HAL open science

Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus

Meriadeg Revaud

To cite this version:

Meriadeg Revaud. Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0048 . pastel-00957905

HAL Id: pastel-00957905

https://pastel.hal.science/pastel-00957905

Submitted on 11 Mar 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Meriadeg REVAUD

le 16 décembre 2013

Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus

Directeur de thèse : **Luc RÉMY**
Co-encadrement de la thèse : **Loïc NAZÉ et Alain KÖSTER**

Jury

M. Frank MONTHEILLET	DR CNRS	Mines Saint-Etienne	Président
M. Pierre CARON	Docteur-HDR	ONERA	Rapporteur
M. Patrick VILLECHAISE	DR CNRS	ENSMA-Institut P'	Rapporteur
M. Sébastien CHEVALIER	Professeur	Université de Bourgogne	Examinateur
M. Jean-Yves GUÉDOU	Docteur d'état	Safran	Examinateur
M. Luc RÉMY	DR CNRS	Mines ParisTech	Examinateur
M. Loïc NAZÉ	Docteur	Mines ParisTech	Examinateur
M. Alain KÖSTER	Docteur	Mines ParisTech	Examinateur
M. Antoine ORGANISTA	Docteur	Turbomeca	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux – UMR CNRS 7633
B.P.87 - 91003 EVRY Cedex

Remerciements

Après le temps des observations, des analyses et des essais, le temps de la rédaction, voici venu le temps des remerciements.

Tout d'abord je vais remercier les différents partenaires qui ont rendu cette thèse possible. En effet, ce travail de thèse a été réalisé au sein du laboratoire du Centre des Matériaux de l'établissement Mines ParisTech, et, il est le fruit d'une collaboration entre ce laboratoire et les sociétés Snecma, Turbomeca et Aubert & Duval.

Je tiens ensuite à exprimer ma reconnaissance envers les membres du jury à qui ont eu la tâche d'examiner ce travail. Ainsi j'adresse mes remerciements à M. *Frank Montheillet* pour avoir accepté de présider mon jury de thèse, et à M. *Pierre Caron* et M. *Patrick Villechaise* pour avoir examiné attentivement mon manuscrit de thèse en temps que rapporteur.
Je tiens à remercier sincèrement M. *Sébastien Chevalier* pour avoir accepté de participer à ce jury de thèse. L'aboutissement de cette thèse vous doit beaucoup, puisque en tant que professeur de métallurgie à l'ESIREM, vous m'avez guidé et encouragé dans cette voie.

C'est maintenant le tour de remercier les personnes qui m'ont encadré lors de ma thèse à commencer par mes différents encadrants industriels.
Je souhaite ainsi remercier *Jean-Yves Guédou*, de Snecma, et *Antoine Organista*, de Turbomeca, dont les connaissances des superalliages et le soutien ont été profitables à mon travail. Je voudrais aussi remercier *Jean-Michel Franchet*, de Snecma, qui a mis ses compétences en terme de forgeage des superalliages au service de cette étude. Du côté de Aubert & Duval, je voudrais remercier *Alexandre Devaux* pour son accueil lorsque je suis venu aux Ancizes et ses conseils, et *Coraline Crozet* qui a pris sa suite pour son soutien.

Je tiens également à remercier toute l'équipe CHT du Centre des Matériaux. Merci à *Luc Rémy* pour avoir dirigé cette thèse et pour le temps qu'il a consacré à la relecture du manuscrit. Un grand merci à *Loïc Nazé* qui m'a fait partager ses connaissances sur la métallurgie des superalliages et la cristallographie, et également sur bien d'autres sujets. J'ai grandement apprécié notre collaboration et j'espère que l'on aura l'occasion de retravailler ensemble. Je tiens également à remercier particulièrement *Alain Köster* dont le savoir-faire en terme d'essais expérimentaux a été indispensable à la réussite de cette thèse. À ce titre je tiens aussi à remercier les techniciens de l'équipe CHT, *David, Mathieu* et *Steve*, qui m'ont aidé dans la mise en place de tous les essais. Je remercie également *René, Georges* et *Christophe* de l'Atelier pour les nombreux usinages qu'ils ont réalisés pour ma thèse et pour leur aide pour réajuster certaines éprouvettes à l'improviste.
Je voudrais également remercier *Jean-Loup Strudel* qui m'a fait partager ses connaissances précieuses sur le phénomène de vieillissement dynamique de Portevin-Le Chatelier, et qui m'a donc sorti une épine du pied pour l'interprétation de mes essais de traction. J'en profite pour remercier *Huaidong Wang,* qui partageait mon bureau, et qui fut le premier à me mettre sur la piste du phénomène PLC lorsqu'il a vu mes courbes de traction.

Durant ces 4 années passées au CdM, j'ai croisé de nombreuses personnes qui ont participé à leur manière au bon déroulement de cette thèse : *Melchior, Mathieu, Damien, Romain, Olivier, Alice, Auréliane, Henri, Aurélie, Faten, Arthur, Guigui, Konaly, Victor…* Je les remercie pour leur sympathie et la bonne ambiance. Je pense aussi à la team foot du CdM qui

aurait certainement pu participer à une coupe du monde grâce à des joueurs au niveau exceptionnel comme *Greg, Laurent, David, Fred, Thomas, Georges, Franckette, ...*
Je remercie aussi mes deux acolytes du CdM *Mélanie-Marmotte* et *Fifou* pour tous les bons moments passés durant ces 4 années et pour leur soutien. Un merci particulier à *Mélanie-Marmotte* pour tous les bons gâteaux dont je me suis régalé. ;-)

Je profite également de cette tribune pour remercier tous mes amis Rennais (*Picwic, Roms, Aurélie, Faustine, Nono, Nico, Peck, l'Enclume, Chef, Amile, Claire, Sandrine, Margaux*) et Dijonnais (*Nono & Soso, Manu, Caro, Delfouine, Céline, Alex & Maria, Damien alias Mister ESIREM, Andouillette*) pour tous les bons moments passés ensemble.
Également, merci au *HBC Lisses* avec qui j'ai passé 4 saisons magnifiques, gagné quelques titres, et vécu des moments que seul le sport peut procurer. Allez Lisses !!!

Enfin, je terminerais en remerciant ma famille (mes parents, mon frère, mes grands parents, mes oncles et tantes et mes cousins) pour leur soutien.

Table des matières

Chapitre 1 - Introduction générale 6
1.1 Contexte de l'étude 7
1.2 Objectifs et enjeux de l'étude 8
1.3 Présentation du plan de la thèse 9

Chapitre 2 - Le superalliage ATI Allvac 718Plus 12
2.1 Composition chimique 13
2.2 Les phases susceptibles de précipiter dans l'alliage ATI 718Plus 15
2.2.1 Matrice γ 15
2.2.2 Précipités durcissants 15
2.2.3 Phase δ-Ni_3Nb 17
2.2.4 Phase η 17
2.2.5 Carbures 19
2.3 Élaboration et mise en forme 20
2.3.1 Processus d'élaboration (VIM ESR VAR) 20
2.3.2 Mise en forme par forgeage 22
2.4 Microstructures produites par les traitements thermiques recommandés par "ATI Allvac" 23
2.4.1 Précipitation intragranulaire 23
2.4.2 Précipitation intergranulaire 25
2.4.3 Interaction entre γ' et δ/η 26
2.4.4 Traitements Thermiques 29
2.5 Propriétés mécaniques annoncées par ATI Allvac 33
2.5.1 Traction 33
2.5.2 Fluage 35
2.5.3 Effet du forgeage et des traitements thermiques sur les propriétés en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus 36
2.5.4 Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage 37

Chapitre 3 - Étude de la précipitation dans l'alliage ATI 718Plus 40
3.1 Présentation des matériaux étudiés 41
3.1.1 "État billette" 41
3.1.2 Tranche de disque forgé 43
3.1.3 Galets forgés 44
3.2 Analyse des points de transformation 44
3.2.1 Dilatométrie et ATD 44
3.2.2 Température de solvus de la phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$ 47
3.2.3 Influence de la vitesse de trempe sur la précipitation de γ' 49
3.3 Détermination de la nature de la phase intergranulaire 51
3.3.1 Identification cristallographique de la structure de la phase intergranulaire 52
3.3.2 Relation entre la phase η-Ni_3Ti et la matrice γ 57
3.3.3 Comparaison avec les données publiées dans la littérature 59
3.4 Identification chimique des phases de l'alliage 60
3.5 Diagramme TTT 61
3.5.1 Détermination expérimentale du diagramme TTT de la phase η 61
3.5.2 Comparaison avec les données publiées dans la littérature 64
3.6 Conclusions 68

Chapitre 4 - Plan d'expériences et gammes de forgeage 72
4.1 Description du protocole opératoire 73

4.2 Gammes de forgeage 74
4.3 Élaboration des galets et des éprouvettes 75
4.3.1 Forgeage des galets 75
4.3.2 Découpe des galets 75
4.4 Microstructures des galets à l'état brut de forge 77
4.4.1 Taille de grain 77
4.4.2 Microstructures 79
4.5 Mode opératoire des essais mécaniques 82
4.5.1 Essais de traction 82
4.5.2 Essais de fluage 83

Chapitre 5 - Microstructures et propriétés en traction et fluage résultant des gammes de traitements thermiques ATI Allvac 88
5.1 Microstructures des galets après traitements thermiques ATI Allvac 89
5.1.1 Gamme de traitements thermiques subsolvus 89
5.1.2 Gamme de traitements thermiques Direct Aging 91
5.1.3 Gamme de traitements thermiques supersolvus 92
5.2 Essais mécaniques 98
5.2.1 Influence du forgeage 100
5.2.2 Influence du type de gamme de traitements thermiques : gamme standard ou gamme Direct Aging 106
5.2.3 Remarque sur les instabilités de Portevin – Le Chatelier 108
5.3 Conclusion 109

Chapitre 6 - Définition et étude des gammes de traitements thermiques optimisées 116
6.1 Définition des gammes de traitements thermiques optimisées 117
6.1.1 Axes de développement 117
6.1.2 Choix des gammes de forgeage 117
6.1.3 Choix des gammes de traitements thermiques 118
6.1.4 Gammes de traitements thermomécaniques 119
6.1.5 Optimisation du traitement de revenu 120
6.1.6 Gammes de traitements thermomécaniques optimisées 124
6.2 Caractérisation 125
6.2.1 Caractérisation des microstructures 125
6.2.2 Étude des propriétés mécaniques relatives aux gammes de traitements thermiques optimisées 127
6.3 Conclusion 135

Chapitre 7 - Analyse des phénomènes affectant la plasticité de l'alliage 140
7.1 Analyse des instabilités relatives au phénomène de Portevin - Le Chatelier 141
7.1.1 Description théorique 141
7.1.2 Représentation graphique 144
7.1.3 Phénomène Portevin - Le Chatelier dans le superalliage ATI 718Plus 145
7.2 Phénomène d'oxydation sous contrainte 159
7.3 Conclusion 162

Chapitre 8 - Étude de l'évolution microstructurale de l'alliage au cours de vieillissements de longue durée à haute température 166
8.1 Microstructures initiales 167
8.2 Microstructures vieillies 168
8.2.1 Précipitation Intergranulaire 169
8.2.2 Précipitation Intragranulaire 171
8.3 Discussion 175

Chapitre 9 - Conclusions générales et perspectives 182
9.1 Corrélation entre traitements thermiques et microstructures 183
9.2 Corrélation entre microstructures et propriétés mécaniques 184
9.3 Comportement de l'alliage 185
9.4 Gamme de traitements thermomécaniques retenue 185
9.5 Perspectives 186

Bibliographie 190

Chapitre 1
-
Introduction générale

Chapitre 1 - Introduction générale

Sommaire :

1.1 Contexte de l'étude 7
1.2 Objectifs et enjeux de l'étude 8
1.3 Présentation du plan de la thèse 9

1.1 Contexte de l'étude

Les superalliages à base de Nickel représentent une part importante des matériaux utilisés dans la fabrication des moteurs aéronautiques de type turboréacteur. En effet, environ 45% des pièces des turboréacteurs sont réalisés en alliages de Nickel car ces alliages présentent une généralement bonne stabilité métallurgique en raison de la faible vitesse de diffusion des éléments, possèdent une bonne tenue à l'oxydation, et ont une bonne résistance mécanique à haute température. Pour ces raisons, les superalliages à base de Nickel sont essentiellement employés pour la fabrication des pièces situées dans les zones les plus chaudes du moteur, c'est-à-dire le compresseur haute-pression et la turbine (Figure 1-1).

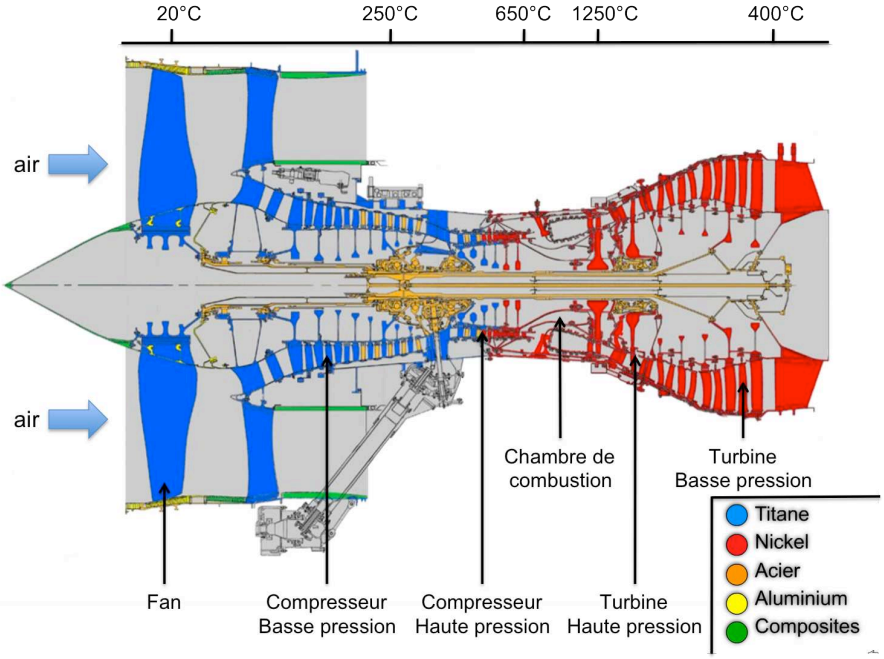


Figure 1-1 : types d'alliages employés dans la fabrication des turboréacteurs.

Dans le but d'augmenter les rendements des moteurs, les motoristes cherchent à augmenter la température des gaz circulant dans les moteurs, mais ils se heurtent à la limite de température d'utilisation maximale des matériaux actuels.

Le superalliage à base de Nickel le plus utilisé actuellement est l'Inconel 718, car il allie de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 650°C, avec une bonne forgeabilité et une bonne soudabilité, ainsi qu'un coût relativement bas, par rapport à la plupart des superalliages, en raison de sa forte teneur en Fer. Le Waspaloy est un superalliage également couramment employé bien que plus onéreux que l'Inconel 718, car il présente des propriétés mécaniques supérieures à celles de l'Inconel 718 et une température maximale d'utilisation plus élevée.

Le superalliage ATI 718Plus a été récemment développé, par la société élaboratrice ATI Allvac, dans l'optique de proposer un alliage alliant les atouts de l'Inconel 718 et du Waspaloy.

