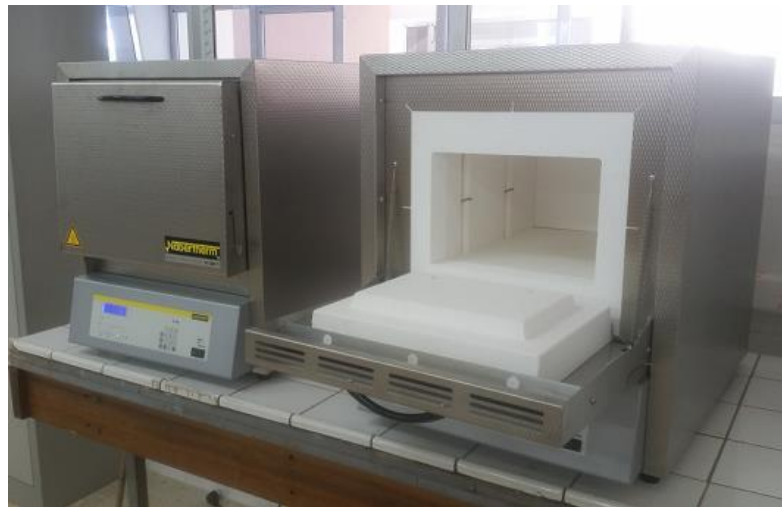
**Tableau 3 :** Tableau récapitulatif des traitements thermiques appliqués sur l'U500.

Le traitement	Température (°C)	Temps de maintien (h)	Type de refroidissement
Recuit (1)	1150	4	Refroidissement à l'air
Mis en solution (2)	1080	4	Refroidissement à l'air
Première vieillessement (3)	845	24	Refroidissement à l'air
Deuxième vieillessement (4)	765	16	Refroidissement à l'air

#### Four du traitement

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

Les différents traitements ont été effectués dans un four électrique à sole qui permet d'atteindre la température maximale de 1200 °C. La régulation de la température et de la vitesse de chauffe est assurée par un régulateur électronique, montré dans la figure 7.



**Figure 7 :** Four de traitement thermique Nabertherm GmbH utilisé.

## *Résultats et Interprétation*



## Influence des traitements thermiques

Le traitement thermique des superalliages, joue un rôle important, car il conditionne la stabilité des phases. Il a une influence sur la structure et les propriétés mécaniques (tels que dureté, fluage, résistance à la rupture) et sur la corrosion.

Le traitement thermique consiste en général en une seule remise en solution dans la matrice austénitique  $\gamma$  des différentes phases à une température comprise entre 1040-1230°C.

Par effet d'homogénéisation, elle prépare la matrice à la précipitation uniforme de  $\gamma$  durant les traitements des revenus. Une série de revenus est ensuite entreprise, pour précipiter et développer les majeures phases de durcissement. Pour la résistance au fluage, la précipitation de  $\gamma'$  se fait entre 840°C-1100°C [13].

Pour les Udimet 500 utilisés pour la fabrication des aubes de turbines à gaz, le traitement thermique le plus employé industriellement consiste en une remise en solution à 1080°C pendant 4 heures suivie de deux revenus à 845°C pendant 24 heures et à 765°C pendant 16 heures [14] (voir tableau 3). Ce type de traitement donne des propriétés optimales de dureté et de résistance à la rupture [13], mais entraîne, d'après [14], une susceptibilité à la corrosion inter granulaire.

**Tableau 4 :** Traitements thermiques possibles sur l'Udimet 500.

Traitement thermique	T °C / temps	Refroidissement	Remarques
<b>Recuit de solubilisation</b>	1080 °C / 4h	Huile, air	Insérer en solution solide les éléments d'alliage
<b>Vieillessement</b>	845°C / 24h	air	Pour meilleure résistance à la fatigue et au fluage à haute température et de résistance à la rupture.
<b>Vieillessement</b>	765°C / 16h	air	Pour une grande résistance à la traction et au fluage à basse et haute température

Pour remédier à cela, [13] et [14], proposent le traitement suivant : 1075°C / 4 h + 765°C + 845°C / de 24 h à 100 h et concluent que ce traitement produit un minimum de dureté et que cette