Les bonnes propriétés mécaniques des superalliages à base de Nickel sont essentiellement la conséquence de la précipitation secondaire qui assure le durcissement structural de ces alliages. Ainsi le durcissement structural de l'Inconel 718 est apporté par une distribution optimisée de précipités de phase γ'', qui donne à l'alliage les propriétés mécaniques suffisantes pour répondre aux spécifications requises pour son utilisation à des températures inférieures à 650°C. Au-delà de cette température ces propriétés mécaniques se détériorent, en

particulier parce que la distribution de précipités γ'' évolue lors de maintiens prolongés à haute température et que ses caractéristiques (rayon et épaisseur des précipités, distances entre précipités) s'éloignent de celles apportant le maximum de durcissement. Alors que le durcissement de l'Inconel 718 est essentiellement assuré par la précipitation de la phase γ'' et que le rôle de la précipitation de la phase γ' est secondaire, le durcissement du Waspaloy repose sur la distribution de précipités γ' qui reste stable au-delà de 700°C.

Pour reprendre les meilleures propriétés de chacun de ces alliages (Inconel 718 et Waspaloy), ATI Allvac a développé le superalliage ATI 718Plus, dont le durcissement structural est assuré par la précipitation de la phase γ' comme dans le Waspaloy, de façon à obtenir un alliage ayant de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 700°C, ce qui représente un gain de 50°C par rapport à l'Inconel 718. De plus ATI Allvac a également veillé à ajouter une forte concentration en Fer (10 wt%), de façon à octroyer à son nouvel alliage de bonnes caractéristiques de mise en forme (forgeage et soudage), et un coût plus faible que celui du Waspaloy.

Le superalliage ATI 718Plus suscite donc naturellement l'intérêt des motoristes Snecma et Turbomeca (affiliés au groupe Safran), qui envisagent d'utiliser cet alliage pour des pièces statiques comme les carters de turbine dans un premier temps, et peut-être pour des pièces rotatives comme les disques de turbine dans un second temps.

Snecma et Turbomeca ont donc commandé cette étude de façon à approfondir leurs connaissances sur le superalliage ATI 718Plus.

1.2 Objectifs et enjeux de l'étude

L'objectif de cette étude est de définir une ou plusieurs gammes de traitements thermomécaniques (gamme de forgeage + gamme de traitements thermiques) qui confèrent à l'alliage ATI 718Plus les meilleures propriétés mécaniques en traction et/ou en fluage.

Il s'agit de créer, par traitement thermique, la ou les microstructures qui, selon le mode de sollicitation, donnent à l'alliage ses propriétés mécaniques les meilleures.

Sur la base des connaissances acquises sur les relations entre microstructure et propriétés mécaniques dans les superalliages, nous sommes en mesure de préciser les gammes dans lesquelles doivent se situer les paramètres microstructuraux tels que la taille de grain, la nature de la précipitation et les tailles des précipités…, pour que les microstructures répondant à ces critères méritent d'être évaluées mécaniquement.

Pour obtenir ces microstructures, il est donc essentiel de connaître et de comprendre la métallurgie de l'alliage, c'est-à-dire d'identifier les phases en présence, ou qui peuvent précipiter, de déterminer les points de transformation ainsi que les cinétiques de transformation, et les interactions, en termes de précipitation et de croissance, entre ces différentes phases.

Grâce à ces données, un certain nombre de microstructures pourront être produites et testées selon différents modes de sollicitations afin de préciser pour cet alliage l'influence des différents paramètres microstructuraux sur ses propriétés mécaniques en traction et en fluage.

Les corrélations entre paramètres microstructuraux et propriétés mécaniques d'une part, et entre microstructures et traitements thermiques d'autre part, permettront finalement de définir

une ou plusieurs gammes de traitements thermiques procurant à l'alliage les performances requises pour l'application envisagée.

L'enjeu final est donc pour les motoristes Snecma et Turbomeca, d'ouvrir la voie à la fabrication de pièces de turbine ou de compresseur haute pression en superalliage ATI 718Plus. La possibilité ainsi donnée aux motoristes d'utiliser cet alliage, leur permettrai de disposer d'un alliage qui puisse être utilisé à plus haute température que l'Inconel 718 tout en ayant un coût plus faible qu'un alliage comme le Waspaloy.

1.3 Présentation du plan de la thèse

Les travaux réalisés pour caractériser la microstructure du superalliage ATI 718Plus et proposer plusieurs gammes de traitements thermomécaniques, sont présentés dans le présent document qui est structuré en neuf parties qui sont les suivantes :

- le présent chapitre introduit le sujet et place celui-ci dans son contexte industriel ;
- le *Chapitre 2* propose une synthèse des données issues de la bibliographie dont nous disposions au lancement de l'étude ;
- le *Chapitre 3* présente les travaux réalisés sur la microstructure de l'alliage pour déterminer la nature des phases précipitées et leurs domaines de précipitation en temps et température ;
- le *Chapitre 4* introduit les travaux réalisés sur les propriétés mécaniques et présente donc le protocole opératoire mis en place et les gammes de forgeage étudiées ;
- le *Chapitre 5* présente les résultats des essais mécaniques et des observations microstructurales réalisés à partir des gammes de traitements thermomécaniques proposées par ATI Allvac ;
- le *Chapitre 6* explique les changements qui ont été apportés aux précédentes gammes pour créer plusieurs gammes de traitements thermiques optimisées, et présente les microstructures et les caractéristiques mécaniques obtenues grâce à ces gammes optimisées ;
- dans le *Chapitre 7*, le phénomène de plasticité localisée de type Portevin–Le Chatelier et l'effet de l'environnement sur le superalliage ATI 718Plus sont analysés ;
- le *Chapitre 8* présente les analyses microstructurales réalisées sur l'alliage ATI 718Plus après des traitements de vieillissement de longue durée aux températures d'utilisation ;
- enfin une dernière partie exposant les conclusions générales et les perspectives clôture ce document.

Chapitre 2
-
Le superalliage ATI Allvac 718Plus

Chapitre 2 - Le superalliage ATI Allvac 718Plus

Ce chapitre est consacré à la présentation générale du superalliage ATI 718Plus en précisant sa composition chimique, les différentes phases susceptibles d'y précipiter, ainsi que les gammes de traitements thermiques préconisées par l'élaborateur ATI Allvac, et le mode d'élaboration utilisé.

Ce chapitre aborde également les relations complexes entre les traitements thermiques et la précipitation des différentes phases dans cet alliage.

Enfin ce chapitre expose les propriétés mécaniques annoncées par l'élaborateur de l'alliage.

Sommaire :

2.1 Composition chimique 13
2.2 Les phases susceptibles de précipiter dans l'alliage ATI 718Plus 15
2.2.1 Matrice γ 15
2.2.2 Précipités durcissants 15
2.2.2.1 Phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) 15
2.2.2.2 Phase γ''-Ni_3Nb 16
2.2.3 Phase δ-Ni_3Nb 17
2.2.4 Phase η 17
2.2.5 Carbures 19
2.3 Élaboration et mise en forme 20
2.3.1 Processus d'élaboration (VIM ESR VAR) 20
2.3.2 Mise en forme par forgeage 22
2.4 Microstructures produites par les traitements thermiques recommandés par "ATI Allvac" 23
2.4.1 Précipitation intragranulaire 23
2.4.2 Précipitation intergranulaire 25
2.4.3 Interaction entre γ' et δ/η 26
2.4.4 Traitements Thermiques 29
2.5 Propriétés mécaniques annoncées par ATI Allvac 33
2.5.1 Traction 33
2.5.2 Fluage 35
2.5.3 Effet du forgeage et des traitements thermiques sur les propriétés en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus 36
2.5.4 Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage 37

2.1 Composition chimique

La composition de l'alliage ATI 718Plus, ainsi que celles de l'Inconel 718 et du Waspaloy qui sont couramment utilisés comme points de comparaison dans les diverses études publiées sur celui-ci, sont données dans le Tableau 2-1 et le Tableau 2-2, respectivement en pourcentages en masse (wt%) et en pourcentages atomiques (at%).

	Ni	Fe	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Nb	C	B	P
718Plus min	56,7	8,0	17,0	8,0	2,5	0,8	1,2	0,5	5,2	0,01	0,003	0,004
718Plus max	45,9	10,0	21,0	10,0	3,1	1,4	1,7	1,0	5,8	0,05	0,008	0,020
718	52,5	18,5	19,0	-	3,0	-	0,5	0,9	5,1	0,04	-	-
Waspaloy	58,0	-	19,5	13,5	4,3	-	1,3	3,0	-	0,08	0,006	-

Tableau 2-1 : composition élémentaire en % massique (wt%) des superalliages 718Plus, 718 et Waspaloy.

	Ni	Fe	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Nb	C	B	P
718Plus	51,1	10,4	20,1	8,9	1,7	0,3	3,1	0,9	3,4	0,1	0,02	0,01
718	53,6	18,7	20,2	-	1,8	-	1,0	1,2	3,4	0,1	0,02	0,01
Waspaloy	57,0	-	21,2	12,8	2,5	-	2,7	3,6	-	0,2	0,03	0,01

Tableau 2-2: composition élémentaire en % atomique (at%) des superalliages 718Plus, 718 et Waspaloy.

Les compositions de l'Inconel 718 et du Waspaloy présentées dans le Tableau 2-1 sont reprises de l'ouvrage de Sims et al. **[Sims-1987]**. La fourchette de composition de l'alliage ATI 718Plus a, elle, été reprise du "Data Sourcebook" édité par ATI Allvac **[ATI Allvac-2010]**.

Le superalliage ATI 718Plus a été conçu dans l'idée de créer un superalliage qui conserve de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 700°C, c'est-à-dire 50°C plus haut que la température limite d'utilisation de l'Inconel 718, et dont le coût d'élaboration soit moins élevé que celui du Waspaloy **[Liu-2004]**. Pour atteindre ce but la composition chimique de l'ATI 718Plus a été choisie de manière à créer un alliage à durcissement par précipitation de phase γ'. Pour cela la concentration atomique en Aluminium a été relevée, par rapport à celle de l'Inconel 718. Le Titane participant à la constitution de la phase γ' (de même d'ailleurs qu'une partie du Niobium et peut-être du Tungstène), la somme des concentrations atomiques des éléments Titane et Aluminium s'élève à 4 at% dans l'alliage ATI 718Plus contre, environ, 2,2 at% dans l'Inconel 718.

La composition élémentaire de l'ATI 718Plus ne peut d'ailleurs globalement pas être considérée comme dérivée de celle de l'Inconel 718. Le seul réel lien de parenté entre l'alliage ATI 718Plus et l'Inconel 718 tient sans doute dans la teneur en Niobium qui, à 5,45 wt% dans l'ATI 718Plus, entre dans la fourchette de composition en Nb de l'Inconel 718 (à 5,5 wt%). Cette concentration en masse correspond à une fraction atomique en Niobium de 3,4 at% dans l'ATI 718Plus et - toujours approximativement puisque les fourchettes de composition

élémentaire de l'Inconel 718 sont assez larges - à la même valeur dans l'Inconel 718. Dans l'Inconel 718, le Niobium est à l'origine de la précipitation des phases γ"-Ni_3Nb et δ-Ni_3Nb, le reliquat restant en solution dans la matrice - ces "gros" atomes de Niobium assurant une partie de son durcissement de solution solide - et, pour une plus faible part, participant à la constitution des précipités de phase γ' - Ni_3(Al, Ti, Nb). Dans l'alliage ATI 718Plus, la phase γ"-Ni_3Nb n'est pas supposée précipiter et le Niobium se répartit entre la phase γ' - Ni_3(Al, Ti, Nb), la matrice et, d'après l'essentiel des études publiées sur cet alliage, la phase δ-Ni_3Nb.

Comme pour l'Inconel 718, la composition chimique de l'alliage ATI 718Plus intègre du Fer en substitution du Nickel, avec toutefois une concentration deux fois plus faible que dans l'Inconel 718 (9 wt% dans l'ATI 718Plus contre 18 w% dans l'Inconel 718). Le Fer reste essentiellement dans la matrice et participe minoritairement à la précipitation de la phase γ' - Ni_3(Al, Ti, Nb) en se substituant au Nickel dans cette solution solide ordonnée. L'intérêt majeur de la substitution du Nickel par le Fer réside dans un coût de l'alliage plus bas que celui de la plupart des superalliages à base de Nickel sans Fer. Cette baisse, significative dans le cas de l'Inconel 718, l'étant beaucoup moins dans le cas de l'ATI 718Plus qui, outre sa plus faible teneur en Fer, fait appel à des éléments coûteux comme, en particulier, le Cobalt.

Le Cobalt, absent de l'Inconel 718 apparaît dans l'alliage ATI 718Plus comme dans de nombreux superalliages à base de Nickel forgés, son rôle étant essentiellement de diminuer l'énergie de faute d'empilement et de limiter le glissement dévié des dislocations, ce qui se traduit par une augmentation de la résistance en fluage. On notera que la teneur en Cobalt dans l'ATI 718Plus reste relativement faible (dans les 9% en % atomique, comme en % en masse) par rapport à beaucoup des superalliages à base de Nickel les plus réputés pour leurs propriétés en fluage (13 à 17 at%, à peu près les mêmes valeurs en wt%). Le coût du Cobalt est certainement un élément primordial dans la détermination de sa teneur dans l'alliage.

La teneur en Chrome a été choisie dans la gamme classique des 20 at% qui assure une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion des disques de turbine par les gaz chauds.

Le Molybdène avec une teneur de 1,7 at%, à peu près identique à celle de l'Inconel 718, assure la part principale du durcissement de solution solide de la matrice. Ce durcissement de solution solide de la matrice est accentué dans l'alliage ATI 718Plus par l'adjonction de Tungstène dont une partie passe probablement dans la phase γ' - Ni_3(Al, Ti, Nb) et augmente le durcissement de cette solution solide ordonnée.

Les teneurs en Carbone et en Bore sont celles couramment rencontrées dans les superalliages à base de Nickel de génération actuelle. L'addition de Phosphore a probablement été justifiée sur la base des travaux suggérant l'influence bénéfique de la ségrégation du Phosphore aux joints de grains sur les propriétés mécaniques à haute température de l'Inconel 718 **[Cao-1996]**.

D'après les observations microstructurales présentées dans les différentes études publiées sur cet alliage, la composition globale de l'alliage ATI 718Plus, assure la stabilité de la phase γ' - Ni_3(Al, Ti, Nb). Les différentes études publiées sur cet alliage présentent la précipitation aux joints de grains de la phase δ-Ni_3Nb comme le résultat de la teneur élevée en Niobium. Nous reviendrons sur ce sujet dans le chapitre s'intéressant à l'identification de la nature de la phase intergranulaire en lattes.

2.2 Les phases susceptibles de précipiter dans l'alliage ATI 718Plus

La microstructure du superalliage ATI 718Plus est constituée d'une phase principale, appelée matrice γ, dans laquelle précipitent diverses phases secondaires qui sont :

- des précipités durcissants de phase γ' et selon certains auteurs de phase γ'' métastable,
- des précipités des phases intermétalliques stables, comme δ ou η,
- des carbures primaires MC issus de la solidification,
- des carbures secondaires M_6C et $M_{23}C_6$,
- et éventuellement des phases TCP.

2.2.1 Matrice γ

La matrice γ est une solution solide de Nickel qui précipite selon une structure cristalline cubique à faces centrées (Figure 2-1) ayant un paramètre de maille de l'ordre de a_γ= 0,36 nm.

Cette solution solide de Nickel est renforcée par des éléments en substitution comme le Fer, le Chrome, le Cobalt, le Molybdène, et le Tungstène qui augmentent la limite d'élasticité de la matrice.

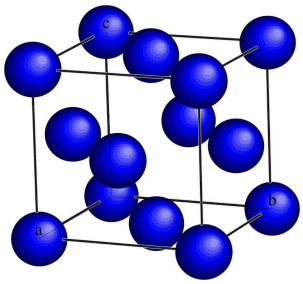


Figure 2-1 : maille de γ

2.2.2 Précipités durcissants

2.2.2.1 Phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb)

La phase γ' précipite sous la forme de la structure cristalline $L1_2$, de réseau cubique primitif avec un motif à quatre atomes (Figure 2-2). La phase γ' précipitée est pratiquement cohérente avec la matrice γ : $\langle 100 \rangle_{\gamma'} \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma}$ et $a_{\gamma'} \approx a_{\gamma}$.

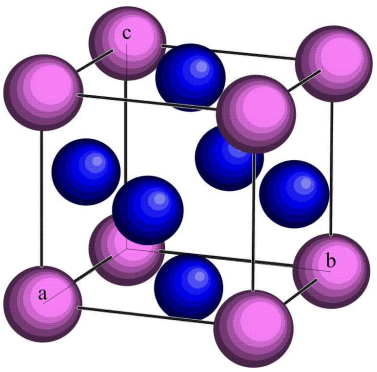


Figure 2-2 : maille de γ'-Ni_3Al (en bleu les atomes de Nickel et en rose les atomes d'Aluminium)

La précipitation de phase γ' au sein de la matrice γ provoque le durcissement du superalliage. En effet les précipités de phase γ' agissent comme des obstacles au glissement des dislocations, ce qui a pour conséquence de relever la limite d'élasticité de l'alliage.

La précipitation de la phase γ' est caractérisée par différents paramètres comme la taille des précipités, la distance entre les précipités, la fraction volumique de phase précipitée, et éventuellement le nombre de précipités par unité de volume.

La composition chimique de la phase γ' est de type Ni_3Al, où jusqu'à 60% de l'Aluminium peut être substitué par du Titane et/ou du Niobium **[Sims-1987]**.

La morphologie des précipités de phase γ' peut être sphérique, cubique, octocubique, voire dendritique (Figure 2-3). Cette morphologie dépend de différents paramètres, comme la fraction volumique de phase précipitée, la taille des précipités et le nombre de précipités par

unité de volume. Ces paramètres sont eux-mêmes dépendant de la composition chimique et de l'histoire thermique de l'alliage **[Grosdidier-1998]**.

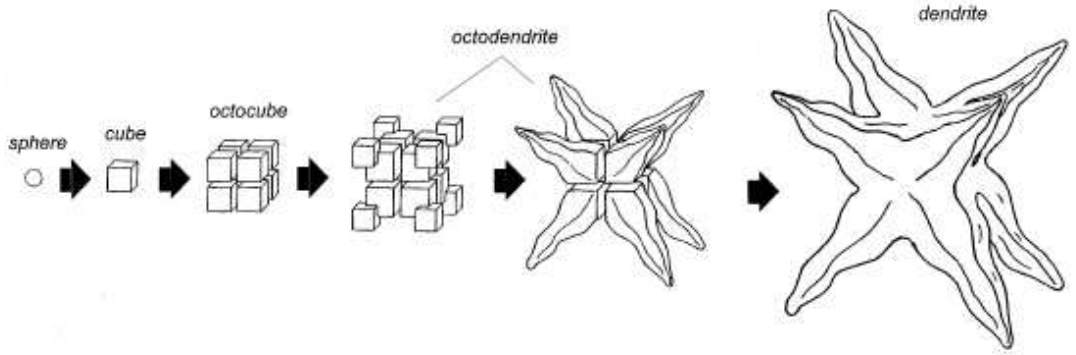


Figure 2-3 : évolution de la morphologie des précipités de phase γ' au cours de leur croissance [Grosdidier-1998].

Dans l'alliage ATI 718Plus, la phase γ' est la phase qui assure le durcissement structural de l'alliage.

2.2.2.2 Phase γ''-Ni_3Nb

Lorsqu'elle précipite dans un alliage, la phase γ'' est une phase métastable qui adopte la structure tetragonale $D0_{22}$ (Figure 2-4). Cette phase précipite sous forme de disques de quelques dizaines de nm de diamètre et de quelques nm d'épaisseur.

La phase γ'' précipitée est pratiquement cohérente avec la matrice γ avec : $\langle 100 \rangle_{\gamma''} \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma}$ et $[001]_{\gamma''} \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma}$; $a_{\gamma''}$= 0,362nm $\approx a_{\gamma}$ et $c_{\gamma''}$= 0,741nm $\approx 2a_{\gamma}$, ce qui résulte dans la formation de précipités de trois variants cristallographiques de γ'' dans γ (Figure 2-5).

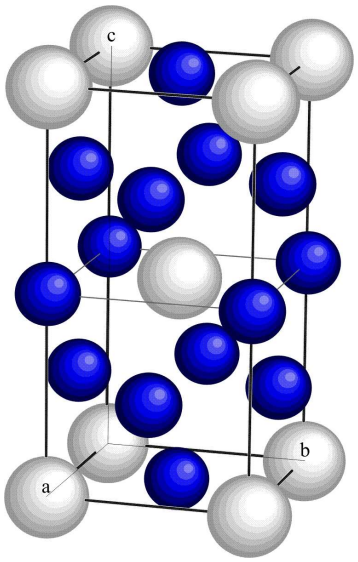


Figure 2-4 : maille de γ''-Ni_3Nb (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium).

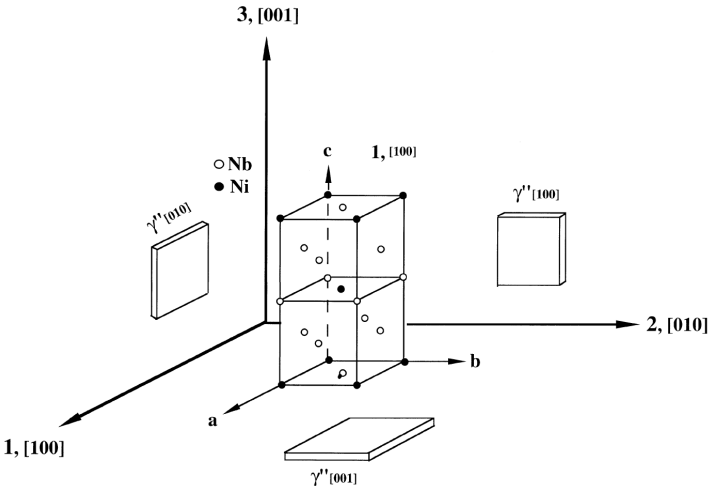


Figure 2-5 : variant des précipités γ'' [Gao-1996].

Lorsqu'elle est présente la précipitation de la phase γ'' assure, au même titre que la précipitation de la phase γ', le durcissement structural de l'alliage.

Toutefois on ne peut pas obtenir une phase γ'' avec une température de solvus aussi élevée que celle que l'on peut obtenir pour la phase γ'. C'est pourquoi les alliages durcis par la précipitation de phase γ'' présentent une température d'utilisation plus basse que de nombreux alliages durcis par la précipitation de phase γ'.

Bien que, dans l'alliage ATI 718Plus, la phase durcissante principale soit la phase γ', ATI Allvac évoque la possibilité de la précipitation de la phase γ'' dans cet alliage. En effet la forte concentration en Niobium dans la composition chimique de l'alliage ATI 718Plus (5,4 wt%) pourrait favoriser la précipitation de cette phase dont la composition chimique est Ni_3Nb. Pineau et Cozar **[Cozar-1973]** ont d'ailleurs établi que lorsque le rapport (Ti+Al)/Nb est supérieur à une valeur critique (environ 1,05), on peut alors former, dans un domaine de température défini, une précipitation intragranulaire de phase γ' et γ'' adoptant la "morphologie compacte". Or dans l'alliage ATI 718Plus ce rapport (Ti+Al)/Nb est égal à 1,18, ce qui laisse supposer la possible précipitation de phase γ'' pour former des précipités selon la morphologie compacte.

La précipitation de phase γ'' est la phase durcissante principale dans les alliages Inconel 718, Inconel 625 et Inconel 706.

2.2.3 Phase δ-Ni_3Nb

La phase δ-Ni_3Nb est la forme stable de la phase de composition stoechiométrique Ni_3Nb. Elle présente la structure orthorhombique $D0_a$ (Figure 2-6). Les précipités de phase δ sont semi-cohérents avec la matrice γ selon les relations d'interface suivantes : $(010(_\delta \parallel \{111\}_\gamma$ et $[100]_\delta \parallel \langle 1\bar{1}0\rangle_\gamma$.

Les paramètres de maille de cette phase sont a_δ=0,511nm, b_δ=0,424nm et c_δ=0,454nm.

Cette phase précipite généralement dans les joints de grains. Elle permet ainsi de contrôler la croissance des grains par ancrage des joints de grains, lors de traitements thermiques réalisés au-dessous de sa température de solvus.

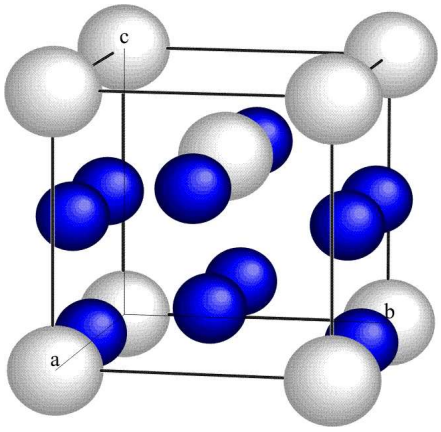


Figure 2-6 : maille de δ-Ni_3Nb (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium).

2.2.4 Phase η

La phase η-Ni_3Ti est un composé intermétallique stable, dont la structure cristalline est la structure hexagonale $D0_{24}$ (Figure 2-7).

Les précipités de phase η-Ni_3Ti adoptent une morphologie en "aiguille" ou plutôt en latte. Dans les superalliages à base de Nickel, cette phase précipite dans la matrice γ avec la relation d'interface suivante : $(111)_\gamma \parallel (0001)_\eta$ et $[1\bar{1}0]_\gamma \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\eta$. Le plan des lattes correspond alors à un plan $\{111\}_\gamma$ de la matrice. Les paramètres de mailles de cette phase sont : a_η=0,5101nm et c_η=0,83067nm.

La phase η-Ni_3Ti précipite sur les joints de grains en formant des "paquets" de précipités parallèles des uns aux autres, et/ou à l'intérieur des grains selon les différents plans de type $\{111\}_\gamma$ de la matrice γ, formant alors une microstructure qualifiée de microstructure de "Widmanstätten" (Figure 2-8).

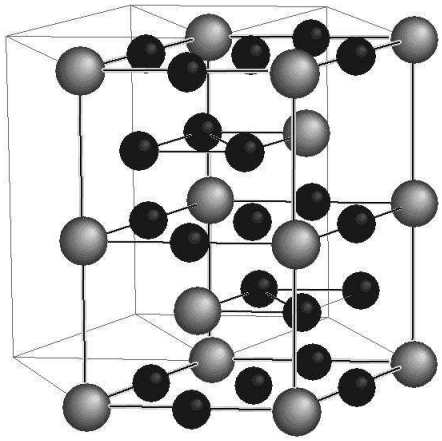


Figure 2-7 : maille de η-Ni_3Ti (en gris les atomes de Nickel et en noir les atomes de Titane).

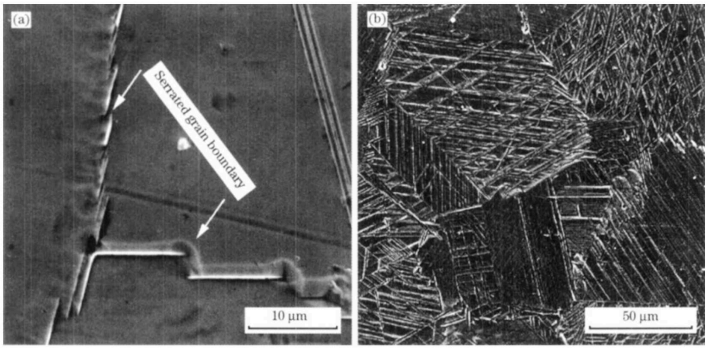


Figure 2-8 : images MEB de la précipitation de phase η dans l'alliage Aerex 350 vieilli à 1060°C pendant 2h (a) et vieilli à 1060°C pendant 4h (b) [Wan-2010].

La phase η a été observée dans différents alliages et présente dans chacun de ces alliages une composition particulière liée à la composition chimique de l'alliage dans lequel elle précipite. Ainsi le diagramme ternaire Ni_3Al-Ni_3Ti-Ni_3Nb (Figure 2-9) établit par Tomihisa et al. **[Tomihisa-2002]** montre que l'élément Titane de la phase η-Ni_3Ti de structure $D0_{24}$ peut être substitué par de l'Aluminium ou du Niobium dans des proportions assez importante.

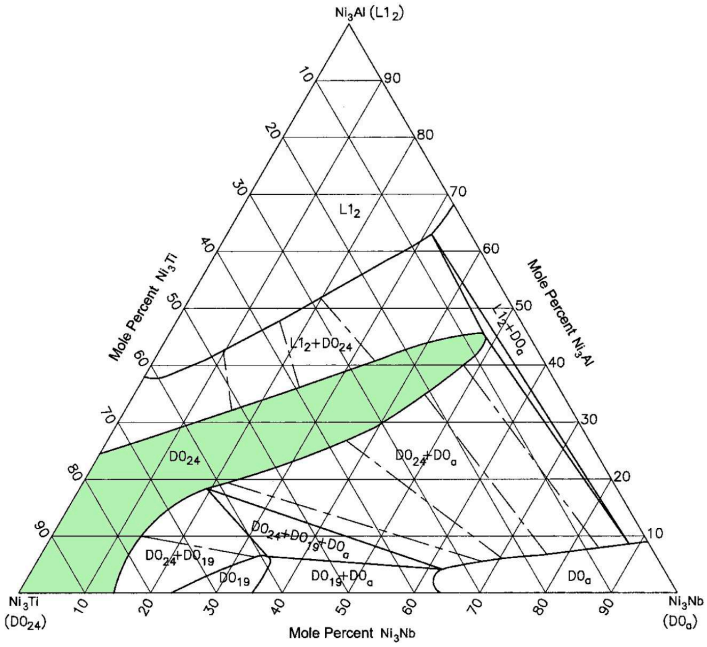


Figure 2-9 : diagramme ternaire Ni_3Al-Ni_3Ti-Ni_3Nb à 1000°C [[Tomihisa K., 2002]].

Selon différents auteurs **[Bouse-1996]**, **[Xu-2011a]**, **[Xu-2012],** la précipitation de la phase η-Ni_3Ti a une incidence néfaste sur les propriétés mécaniques. Toutefois Tomasello et al. **[Tomasello-1996]** relèvent que dans l'Aerex 350 la précipitation de phase η-Ni_3Ti sur les

joints de grains améliore les propriétés en traction de l'alliage à haute température. Wan et al. **[Wan-2010]** font également ce constat dans l'alliage Aerex 350, mais relèvent aussi une détérioration des propriétés lorsque la précipitation de phase η-Ni_3Ti devient intragranulaire et crée une microstructure de type "Widmanstätten".