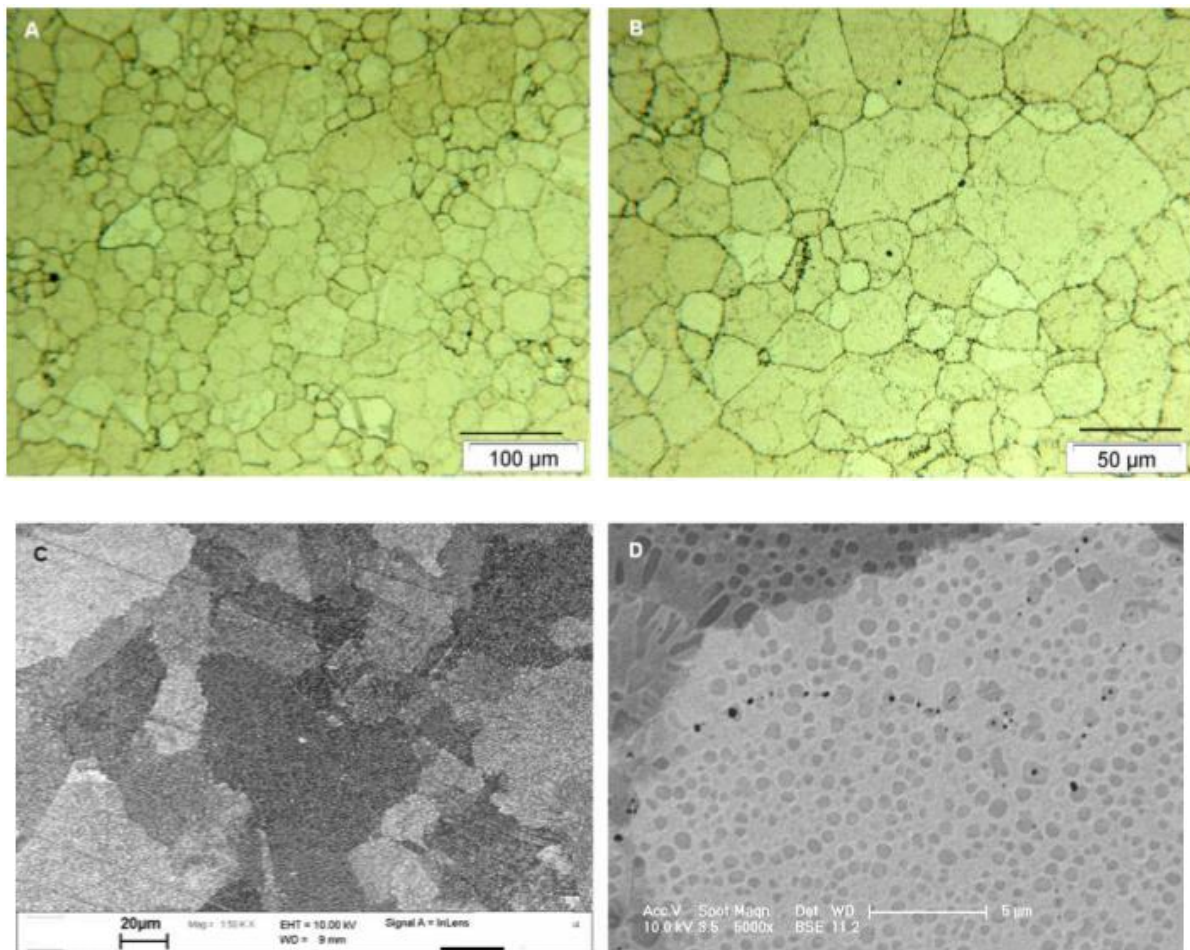


chute de dureté est en corrélation avec la formation de zones libres de carbures secondaires du type  $M_{23}C_6$  ce qui provoque une chute sensible à la tenue à la corrosion inter-granulaire.

Tous les traitements ont été conduits dans un four à sole. Tous d'abord, un recuit de 4h à 1150°C suivi d'une trempe pour figer la solution solide  $\gamma$ . C'est un recuit de remise en solution dans la matrice austénitique  $\gamma$  des différentes phrases.