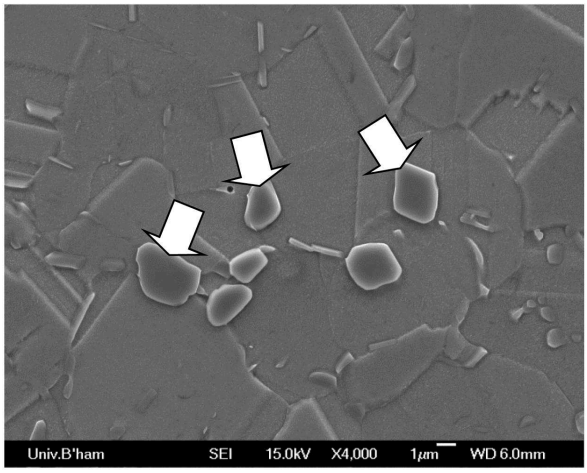
2.2.5 Carbures

Plusieurs types de carbures précipitent dans les superalliages à base de Nickel : les carbures primaires de type MX (NbC, Ti(C,N)), et les carbures secondaires de type M_6C et $M_{23}C_6$.

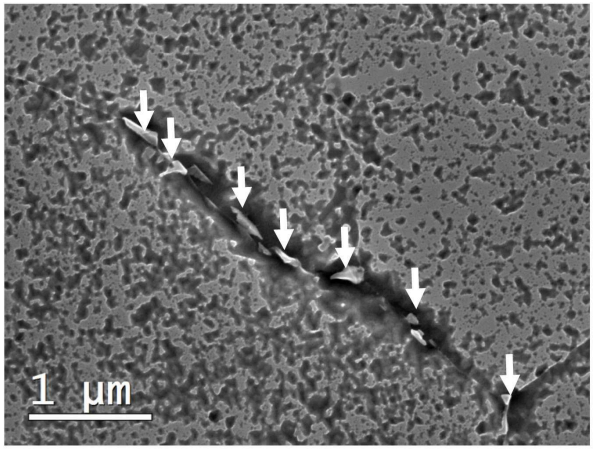
Les carbures ou carbonitrures primaires se forment lors de la solidification du lingot. Ceux-ci précipitent dans les espaces interdendritiques dans lesquels s'est créée une ségrégation des éléments comme le Niobium, le Molybdène et le Titane. Les carbures et les carbonitrures ont une taille similaire qui peut atteindre 10 µm, mais ils présentent des morphologies différentes : globulaire pour les carbures et cubique pour les carbonitrures. Toutefois ces deux phases adoptent la même structure cristalline B1 de réseau cubique à faces centrées. La température de solvus des carbures primaires est supérieure à la température de solidus (voir même de la température de liquidus) de l'alliage, ce qui fait qu'ils restent présents même après traitement thermique à haute température de l'alliage.

Les carbures secondaires apparaissent lors de maintiens à haute température. Leur composition est de type M_6C, et $M_{23}C_6$, où M est une combinaison des éléments Chrome, Molybdène et Fer. Ces carbures secondaires précipitent, selon une structure de réseau cubique à faces centrées, d'abord au niveau des joints de grains, puis sur les joints de macles et autour des carbures primaires.

La précipitation des carbures primaires permet, dans certains alliages, notamment ceux élaborés par métallurgie des poudres, d'ancrer les joints de grains et de limiter leur mobilité. La précipitation des carbures secondaires sur les joints de grains permet également d'améliorer la tenue en fluage des alliages, lorsqu'ils ne forment pas un film continu dans le joint de grains, en limitant le glissement des joints de grains. Ainsi Hong et al. **[Hong-2009]** notent un effet bénéfique sur les propriétés en fluage de l'alliage Nimonic 263, de la précipitation de carbures de type $M_{23}C_6$ sur les joints de grains (Figure 2-10).



Carbures primaires de type MC



Carbures secondaires de type $M_{23}C_6$ précipités le long d'un joint de grains.

Figure 2-10 : micrographies MEB de carbures primaires et de carbures secondaires dans l'Inconel 718 [Kitaguchi-2012].

2.3 Élaboration et mise en forme

Les différentes phases pourront ou non être observées dans l'alliage à différents stades de son élaboration, donc nous introduirons ici quelques informations sur le processus d'élaboration des superalliages.

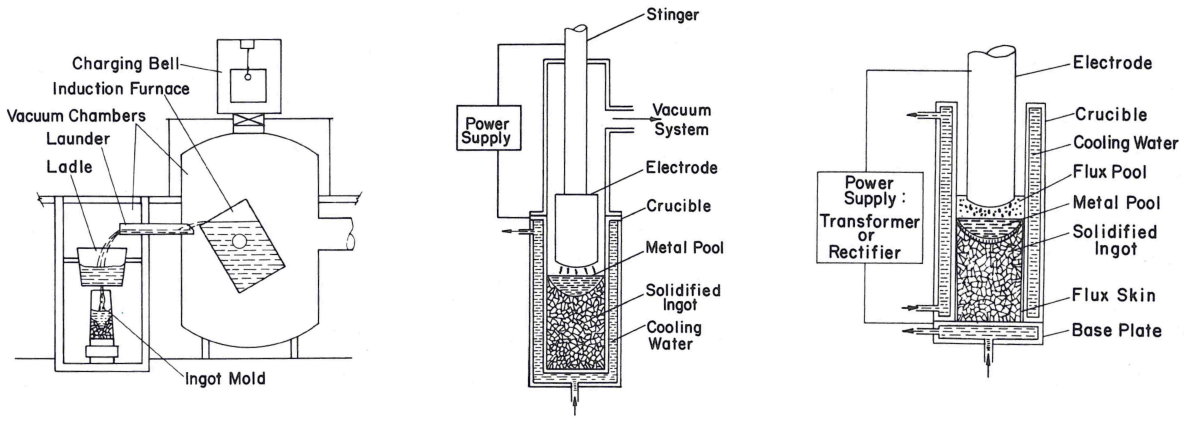
L'élaboration de l'alliage est la première étape dans le premier processus de création d'une pièce en superalliage. La phase d'élaboration permet d'obtenir un lingot de superalliage qui sera ensuite forgé, traité thermiquement et enfin usiné pour obtenir la pièce voulue.

Il existe deux voies d'élaboration des alliages : la voie classique "coulé-forgé", et la voie par métallurgie des poudres. L'alliage ATI 718Plus est un alliage obtenu par la voie "coulé-forgé", nous nous intéresserons donc ici uniquement à ce procédé.

2.3.1 Processus d'élaboration (VIM ESR VAR)

La production des superalliages à base de Nickel commence généralement par une première fusion via le procédé VIM (Vacuum Induction Melting) (Figure 2-11). La fusion sous vide permet de minimiser la réaction de l'oxygène et de l'azote avec le Chrome, l'Aluminium et le Titane, et également de limiter la teneur en Carbone de l'alliage. Ce procédé permet d'obtenir un lingot dont la composition chimique est bien établie, mais dont la structure de solidification n'est pas bien contrôlée.

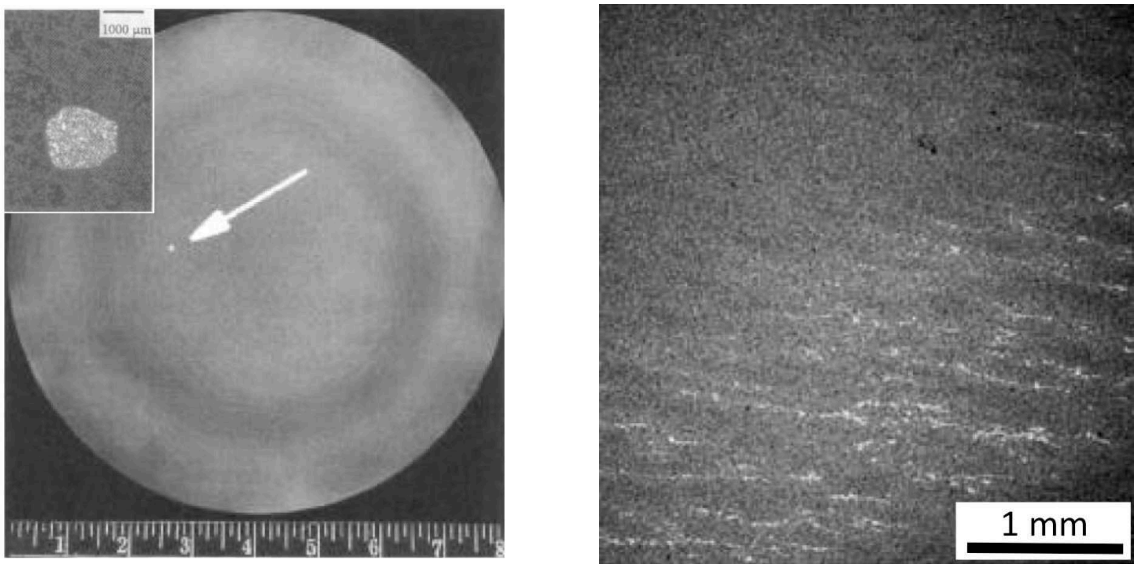
Afin d'affiner cette structure de solidification, et de réduire les ségrégations, le lingot est ensuite refondu une ou deux fois selon le procédé nommé VAR (Vacuum Arc Remelting) et/ou selon le procédé appelé ESR (Electro-Slag Remelting). Le VAR est réalisé sous vide et permet d'améliorer la propreté inclusionnaire grâce à une décantation par flottation et dissociation thermique des oxydes. L'ESR est le plus souvent réalisé sous air et améliore la propreté inclusionnaire du lingot par des réactions complexes entre l'atmosphère, le laitier, et le métal fondu.



a) Vacuum Induction Melting *b) Vacuum Arc Remelting* *c) Electro-Slag Remelting*

Figure 2-11 : Représentations schématiques des procédés d'élaboration VIM, VAR, et ESR [Sims-1987].

Malgré les différentes étapes d'élaboration réalisées, certains défauts peuvent tout de même apparaître dans les lingots (Figure 2-12), comme les "freckles" (zones à haut Niobium dans le cas de l'Inconel 718), les "white spots" (zones localement appauvries en éléments comme le Niobium ou le Titane), ou encore les "stringers" (chapelets de carbures).



white spot **[Jackman-1994]** *freckles* **[Long-2004]**

Figure 2-12 : défauts observés dans des lingots en Inconel 718.

Finalement les lingots sont obtenus par triple fusion VIM+ESR+VAR ou par double fusion VIM+VAR. L'élaboration par triple fusion est plus avantageuse que l'élaboration par double fusion car elle permet d'aller plus loin dans la suppression des ségrégations et d'obtenir des lingots avec moins de défauts (ségrégations, inclusions, porosités). Toutefois l'élaboration par triple fusion est, bien entendu, plus onéreuse que par double fusion.

Une fois élaboré, le lingot subit un traitement d'homogénéisation à haute température (>1100°C) pour dissoudre les phases indésirables comme les phases TCP (Topologically Close Packed) et les phases de Laves, mais aussi pour réduire les gradients de composition qui persistent, en particulier en ce qui concerne le Niobium et le Titane.

Les lingots sont ensuite transformés en billettes par une opération de forgeage appelée "cogging" (Figure 2-13).

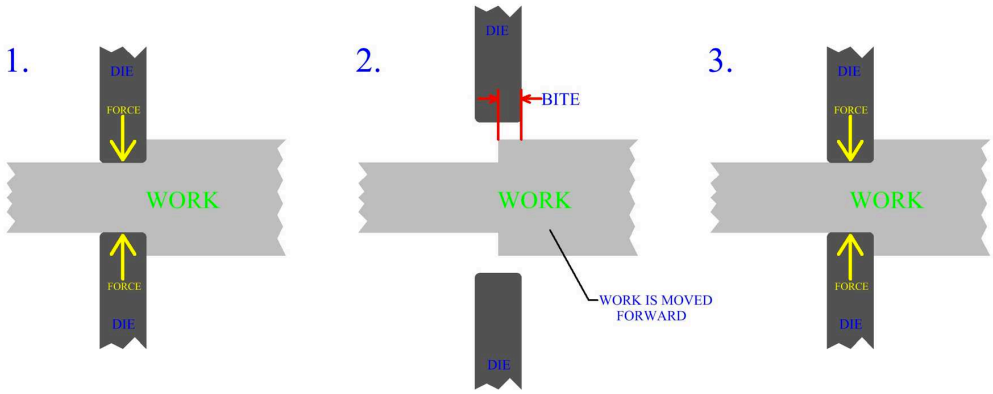


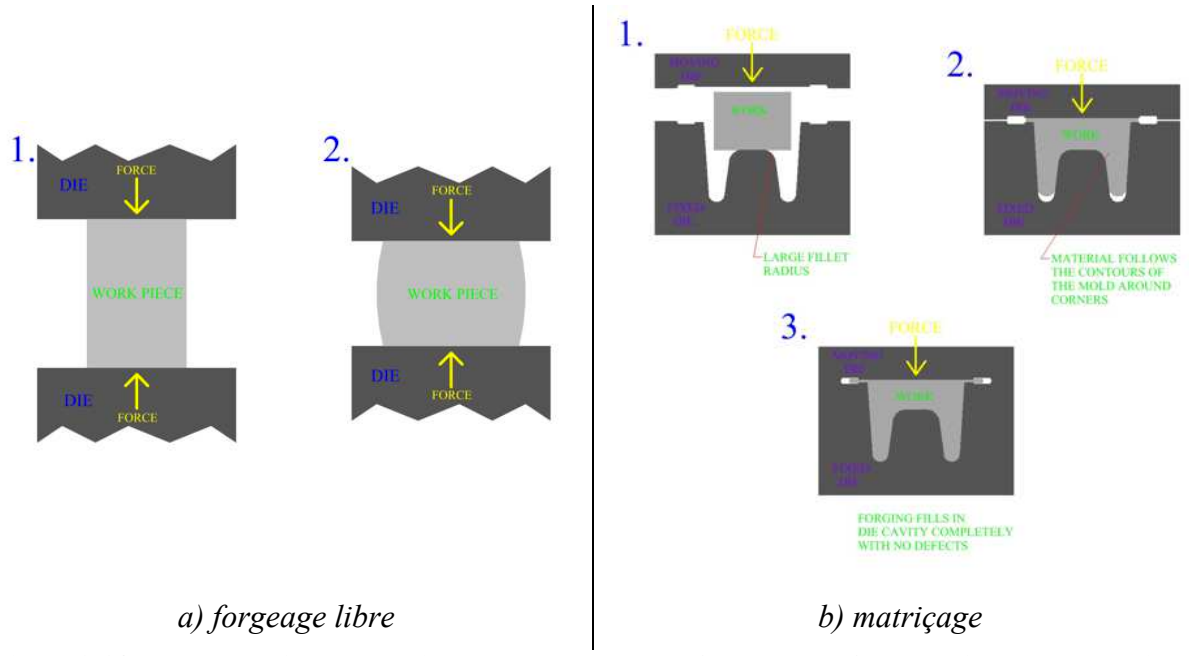
Figure 2-13 : représentation schématique du procédé de forgeage "cogging" utilisé pour transformer les lingots en billettes [thelibraryofmanufacturing].

2.3.2 Mise en forme par forgeage

Le forgeage est une opération qui permet d'obtenir, à partir d'un lopin prélevé dans une billette, un galet ou une préforme de la pièce souhaitée. Cette opération se déroule à haute température de façon à abaisser la contrainte d'écoulement du matériau à forger. Il existe deux types de forgeages : le forgeage libre et le matriçage (Figure 2-14).

Le forgeage libre consiste à déformer un lopin entre deux outils de forme simple, généralement des "tas" plats. Ce procédé a été utilisé pour forger les galets qui ont fait l'objet de cette étude.

Dans le cas du matriçage, la déformation est appliquée entre deux outils à la géométrie complexe, qui vont donner à la pièce une forme proche de sa forme finale après usinage.



a) forgeage libre | *b) matriçage*

Figure 2-14 : représentation schématique des deux types de forgeage : a) forgeage libre, et b) matriçage [thelibraryofmanufacturing].

2.4 Microstructures produites par les traitements thermiques recommandés par "ATI Allvac"

Les propriétés mécaniques du superalliage ATI 718Plus sont liées à la microstructure de l'alliage, et notamment à la distribution des précipités des différentes phases. On distingue deux types de phases : les phases intragranulaires et les phases intergranulaires. La précipitation de phase intragranulaire contribue au durcissement structural de l'alliage, ce qui lui confère ses bonnes propriétés mécaniques. La précipitation de phase intergranulaire agit également sur les propriétés mécaniques de l'alliage, car elle a une influence directe sur la taille de grain et elle renforce ou affaiblit les joints de grains suivant le type de sollicitation. La précipitation des phases intragranulaires et intergranulaires est largement dépendante de la gamme de traitements thermomécaniques appliquée au matériau.

2.4.1 Précipitation intragranulaire

La précipitation de la phase intragranulaire γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) assure le durcissement structural de l'alliage ATI 718Plus. Selon l'élaborateur ATI Allvac, la précipitation de phase γ''-Ni_3Nb est également possible, car la composition de l'alliage inclut une forte teneur en Niobium (5,45 % en masse) **[ATI Allvac-2010]**.

La phase γ' précipite dans l'alliage ATI 718Plus sous la forme d'une distribution monomodale de petits précipités sphériques (Figure 2-15). Dans les conditions de traitements thermiques standards, les précipités de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) présentent une taille inférieure à 20 nm, tandis qu'après un vieillissement de longue durée (732°C x 2500h), ces précipités atteignent une taille d'environ 200 nm **[Radavich-2005]**.

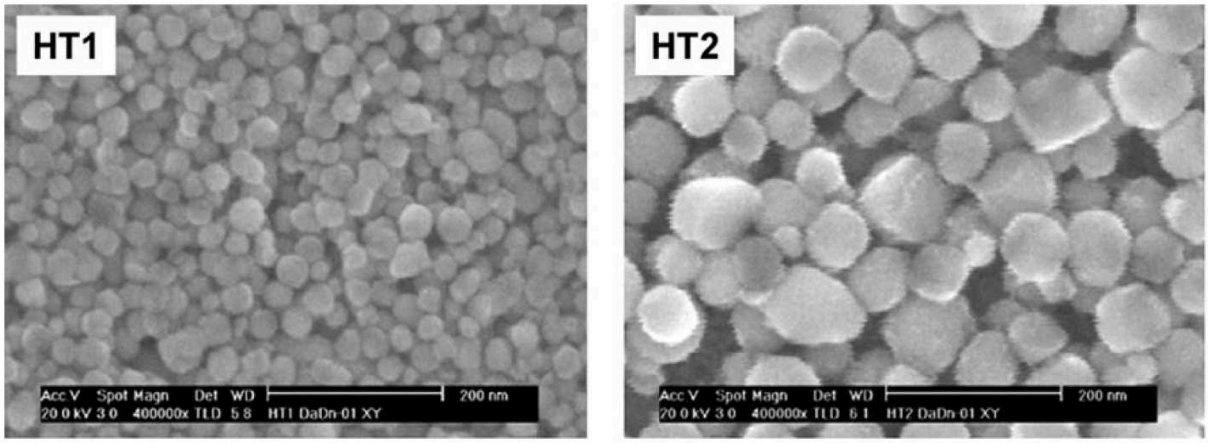


Figure 2-15 : micrographies MEB illustrant les précipités de phase γ' pour deux conditions de traitements thermiques différentes : HT1=968°C x 0,5h + 788°C x 8h +704°C x 8h / HT2 = HT1 + 732°C x 1000h [Kearsey-2012].

D'après l'élaborateur de l'alliage, ATI Allvac, la fraction volumique de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) dans le superalliage ATI 718Plus se situe entre 19,7% et 23,2% **[ATI Allvac-2010]**. Cette fraction volumique varie en fonction de la fraction volumique de phase δ-Ni_3Nb précipitée. En effet la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) et la phase δ-Ni_3Nb interagissent l'une avec l'autre du fait des éléments qu'elles ont en commun dans leurs compositions chimiques (voir 2.4.3).

Dans la littérature, les températures de solvus des phases γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) et γ''-Ni_3Nb ont été déterminées par différentes techniques numériques ou expérimentales (Tableau 2-3). Les températures de solvus obtenues sont très variables en fonction de la technique employée, s'étalant de 954°C par métallographie à 995°C par simulation numérique. La température de solvus de la phase γ''-Ni_3Nb n'a pu être déterminée que par simulation numérique car cette phase n'a pas été observée expérimentalement.

Auteurs	**[Cao-2005a]**			**[Liu-2004]**	**[Löhnert-2010]**	
Technique utilisée	JMatPro	DTA	Métallographie	Thermo-Calc	JmatPro	DSC
γ' solvus (°C)	995	963	954-982	989	976	960
γ'' solvus (°C)	968	-	-	-	-	-

Tableau 2-3 : températures de solvus des phases γ' et γ'' mesurées et calculées selon différentes techniques.

La précipitation de la phase γ' est caractérisée par sa fraction volumique, la taille de ses précipités, le nombre de précipités par unité de volume, et la distance entre les précipités.

La fraction volumique de phase précipitée est fixée par la composition chimique globale de l'alliage (environ 20% dans le superalliage ATI 718Plus). Paintendre **[Paintendre-1986]** propose d'ailleurs le calcul de la fraction volumique de phase γ' selon la formule empirique :

$$\mathbf{F_v\gamma' = 5{,}5 - 0{,}63Cr + 3{,}5Al + 4{,}3Ti + 4{,}9Nb}$$

où Cr, Al, Ti et Nb représentent les concentrations atomiques de chacun de ces éléments dans la composition globale de l'alliage.

Toutefois même si cette formule illustre bien le lien direct qui existe entre la composition d'un alliage et la fraction volumique de phase γ' qui précipite dans cet alliage, elle n'est valable que pour une certaine gamme de composition n'incluant, par exemple, pas de Tantale ou de Tungstène. Pour la composition chimique de l'alliage ATI 718Plus la formule établie par Paintendre prévoit une fraction volumique de phase γ' d'environ 24%.

À fraction volumique fixée, la taille des précipités, leur nombre par unité de volume, et la distance entre les précipités sont liés et peuvent, quant à eux, être contrôlés à l'aide de traitements thermiques paramétrés pour obtenir la distribution de phase γ' souhaitée (Figure 2-16).

La trempe suivant le traitement de remise en solution de la phase γ', est une étape très importante dans le processus de précipitation de la phase γ'. En effet la vitesse de la trempe va déterminer le nombre de précipités pas unité de volume, et également influencer la taille de ces précipités. Une trempe rapide donnera lieu à de nombreux précipités de petite taille, tandis qu'une trempe effectuée lentement engendrera un nombre de précipités plus faible mais ayant une taille plus grande. Ensuite lors du traitement de revenu les précipités de phase γ' créés lors de la trempe, vont croître jusqu'à atteindre une taille limite. Cette taille limite dépend de la fraction volumique de phase γ' précipitable dans l'alliage considéré, et du nombre de précipités par unité de volume fixé lors de la trempe. (On rappelle ici que dans le cas de

l'alliage ATI 718Plus la précipitation de phase γ' est monomodale et qu'il n'y a donc pas de population de précipité tertiaire.)

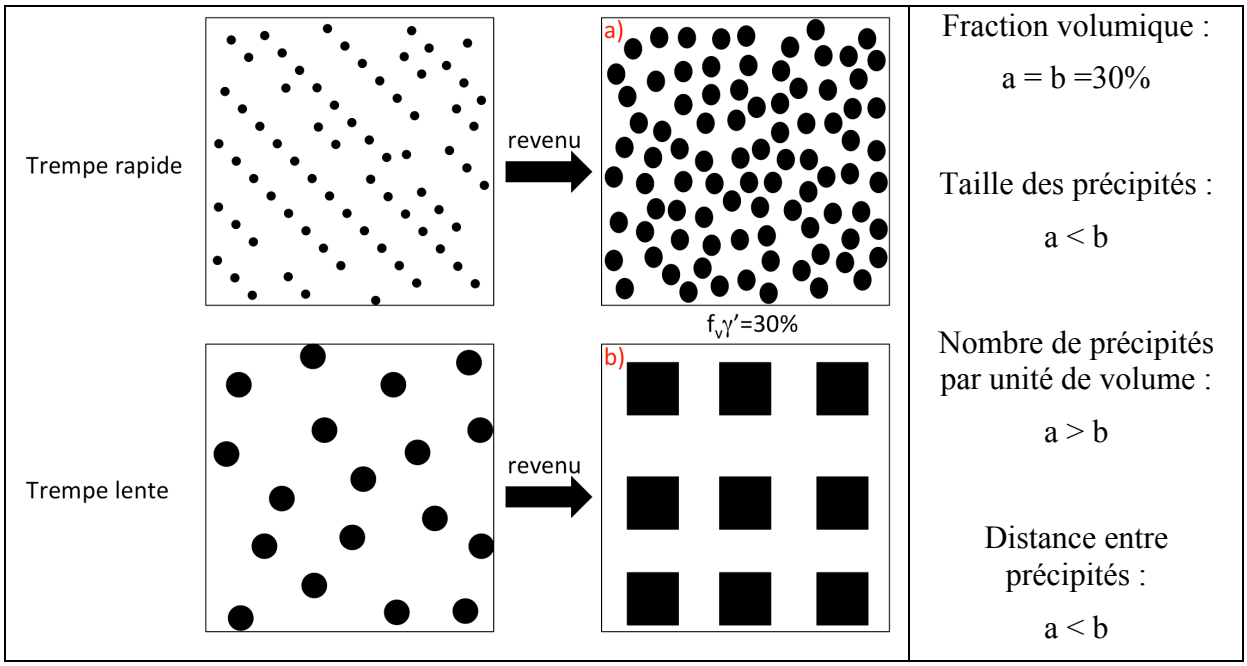


Figure 2-16 : effet de la vitesse de trempe et du revenu sur la précipitation de phase γ'.

2.4.2 Précipitation intergranulaire

La précipitation intergranulaire désigne les phases qui précipitent préférentiellement aux joints de grains. Dans le superalliage ATI 718Plus, deux phases intergranulaires ont été identifiées : les phases δ-Ni_3Nb et η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$. Pour certains auteurs la phase intergranulaire précipitée dans l'alliage ATI 718Plus est identifiée à la phase δ, alors que pour d'autres cette phase intergranulaire est identifiée à la phase η. Pour quelques autres auteurs, ces deux phases coexistent dans l'alliage ATI 718Plus.

La phase intergranulaire δ-Ni_3Nb est bien connue dans l'alliage Inconel 718 dans lequel elle précipite sous deux formes : globulaire ou aciculaire. Cette phase permet notamment de contrôler la croissance de la taille de grain, par effet d'ancrage des joints de grains par les précipités, lors de traitements thermiques réalisés à une température inférieure à la température de solvus de la phase δ.

Selon l'élaborateur ATI Allvac, la précipitation de phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus est une précipitation de phase δ-Ni_3Nb comme dans l'Inconel 718. Toutefois Xie et al. **[Xie-2005a]** ont montré que la phase η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ peut également parfois précipiter dans l'alliage ATI 718Plus sous forme d'aiguilles au niveau des joints de grains.

Dans le "DataSourcebook" édité par ATI Allvac **[ATI Allvac-2010]** il n'est pas fait mention de l'existence de la phase de type η-Ni_3Ti, et la phase intergranulaire qui précipite dans l'alliage ATI 718Plus est clairement identifiée à la phase δ-Ni_3Nb.

Ainsi seule la température de solvus de la phase δ-Ni_3Nb a été évaluée, grâce à des méthodes numériques ou expérimentales (Tableau 2-4).

Auteurs	**[Cao-2005a]**		**[Liu-2004]**	**[Stotter-2008]**	**[Löhnert-2010]**	
Technique utilisée	JMat Pro	Métallographie	Thermo-Calc	DSC	JMatPro	DSC
δ solvus (°C)	1065	1002-1018	1059	980	1026	998

Tableau 2-4 :températures de solvus de la phase δ mesurées ou calculées selon différentes techniques.

Le Tableau 2-4 met en évidence une grande disparité des résultats en fonction des techniques utilisées, et notamment entre, d'une part, les résultats obtenus par des techniques expérimentales et, d'autre part les résultats obtenus par simulation numérique. Ainsi les simulations numériques donnent une température de solvus de la phase δ d'environ 1060°C, tandis que les estimations faites expérimentalement situent cette température de solvus entre 980°C et 1018°C.

La précipitation de phase de type η-Ni_3Ti a la réputation de dégrader les propriétés mécaniques de l'alliage dans lequel elle précipite **[Bouse-1996]**. En effet, en pointe des précipités de phase η, les concentrations de contraintes qui se produisent lors de sollicitations mécaniques peuvent provoquer l'amorçage d'une fissure. Cependant d'après Xie et al. **[Xie-2005a]**, la précipitation de la phase η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ dans l'alliage ATI 718Plus n'a pas d'effet négatif sur ses propriétés mécaniques.

2.4.3 Interaction entre γ' et δ/η

Les phases γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, δ-Ni_3Nb et η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ interagissent les unes par rapport aux autres car leurs compositions chimiques comprennent plusieurs éléments communs. Les compositions chimiques relevées expérimentalement, par différents auteurs, pour les phases γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, δ-Ni_3Nb et η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ sont rapportées dans le Tableau 2-5.

Ces résultats illustrent notamment la forte contribution du Niobium dans la composition chimique des trois phases γ', δ et η. Une compétition s'installe donc inévitablement entre les différentes phases lorsqu'elles précipitent pour s'approprier le Niobium disponible dans la matrice γ.

Cette compétition est particulièrement visible lors de l'utilisation de la gamme de traitements thermiques avec un prétraitement. En effet la comparaison des compositions chimiques des précipités γ', dans l'alliage traité de façon standard et dans l'alliage traité avec un prétraitement suivi du traitement standard, montre un appauvrissement en Niobium des précipités γ' dans le matériau traité avec le prétraitement puis le traitement standard.

Cet appauvrissement est dû au prétraitement réalisé entre 840°C et 870°C durant lequel la phase intergranulaire se développe de façon importante, consommant ainsi une part importante du Niobium disponible dans la matrice. Un traitement de remise en solution est ensuite appliqué, remettant en solution les précipités de phase γ' existants, mais conservant les précipités de phase intergranulaire. Une nouvelle population de phase γ' voit alors le jour lors de la trempe suivant la remise en solution. Cependant la matrice ayant été appauvrie en Niobium, les précipités de phase γ' de cette nouvelle population sont moins riches en Niobium.