### 1. Taille de grain

Une fois le traitement thermique entièrement réalisé, la microstructure a été observée par microscopie optique après attaque chimique et par MEB en mode BSE (Back Scattered Electron ; électron rétrodiffusé) (figure 8). On constate de nombreux gros grains d'environ 50-80  $\mu\text{m}$  ainsi que des grains plus fins d'environ 20  $\mu\text{m}$ .



**Figure 8 :** Observation de la taille de grain. Images A et B, observation au microscope optique, image C et D en MEB.

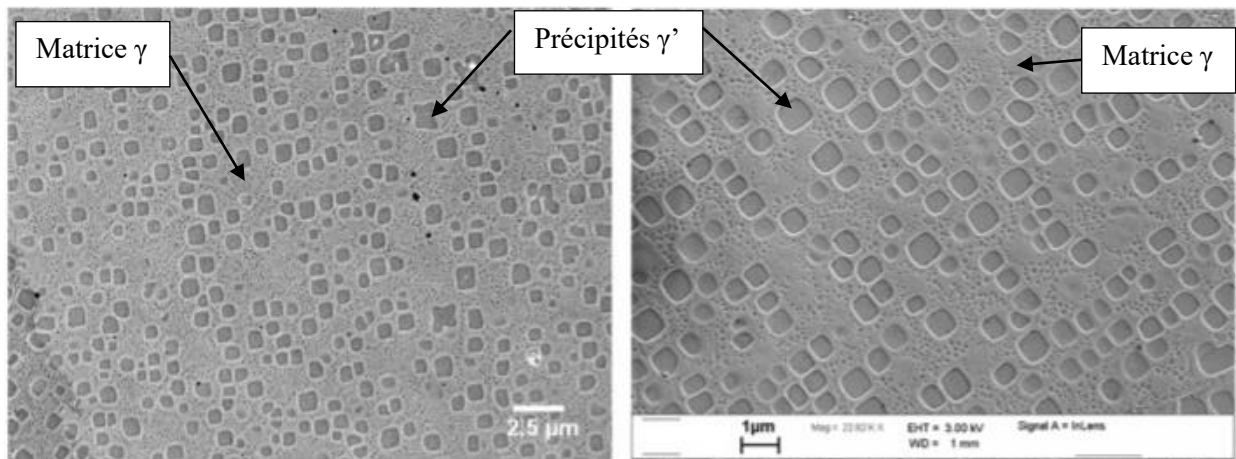


## 2. Précipitation $\gamma'$

### 2.1 Précipitation $\gamma'$ intragranulaire

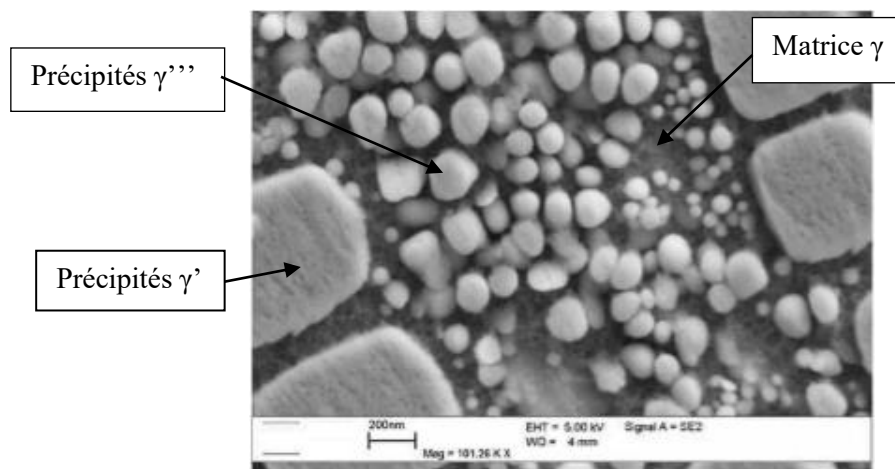
La figure 9 montre la répartition homogène de  $\gamma'$  dans la matrice après traitement de mise en solution. Ensuite, un premier revenu de précipitation initiale de 24 heures à 845°C destiné à la croissance des précipités  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) et à la précipitation des carbures dans les joints de grains.