	Auteurs	TTh	Technique d'analyse	Ni	Co	Cr	Fe	Mo	W	Nb	Al	Ti
γ'	**[Cao-2005a]**	*std*	EDX-TEM	68,6	2,9	3,6	1,5	0,3	0,2	9,3	10,4	3,2
	[Löhnert-2010]	*p+std*	EDX-TEM	54,9	5,4	10,1	5,00	0,9	1,1	6,9	13,8	1,9
	[Withmore-2012]	*da*	EDX-TEM	66,7	4,7	3,2	3,2	1,4	0,4	9,3	8,4	2,7
δ	**[Viskari-2011]**	*std*	EDX-TEM	66,3	5,9	1,8	1,6	0,4	0,5	11,5	7,2	4,9
	[McDevitt-2009]	*std*	EDX-TEM	68,9	6,1	2,1	2,1	0,2	-	11,1	5,3	3,9
	[McDevitt-2009]	*da*	EDX-TEM	69,2	6,3	1,7	1,7	0,5	-	13,3	4,2	2,8
	[Löhnert-2010]	*p*	EDX-TEM	61,1	6,9	4,4	2,9	0,6	0,3	11,5	9,1	3,4
η	**[Pickering-2012]**	*v*	EDX-MEB	65,1	5,6	1,7	1,6	0,1	0,5	12,7	9,3	3,4

std = standard : 954°C x 1h + 788°C x 2-8h + 704-650°C x 8h.
da = direct aging : 788°C x 4-8h + 704-675°C x 8h.
p = prétraitement : 840-870°C x 1h.
v = vieillissement : 840°C x 72h.

Tableau 2-5: compositions chimiques (en at%) des phases γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, δ-Ni_3Nb et η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ obtenues expérimentalement dans différentes études.

Cette modification de la composition chimique de la phase γ' n'est pas anodine car elle a des conséquences sur les caractéristiques de cette phase comme sa fraction volumique, sa température de solvus et même son durcissement.

Radis et al. **[Radis-2010]** ont établi, pour l'alliage ATI 718Plus, un modèle numérique permettant de simuler l'évolution en fonction du temps de la fraction volumique de chacune des phases γ' et δ, et de la concentration des éléments comme l'Aluminium et le Niobium dans ces phases, à une température donnée. Une simulation à 850°C (Figure 2-17) montre qu'après avoir précipité rapidement, une dissolution partielle des précipités de phase γ' se produit, accompagnée d'une diminution de la concentration en Niobium dans cette phase, de façon à promouvoir le développement de la phase δ.

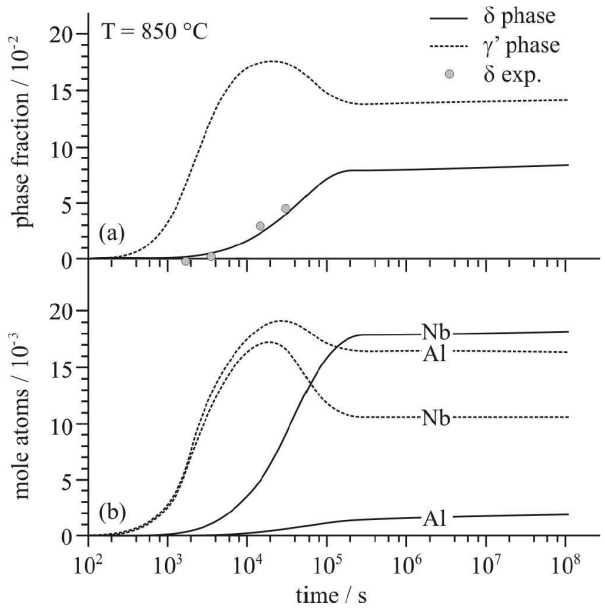


Figure 2-17 : calcul de la fraction volumique des phases γ' et δ, et de la concentration molaire atomique en Al et Nb dans ces phases, en fonction du temps d'exposition à 850°C [Radis-2010].

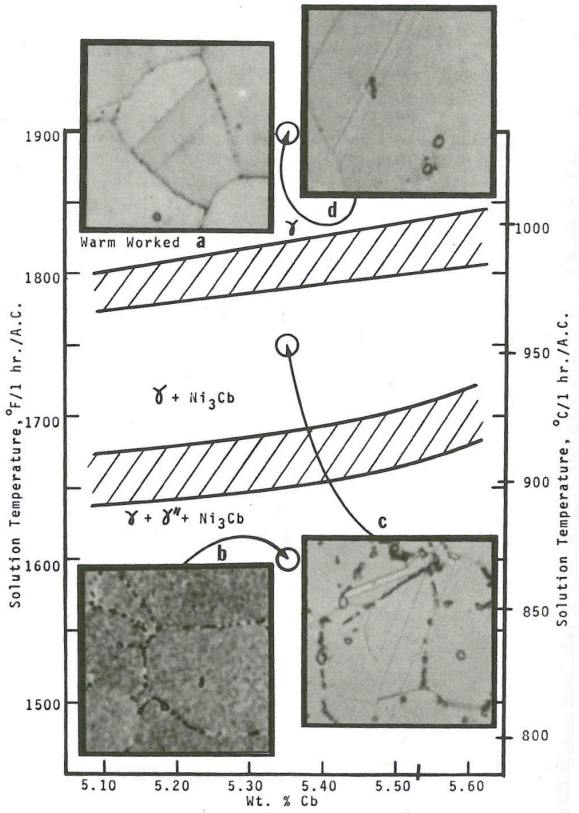


Figure 2-18 : évolution de la température de solvus des phases γ'' et δ en fonction de la concentration en Niobium dans l'alliage Inconel 718 [Sims-1987].

La Figure 2-18 décrit l'évolution de la température de remise en solution des précipités de phase γ'' et δ (Ni_3Cb sur la figure) en fonction de concentration en Niobium dans l'Inconel 718. On constate ainsi qu'une augmentation de la concentration de Niobium induit une augmentation de la température de remise en solution des phases γ'' et δ. Ce résultat a été obtenu pour les phases γ'' et δ dans l'alliage Inconel 718, mais un parallèle peut être établi avec les phases γ' et δ dans l'alliage ATI 718Plus.

La température de solvus de la phase γ' dépend de la composition chimique intrinsèque de cette phase, et plus largement de la composition chimique globale de l'alliage.

Paintendre **[Paintendre-1986]** a établi une relation empirique entre la température de solvus de la phase γ' et la composition chimique de l'alliage qui s'exprime selon :

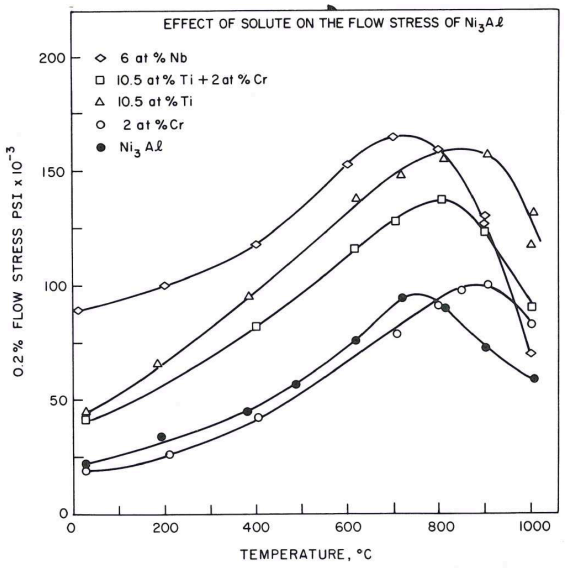
$$\mathbf{T_s\gamma' = 1005 - 2{,}5Co - 5{,}3Cr + 9Mo + 14W + 13{,}3Al + 26{,}1Ti + 12{,}7Nb}$$

où Ts est exprimé en °C, et Co, Cr, Mo, W, Al, Ti et Nb sont les concentrations atomiques de chacun des éléments dans la composition globale de l'alliage.

Au travers de cette loi empirique, on voit que la composition chimique a une importance majeure sur la température de solvus de la phase γ', et que la concentration en Niobium est un facteur important.

Pour l'alliage ATI 718Plus la température de solvus de la phase γ' calculée à l'aide de la formule de Paintendre est de 1010°C.

La composition chimique des phases, et en particulier de la phase durcissante, n'influence pas uniquement sa température de solvus. Les variations de composition chimique de la phase γ' entraînent également des changements au niveau du durcissement intrinsèque de la phase. Par exemple, un enrichissement en Niobium de la composition chimique de la phase γ' va rendre la phase γ' plus résistante au cisaillement, ce qui va entraîner une augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage, comme le montre la Figure 2-19.



Alloy Designation	Ni	Composition, at. pct Al	Ti	Cr	Nb (Cb)
Ni_3Al	75	25	–	–	–
Ni_3(Al Ti)	75	14.5	10.5	–	–
Ni_3(Al Cr)	75	23	–	–	–
Ni_3(Al Ti Cr)	75	12.5	10.5	2	
Ni_3(Al Nb)	75	19	–	–	6

Figure 2-19: variation de la limite d'élasticité en fonction de différents éléments substitués à l'Aluminium dans plusieurs alliages monolithiques de phase γ' [Sims-1987].

2.4.4 Traitements Thermiques

Les traitements thermiques sont utilisés pour modifier la microstructure des alliages en opérant des changements dans les distributions des phases précipitées, de la taille de grain, et aussi de l'écrouissage. Ainsi, avec des paramètres bien choisis, les traitements thermiques permettent d'obtenir une microstructure prévue pour optimiser les propriétés mécaniques des alliages traités.

Dans le cas des superalliages à base de Nickel forgés, la gamme de traitements thermiques classique consiste en un traitement de remise en solution suivi d'un traitement de revenu en une ou deux étapes. Le traitement de remise en solution est appliqué à une température comprise entre 950°C et 1200°C suivant les alliages, ce qui permet de dissoudre les précipités de phase durcissante (γ' et/ou γ''), et les carbures autres que les carbures primaires de type MC. Lors de la trempe suivant la remise en solution, la phase γ' précipite (pour les alliages γ/γ'). Un traitement de revenu est ensuite appliqué pour modifier la distribution (en taille et en fraction volumique) des γ' précipités au cours de la trempe, c'est-à-dire en faire croître la taille, éventuellement par murissement d'Oswald pour les précipités tertiaires lorsqu'une telle génération de précipités γ' germe à relativement basse température au cours du refroidissement après le traitement de remise en solution.

Dans le cas des alliages γ/γ'', la phase γ'' ne précipite pas lors de la trempe, mais lors du premier réchauffage après la remise en solution, c'est-à-dire lors du revenu. Un traitement de revenu en deux paliers est alors souvent appliqué. Lors du premier palier, la précipitation de la phase γ'' se développe et croît, engendrant des contraintes dans le matériau en particulier à cause des relativement forts écarts paramétriques entre c_γ et $c_{\gamma''}$. Un second palier permet alors de détensionner le matériau et de finir d'homogénéiser la distribution de la précipitation de phase γ''.

Pour le superalliage ATI 718Plus, qui est un alliage de type γ/γ', plusieurs gammes de traitements thermiques ont été mises au point par l'élaborateur ATI Allvac, de façon à obtenir une microstructure optimisée pour assurer de bonnes propriétés mécaniques à l'alliage.

Les différents traitements thermiques permettent d'ajuster la précipitation de la phase intragranulaire γ' et de la phase intergranulaire δ. Les traitements thermiques permettent également de jouer sur la taille de grain, qui est malgré tout essentiellement fixée par les conditions de forgeage.

Une gamme de traitements thermiques est définie de manière à produire une microstructure qui confère à l'alliage les propriétés mécaniques les mieux adaptées à la sollicitation envisagée. Les traitements thermiques permettent ainsi de contrôler la distribution de la précipitation de la phase intragranulaire γ' et de la phase intergranulaire, et également d'ajuster la taille de grain. Les exemples classiques simples sont ceux de la fatigue où on cherchera la limite d'élasticité la plus élevée et donc une taille de grain la plus petite, et du fluage pour lequel on cherchera à diminuer la "quantité" de joints de grains en augmentant la taille de grain pour limiter les possibilités de "glissement aux joints" à haute température.

Dans l'alliage ATI 718Plus, la précipitation de la phase intergranulaire δ influence particulièrement les propriétés de l'alliage. Il est donc important de bien maîtriser sa précipitation pour en obtenir la distribution voulue, c'est-à-dire une précipitation avec une fraction volumique limitée et avec une précipitation localisée aux joints de grains. En effet, lorsque la microstructure présente une précipitation importante de phase δ avec des précipités adoptant une morphologie aiguillée, et/ou avec une précipitation intragranulaire, on assiste à une dégradation notable des propriétés mécaniques de l'alliage **[Cao-2006]**.

Il est donc indispensable de contrôler la précipitation de cette phase intergranulaire δ, qui dépend à la fois des conditions dans lesquelles a été forgé l'alliage, et de la gamme de traitements thermiques qui lui est ensuite appliquée.

Ainsi ATI Allvac distingue deux conditions de forgeage : les forgeages "subsolvus" réalisés en-dessous de 1010°C (température de solvus de la phase δ), et les forgeages "supersolvus"

réalisés au-dessus de cette température. En effet lorsque l'alliage est forgé en condition "subsolvus", la microstructure de l'alliage "brute de forge" présente une certaine précipitation de phase δ avec une fraction volumique plus ou moins élevée en fonction de la température de forgeage. En revanche, après un forgeage en condition "supersolvus", la microstructure de l'alliage "brute de forge" ne présente pas de précipitation intergranulaire - ou ne présente plus de précipitation intergranulaire si celle-ci était présente dans le matériau (barre ou lopin) avant forgeage -.

La réponse à apporter en termes de traitements thermiques sera donc différente pour chacune de ces conditions de forgeage, ce qui a conduit ATI Allvac à proposer deux gammes de traitements thermiques : la première dite "**subsolvus**" et la seconde dite "**supersolvus**" (Tableau 2-6).

Ces deux gammes de traitements thermiques sont constituées d'un traitement de remise en solution et d'un traitement de revenu, avec en plus la possibilité de rajouter un prétraitement dans le cas de la gamme "supersolvus". Pour ces gammes, le traitement de remise en solution a pour rôle de dissoudre les précipités de phases durcissantes γ' (et éventuellement γ''), et de générer la précipitation de phase δ désirée.

	Gamme "subsolvus"	**Gamme "supersolvus"**	
	$T_{forgeage} < T_{solvus}$ δ (1010°C)	**$T_{forgeage} > T_{solvus}$ δ (1010°C)**	
Prétraitement	-	-	• 843-871°C x 8-16h, refroidissement à l'air
Remise en solution de γ'	• 968°C - 982°C x 1h, refroidissement à l'air ou plus rapide	• 954°C x 1h, refroidissement à l'air ou plus rapide	• 982°C x 1h, refroidissement à l'air ou plus rapide
Revenus	• 788°C x 8h, refroidissement à 56°C/h jusqu'à 704°C • 704°C x 8h, refroidissement à l'air.		

Tableau 2-6 : gammes de traitements thermiques "subsolvus" et "supersolvus" préconisées par ATI Allvac [ATI Allvac-2010].

- **Gamme subsolvus**

À la suite d'un forgeage "subsolvus", la fraction volumique de phase δ précipitée est considérée comme suffisante pour ancrer la taille de grain. Une remise en solution est appliquée à une température comprise entre 968°C et 982°C pendant 1 heure. Ce traitement permet de remettre en solution les précipités de phase γ' précipités lors de la trempe à la fin du forgeage, car ces précipités ne présentent pas une distribution optimale et ont, pour partie,

précipité sur les dislocations relatives à la déformation à chaud. En remettant en solution ces précipités la microstructure de dislocations peut alors être restaurée et une nouvelle précipitation de phase γ' créée lors du refroidissement à la fin de ce traitement. La distribution et la taille des précipités de phase γ' est alors optimisée grâce au traitement de revenu à deux paliers.

- **Gamme supersolvus**

Cette gamme de traitements thermiques est appliquée sur des microstructures ne présentant pas de précipitation de phase δ. La clé est donc de générer dans ces microstructures une précipitation suffisante de phase δ aux joints de grains, tout en ne développant pas cette phase de manière excessive.

Pour cela un traitement de remise en solution de la phase γ' à la relativement basse température de 954°C, est appliqué, ce qui permet à la phase δ de se développer. Le temps de traitement indiqué est d'une heure maximum car au-delà de cette durée, la fraction volumique de phase δ devient trop élevée. Une remise en solution à 982°C n'est pas conseillée car à cette température la phase δ se développe trop lentement.

Un prétraitement à une température comprise entre 843°C et 871°C pour une durée de huit à seize heures, peut également être appliqué avant le traitement de remise en solution de façon à développer la précipitation de phase δ. Le traitement de remise en solution sera alors réalisé à 982°C de façon à ne pas prolonger le développement de la phase δ.

Enfin après le traitement de remise en solution, un traitement de revenu identique à celui pratiqué dans la gamme "subsolvus" est appliqué.

Une troisième gamme de traitements thermiques a également été mise au point par ATI Allvac. Il s'agit de la gamme appelée "**Direct Aging**". Cette gamme est ainsi nommée car elle ne comporte pas de traitement de remise en solution de la phase γ', mais uniquement un traitement de revenu. Ce traitement de revenu est identique à celui utilisé dans les gammes de traitements thermiques "subsolvus" et "supersolvus".

L'intérêt de cette gamme de traitements thermiques est de conserver l'écrouissage résultant du forgeage, en appliquant des traitements thermiques à relativement basses températures qui ne produisent pas la restauration de la microstructure de dislocations. Cette conservation de l'écrouissage permet d'augmenter la limite d'élasticité de l'alliage.

<u>Remarques :</u>

- Les températures des différents traitements thermiques sont données par ATI Allvac en °F, ce qui explique pourquoi en °C ces températures ne tombent pas sur des valeurs simples.
- La température du second palier du traitement de revenu est de 704°C, ce qui est également la température maximale d'utilisation de l'alliage définie par ATI Allvac.

2.5 Propriétés mécaniques annoncées par ATI Allvac

Les propriétés mécaniques de l'alliage ATI 718Plus ont fait l'objet de différentes études, principalement réalisées ou commandées par la société élaboratrice de l'alliage ATI Allvac. Il existe en effet peu de données indépendantes sur ce sujet. Toutefois ces études ont permis d'établir les caractéristiques de l'alliage ATI 718Plus pour différentes températures et pour différents modes de sollicitation : traction, fluage, et fatigue.

2.5.1 Traction

Les propriétés en traction de l'alliage ATI 718Plus ont été établies par Bond et Kennedy (tout deux de la société ATI Allvac) **[Bond-2005]**, et comparées à celles des alliages Inconel 718, A-286, Waspaloy et Aerex 350, tous traités dans des conditions standard.

Ainsi on constate que la limite d'élasticité de l'alliage ATI 718Plus (Figure 2-20) est quasiment équivalente à celle de l'alliage Inconel 718 jusqu'à 650°C, température à laquelle la limite d'élasticité de l'Inconel 718 chute fortement du fait de la déstabilisation des précipités de phase γ''-Ni_3Nb qui assurent le durcissement structural de l'alliage. L'alliage ATI 718Plus est, quant à lui, durci par la précipitation de phase γ', phase qui reste stable jusqu'au delà de 700°C dans cet alliage. Ainsi la limite d'élasticité de l'alliage ATI 718Plus commence à décroître au-delà de 700°C, ce qui confère à l'alliage ATI 718Plus un avantage de 50°C sur l'Inconel 718.

Entre la température ambiante et 700°C, la contrainte maximale de l'alliage ATI 718Plus est la plus élevée parmi les différents alliages comparés (Figure 2-21). Au-dessus de cette température, la contrainte maximale de l'alliage ATI 718Plus chute nettement.

L'allongement à la rupture (Figure 2-22) du superalliage ATI 718Plus se situe globalement entre 20% et 25% avec une variation assez faible en fonction de la température. À noter que cette ductilité diminue lorsque la température d'essai augmente.

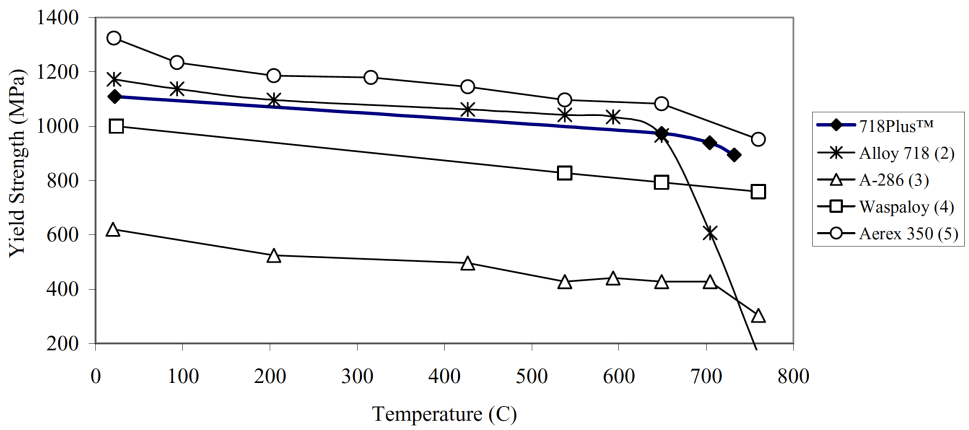


Figure 2-20 : évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température pour différents alliages traités dans des conditions standard [Bond-2005].

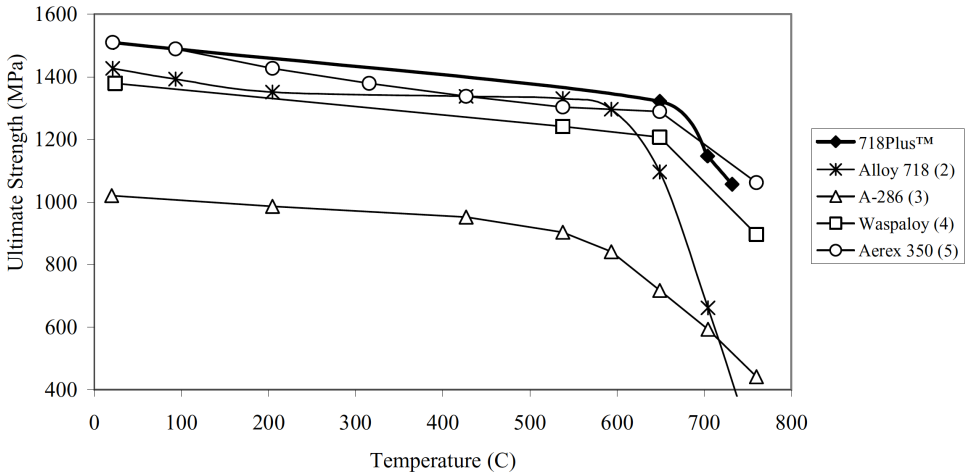


Figure 2-21 : évolution de la contrainte maximale en fonction de la température pour différents alliages traités dans des conditions standard [Bond-2005].

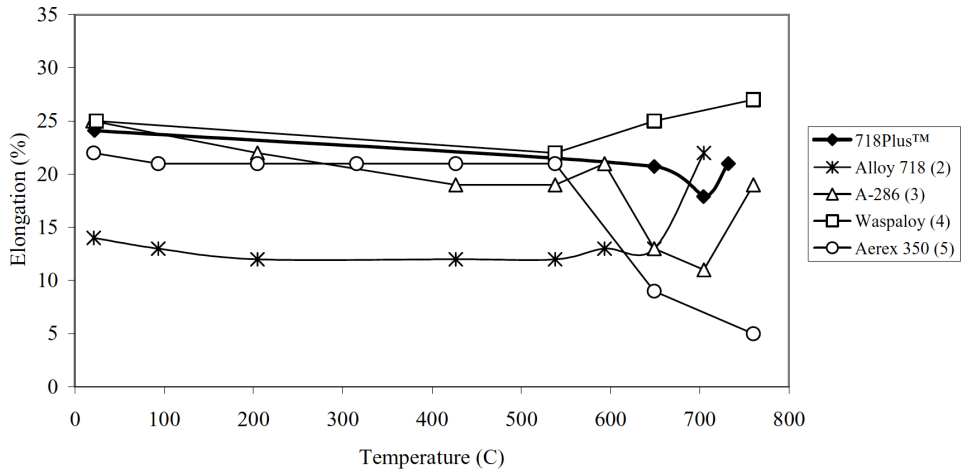


Figure 2-22 : évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la température pour différents alliages traités dans des conditions standard [Bond-2005].

2.5.2 Fluage

ATI Allvac donne, dans la documentation de l'alliage ATI 718Plus **[ATI Allvac-2010],** la représentation selon la méthode de Larson-Miller des propriétés en fluage de l'alliage ATI 718Plus et des alliages Inconel 718 et Waspaloy (Figure 2-23), tous trois traités dans des conditions de traitements thermiques standards. Cette représentation montre que l'alliage ATI 718Plus possède une meilleure résistance en fluage que l'Inconel 718 quelle que soit la température ou la contrainte appliquée. Ce nouveau superalliage présente également une meilleure résistance que le Waspaloy dans le domaine des contraintes élevées et des températures basses.

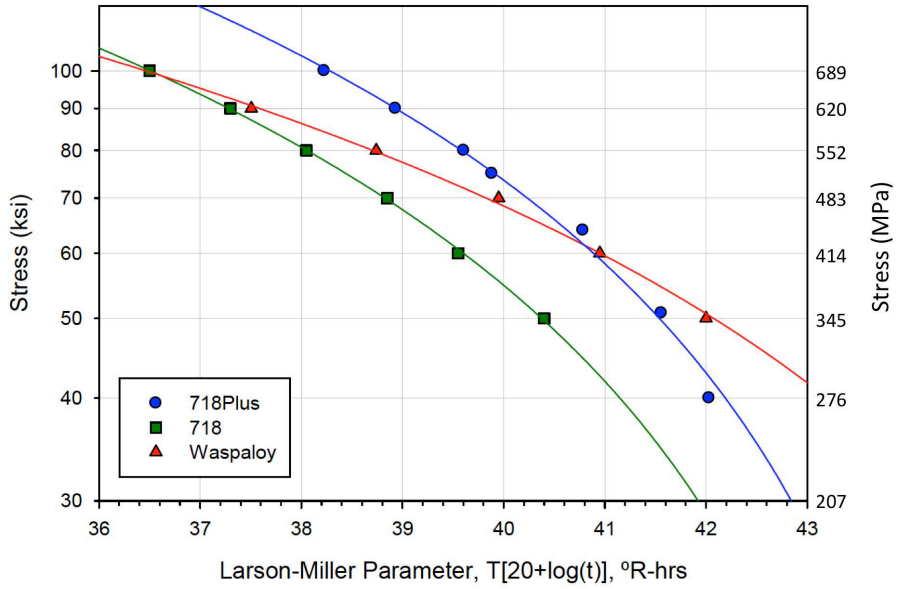


Figure 2-23 : représentation par la méthode de Larson-Miller des propriétés en fluage des alliages ATI 718Plus, Inconel 718 et Waspaloy [ATI Allvac 2010].

L'évolution de la vitesse de déformation au cours du fluage secondaire en fonction de la température et de la contrainte imposées au matériau a également été étudiée et reportée dans la Figure 2-24 par ATI Allvac.

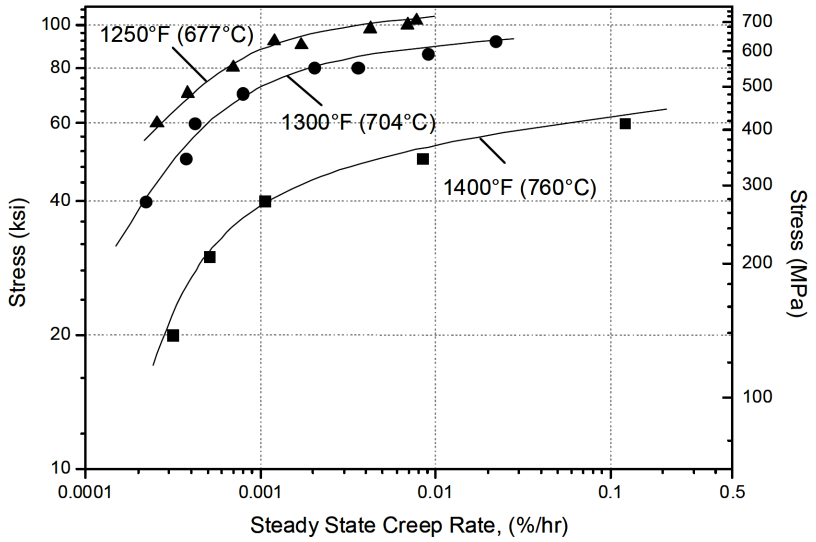


Figure 2-24 : évolution de la vitesse de déformation au cours du stade de fluage secondaire en fonction de la température et de la contrainte d'essai [ATI Allvac 2010].

2.5.3 Effet du forgeage et des traitements thermiques sur les propriétés en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus

- **Effet des traitements thermiques**

Dans une étude publiée en 2005, Cao et Kennedy **[Cao-2005b]** se sont intéressés à l'influence du type de gamme de traitements thermiques utilisé (avec remise en solution ou Direct Aging) sur les propriétés en traction et en fluage de l'alliage.

Les résultats de cette étude montrent que l'utilisation de la gamme de traitements thermiques Direct Aging plutôt que la gamme de traitements thermiques avec remise en solution, permet d'améliorer la limite d'élasticité et la contrainte maximale de l'alliage en traction tout en diminuant sa ductilité, et permet également un net allongement du temps à la rupture en fluage (Figure 2-25). Cette amélioration de la résistance de l'alliage lorsque celui-ci est traité avec la gamme Direct Aging est due, ainsi que Cao et Kennedy le précisent, à la conservation de l'écrouissage provenant du forgeage. En effet les traitements thermiques, utilisés dans la gamme de traitements thermiques Direct Aging, sont réalisés à relativement basse température, ce qui ne permet pas la restauration de la microstructure de dislocations, d'autant plus que celle-ci est ancrée sur les précipités de phase γ' qui ont germé au cours du refroidissement après forgeage.

On constate également que la température de forgeage influence la durée de vie en fluage de l'alliage. Ainsi plus la température de forgeage est élevée, plus la durée de vie est allongée Figure 2-25. Ceci est notamment dû à la taille de grain qui est plus grande lorsque la température de forgeage est plus élevée, réduisant ainsi la quantité de joints de grains au niveau desquels se localise la déformation en fluage.