L'observation de la précipitation  $\gamma'$  révèle deux populations de précipités que l'on appellera « secondaire » et « tertiaire », qualificatifs choisis en fonction du moment d'apparition au cours du traitement thermique. Les précipités  $\gamma'$  secondaires sont de forme cubique et ont germé pendant le refroidissement. Les précipités tertiaires, plus petits et de forme sphérique, sont apparus lors de la trempe rapide qui suit la remise en solution partielle à 1150°C.



**Figure 9 :** Observation de la précipitation  $\gamma'$  intragranulaire.

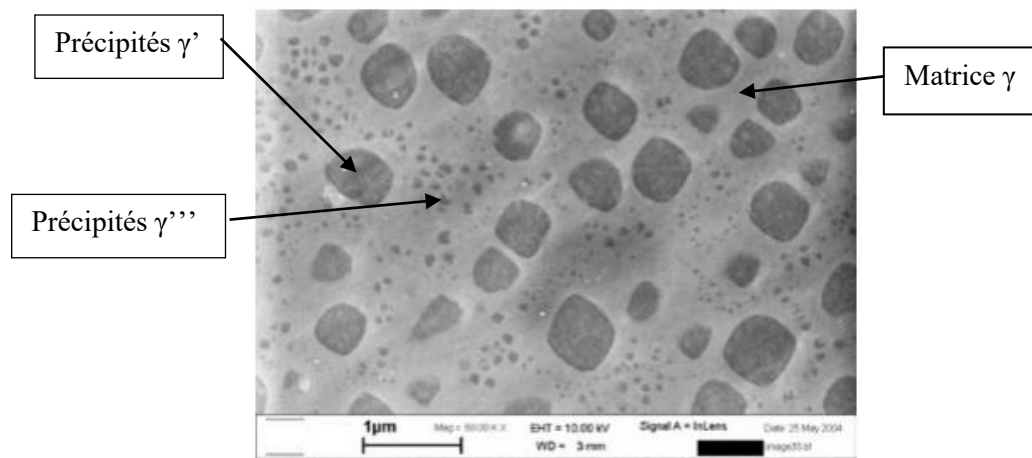
Cette image (fig. 10) représente la précipitation tertiaire à fort grossissement.



**Figure 10 :** Observation de la précipitation  $\gamma'$  tertiaire intragranulaire.

## 2.2 Effets des traitements de vieillissement sur la précipitation $\gamma'$

La figure 9 représente la précipitation obtenue après le traitement thermique à 1150°C, on remarque que les deux populations de précipités sont déjà présentes.

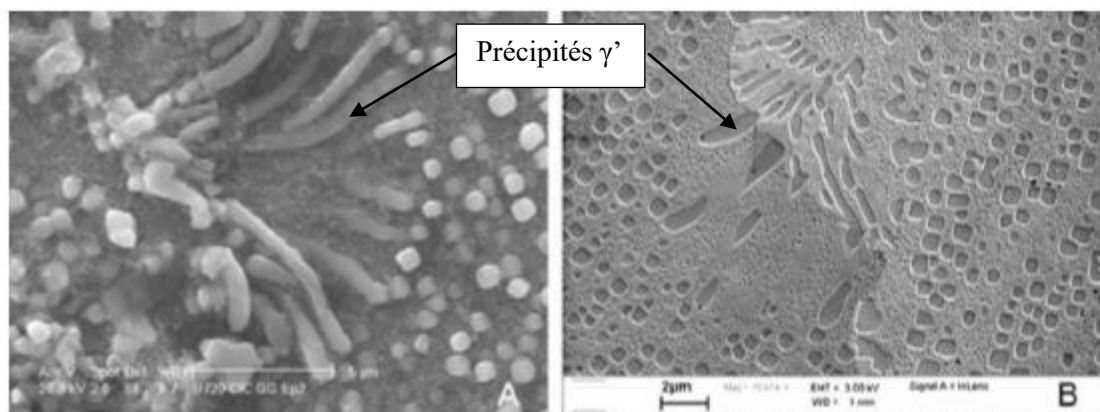


**Figure 11 :** Observation de la précipitation avant les traitements de vieillissement.

On observe la coalescence des deux populations de précipités  $\gamma'$  pendant les traitements de vieillissement.

## 2.3 Précipitation intergranulaire

La diffusion étant généralement plus rapide aux joints de grains, certains précipités  $\gamma'$  localisés aux joints de grains ont coalescé plus rapidement et possèdent une taille supérieure au micron (figure 10).

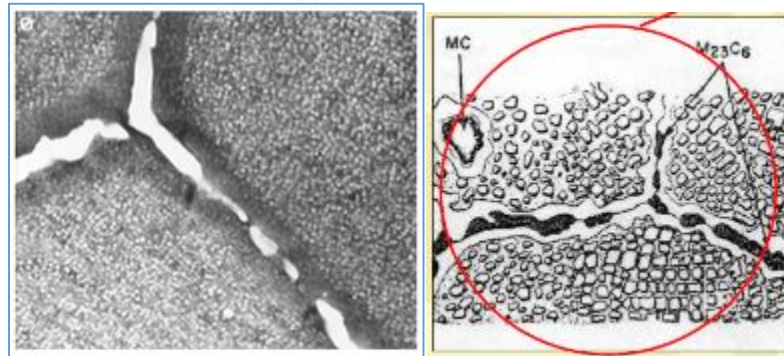


**Figure12 :** Observation de la précipitation  $\gamma'$  intergranulaire.

Les précipités secondaires sont plus gros et moins nombreux, laissent de grandes surfaces où seule la précipitation tertiaire est présente. On remarque également au niveau de certains joints de grains, de longs précipités de plusieurs microns.

### 3. Précipitation des carbures

La figure 11 présent en MEB montrent la précipitation des carbures dans les joints de grains après le traitement final.

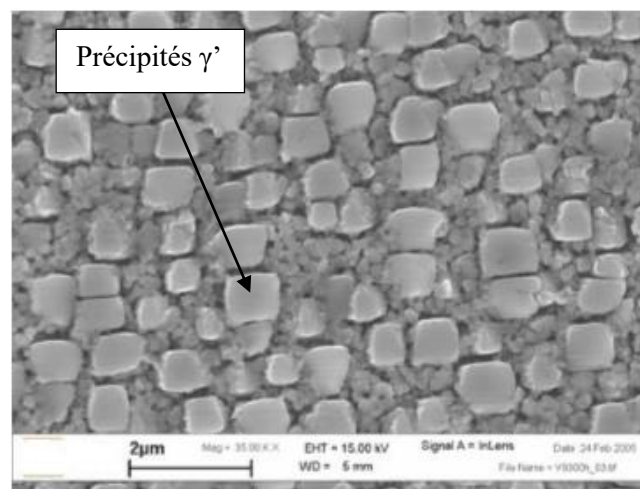


**Figure 13 :** Echantillon ayant subi au traitement thermique, On remarque la forte précipitation des carbures dans les joints de grains (MEB).

### 4. Vieillissement à 765°C à long terme

L'objectif du vieillissement thermique est de vérifier la stabilité thermique de la microstructure du matériau.

Des échantillons du matériau étudié ont été placés dans un four à 765°C pour une durée atteignant 9000 h. La figure 12 montre l'état de la précipitation obtenu.



**Figure 14 :** Echantillon ayant subi le traitement final (765°C / 9000h) (MEB) [15].

On remarque la précipitation de la phase  $\gamma'$  de formes cuboïdes.

### Synthèse des résultats

Nous avons abordé les différentes étapes du traitement thermique qui influencent deux paramètres clés des propriétés microstructurales et par-delà, les propriétés mécaniques : la taille de grain ainsi que la taille et la distribution des populations de précipités  $\gamma'$  des superalliages base nickel, notamment Udimet 500.

Les résultats exposés ici s'appuient d'une part sur ceux présents dans la littérature, d'autre part sur l'étude réalisée à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie

- Une microstructure fortement maclée et fortement hétérogène
- Une taille de grain relativement homogène même si des zones de gros grains sont observées localement,
- Des précipités  $\gamma'$  primaires majoritairement intergranulaires et intragranulaires,
- Des précipités  $\gamma''$  secondaires de forme sphérique à cuboïde,
- Des précipités  $\gamma'''$  tertiaires sphériques entre les précipités secondaires.

En fonction de la vitesse de refroidissement, on observe une évolution de la taille et de la morphologie des  $\gamma''$  secondaires, plus la vitesse de traitement est lente, plus la taille des précipités secondaires est grande.



## *Conclusion Générale*



La composition chimique de notre superalliage a été déterminée à l'aide du système d'analyse EDAX du MEB. On a pu, en fonction de ces résultats, le classer dans la famille des Udimet 500. Nous avons appliqué le même traitement thermique que celui préconisé pour l'Udimet 500, également utilisé dans la fabrication des aubes de turbines à gaz.

L'analyse et la caractérisation de la microstructure par microscopie optique et la microscopie électronique à balayage nous a permis d'étudier l'effet des traitements thermiques sur la formation et la précipitation des différentes phases présentes dans notre superalliage.

Le traitement préconisé est une remise en solution solide des précipités  $\gamma'$  à 1080 °C /4h, et deux vieillissements ; 845°C / 24h et à 765 °C / 16h.

L'observation de la structure à l'aide des microscopes optique et électronique à balayage des échantillons pris après chaque étape du traitement thermique a révélé la présence quasi-permanente des carbures primaires au cours du traitement, leur répartition aléatoire.

On a observé une grande précipitation des carbures secondaires dans les joints de grains. La microstructure observée en MEB a montré la précipitation des  $\gamma'$ , éléments qui durcissent le matériau.

Le temps de maintien d'un traitement thermique peut atteindre des milliers d'heures pour l'obtention des précipités  $\gamma'$  de forme cuboïde, celle-ci est nécessaire pour optimiser la résistance à la rupture et au fluage.

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



## *Bibliographie*

- [01]- S. Bégot, "Fluage d'un superalliage pour disque de turbine - Influence du vieillissement thermique sur la durée de vie", CEA, Rapport de Stage (2002)
- [02]- C.J. Boehlert, D.S. Dickmann, N.C. Eisinger, "The Effect of Sheet Processing on the Microstructure, Tensile, and Creep Behavior of INCONEL Alloy 718", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 37A, (2006)
- [03]- S. Dubiez, "Comportement et endommagement en fluage d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud", CEA Grenoble, DTEN/DL/2002/116, (2002)
- [04]- Bhadeshia, 2012
- [05]- Vander Voort, 2004, p. 835
- [06] Thèse : Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud, Sophie Dubiez-le Goff, Décembre 2003.
- [07] Structural stability of udimet-500, a nickel-base superalloy, N. Lambert, J. M. Drapier, J. Collin, and D. Coutouradis.
- [08]- R. Merabtine, Thèse Magister (1990), Université Annaba
- [09]- S. Dubiez, R. Couturier, L. Guétaz, H. Burette, "Effect of the microstructure on the creep behavior of PM Udimet 720 superalloy : experiments and modeling", *Materials Science and Engineering A*, 387-389, pp 599-603, (2004)
- [10]- Y. Goa, M. Kumar, R.K Nalla, R.O. Ritchie, "High-Cycle Fatigue of Nickel-Based Superalloy ME3 at ambient and Elevated Temperatures : Role of Grain-Boundary Engineering", *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 36A, pp 3325-3333, (2005)
- [11]- M. Henderson, H. Burette, G. McColvin, J. Garcia, S. Peteves, J. Montagnon,
- [12]- S. Raujol, "Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine", Thèse Insa Toulouse, (2004)
- [13]- S. Terzi, "Influence de l'histoire thermomécanique sur les propriétés à haute température d'un superalliage pour disque de turbine élaboré par métallurgie des poudres", CEA Grenoble, Rapport Technique DTEN/DR/2004/078, (2004)
- [14]- S. Terzi, "Etude du glissement intergranulaire d'un superalliage Udimet 720 élaboré par métallurgie des poudres", CEA Grenoble, Rapport technique DTEN/DL/2003/062, (2003).
- [15] - S. TERZI, Thèse : "Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage", POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE, septembre 2006