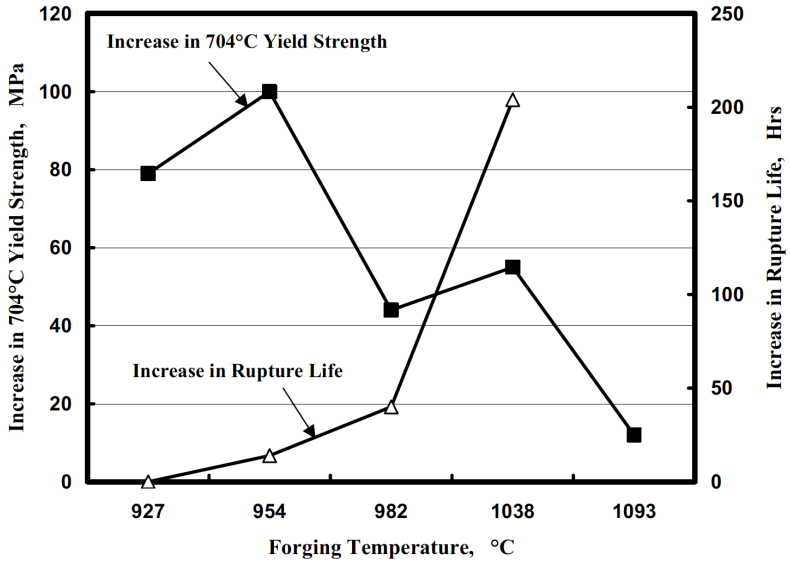


Figure 2-25 : Différence entre les propriétés (limite d'élasticité $\sigma_E(DA) - \sigma_E(RS($, et temps à la rupture en fluage 704°C/552MPa, $t_r(DA) - t_r(RS()$ de l'alliage ATI 718Plus traité avec la gamme de traitements thermiques avec remise en solution ou avec la gamme de traitements thermiques Direct Aging en fonction de la température de forgeage [Cao-2005b].

2.5.4 Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage

ATI Allvac a également testé les propriétés en propagation de fissure de l'alliage ATI 718Plus à 650°C, dans deux conditions : avec une sollicitation appliquée selon un signal triangle (fatigue) (Figure 2-26), et avec une sollicitation appliquée selon un signal trapézoïdal (fatigue-fluage) (Figure 2-27).

En fatigue l'alliage ATI 718Plus présente une vitesse de propagation de fissure plus lente que celles des alliages Inconel 718 et Waspaloy, et, après vieillissement, l'alliage ATI 718Plus ne voit pas sa vitesse de propagation de fissure augmenter significativement.

À l'inverse en fatigue-fluage, l'alliage ATI 718Plus présente une vitesse de propagation de fissure bien supérieure à celles des alliages Inconel 718 et Waspaloy. Cependant un vieillissement de 350 heures à 760°C permet d'améliorer la résistance de l'alliage à la propagation de fissure.

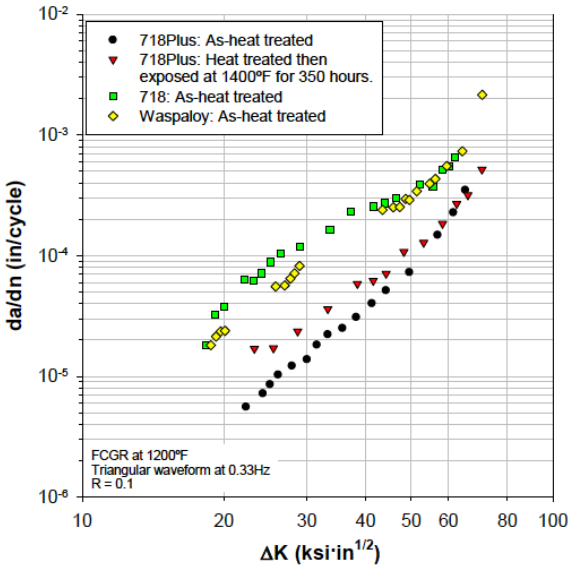


Figure 2-26 : comparaison des courbes de fissuration des alliages ATI 718Plus (traité de façon standard et vieilli), de l'Inconel 718, et du Waspaloy lors d'une sollicitation en fatigue [ATI Allvac 2010].

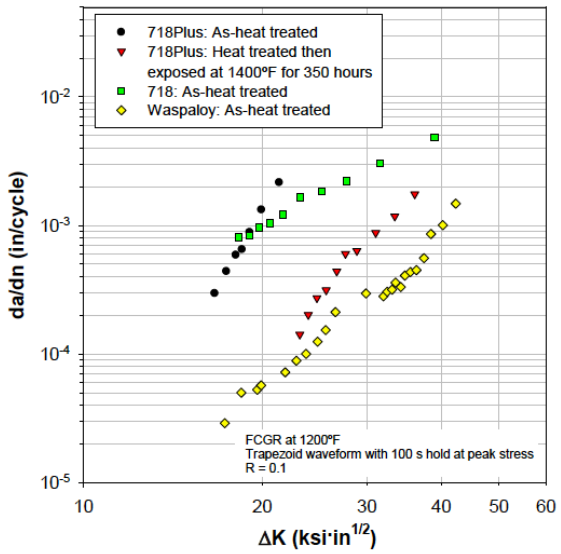


Figure 2-27 : comparaison des courbes de fissuration des alliages ATI 718Plus (traité de façon standard et vieilli), de l'Inconel 718, et du Waspaloy lors d'une sollicitation en fatigue-fluage [ATI Allvac 2010].

Chapitre 3
-
Étude de la précipitation dans l'alliage ATI 718Plus

Chapitre 3 - Étude de la précipitation dans l'alliage ATI 718Plus

Ce chapitre est consacré à la caractérisation de la microstructure du superalliage ATI 718Plus.
La première partie de ce chapitre présente les différents états métallurgiques dans lesquels l'alliage a été étudié.
La seconde partie apporte les premiers éléments nécessaires à la compréhension de la métallurgie de l'alliage. Cette première approche a consisté à rechercher les différentes températures auxquelles se produisent des transformations de phases. Cette recherche a été conduite par différentes méthodes : physiques (dilatométrie et ATD) et métallographique.
La troisième partie présente les investigations cristallographiques réalisées en MET sur la phase intergranulaire pour identifier sa structure cristallographique, sa composition chimique, et les relations de cohérence entre cette phase et la matrice.
Enfin la dernière partie du chapitre est consacrée à l'étude du domaine de précipitation de la phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus pour différents états métallurgiques

Sommaire :

3.1 Présentation des matériaux étudiés 41
3.1.1 "État billette" 41
3.1.2 Tranche de disque forgé 43
3.1.3 Galets forgés 44
3.2 Analyse des points de transformation 44
3.2.1 Dilatométrie et ATD 44
3.2.2 Température de solvus de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) 47
3.2.3 Influence de la vitesse de trempe sur la précipitation de γ' 49
3.3 Détermination de la nature de la phase intergranulaire 51
3.3.1 Identification cristallographique de la structure de la phase intergranulaire 52
3.3.2 Relation entre la phase η-Ni_3Ti et la matrice γ 57
3.3.3 Comparaison avec les données publiées dans la littérature 59
3.4 Identification chimique des phases de l'alliage 60
3.5 Diagramme TTT 61
3.5.1 Détermination expérimentale du diagramme TTT de la phase η 61
3.5.2 Comparaison avec les données publiées dans la littérature 64
3.6 Conclusions 68

3.1 Présentation des matériaux étudiés

Pour les différents besoins de l'étude, l'alliage ATI 718Plus a été analysé dans différents états de transformation. On distinguera ainsi, au cours de cette étude métallurgique, trois "types de matériaux" différents :

- la **billette**, qui est l'état dans lequel est livré l'alliage après élaboration de l'alliage par ATI Allvac ;
- la **tranche de disque**, qui est un coupon d'un disque annulaire forgé en couronne et traité thermiquement par Snecma ;
- les **galets** ; neuf galets ont été forgés selon différentes gammes de forgeage.

3.1.1 "État billette"

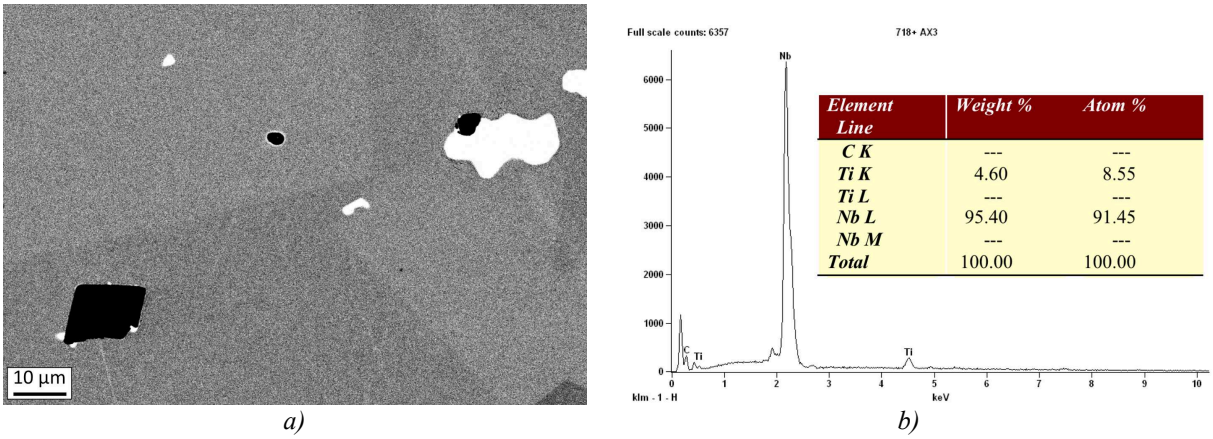
Les lingots élaborés par double fusion VIM+VAR ou triple fusion VIM+ESR+VAR ont ensuite probablement subi un traitement de remise en solution totale (homogénéisation supersolvus) avant d'être transformés en billette, vraisemblablement par forgeage rotatif ("cogging", abusivement appelé "GFM" du nom de l'entreprise qui a conçu la machine de forgeage rotatif).

Les observations en microscopie optique et en MEB montrent de manière fréquente des particules de deux types. (Figure 3-1)

Le premier type de particules de forme polyédrique apparaît en microscopie optique d'une couleur rose-orangée et présente en microscopie électronique à balayage (MEB avec un signal en électrons rétrodiffusés) un contraste sombre. Les analyses en EDS en MEB et en microsonde de Castaing (WDS) réalisées sur ce type de particules ont révélé une forte teneur en Titane. Ces particules polyédriques sont donc des carbonitrures de Titane Ti(C,N).

Le second type de particules rencontrées dans l'alliage ATI 718Plus n'a pas de forme définie et apparaît avec un contraste sombre en microscopie optique tandis qu'en MEB en électrons rétrodiffusés ces particules apparaissent avec un contraste clair. La composition élémentaire de ces particules a été évaluée en EDS en MEB (Figure 3-1) et en WDS en excluant le pic du Carbone des calculs de quantifications réalisés sur le spectre d'analyse. En effet, du Carbone est produit au point d'impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon pendant l'analyse, par craquage des vapeurs d'huile contaminant le vide de la colonne de l'appareillage. La quantité de carbone détectée et mesurée est donc supérieure à celle contenue effectivement dans la zone de l'échantillon dont on cherche la composition. Le calcul de la composition, réalisé en utilisant les méthodes de correction standard, tout en excluant la quantité de carbone détectée, fait apparaître un déficit en masse d'environ 10% par rapport à la valeur calculée en fonction des paramètres d'acquisition. En faisant l'hypothèse que ces 10% massiques peuvent être attribués à la présence de Carbone dans les compositions des particules analysées, on trouve que celles-ci s'approchent de la composition d'un carbure primaire NbC. Cependant, l'hypothèse qu'il s'agisse de particules de Niobium "infondues" au cours de l'élaboration ne peut être écartée en l'absence d'analyses de la structure cristallographique.

En revanche la présence de précipités de phase intergranulaire δ-Ni_3Nb n'a pu être décelée ni en microscopie optique ni en MEB.



a) *b)*

Figure 3-1: a) micrographie en MEB (en électrons rétrodiffusés) sur l'état billette de carbonitrure de Ti (contraste sombre) et de particule riche en Nb (contraste clair) ; b) spectre EDS réalisé sur la particule riche en Nb au contraste clair.

Les observations microstructurales réalisées en MET ont mis en contraste une microstructure de dislocations (Figure 3-2) de très forte densité qui résulte probablement de la dernière étape de mise en forme de la billette. Le contraste tourmenté des images dû à cette microstructure de dislocations ne permet pas de mettre en évidence la présence éventuelle de précipités de phase δ-Ni_3Nb. Les clichés de diffraction réalisés dans des grains uniques ne révèlent la présence que des phases γ et γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb). En particulier on vérifie que la phase γ''-Ni_3Nb n'a pas précipité dans les conditions de traitements thermomécaniques d'élaboration de la billette. Les images en champ sombre (Figure 3-2) des précipités de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) permettent de mesurer une taille de précipités (formés au refroidissement depuis la température de la dernière étape de la mise en forme de la billette) de l'ordre de 100 nm.

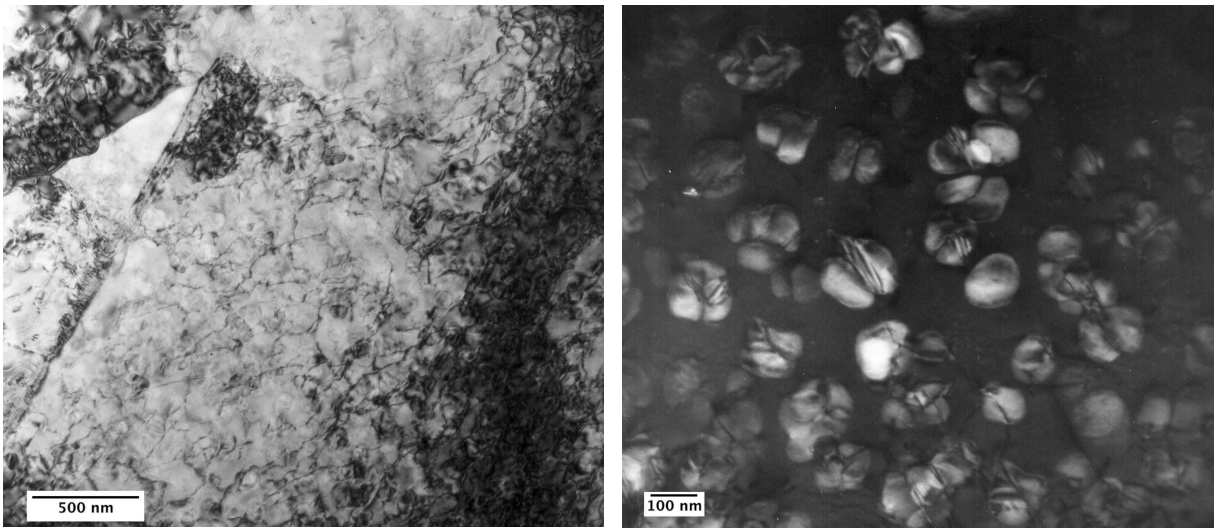


Figure 3-2 : micrographies réalisées en MET sur la billette de la microstructure de dislocations (à gauche), et des précipités de phase γ' vus en champ sombre.

3.1.2 Tranche de disque forgé

Un disque de turbine pour moteur CFM56 a été forgé par Snecma à partir d'un lopin prélevé dans une billette élaborée par triple fusion (VIM+ESR+VAR). La gamme de traitements thermomécaniques suivante a été appliquée au lopin :

- maintien à 985°C,
- écrasement de la billette pour obtenir un galet,
- poinçonnage du galet pour extraire le débouché et obtenir une couronne,
- laminage circulaire à 1040°C,
- laminage à 985°C pour obtenir une couronne plus large,
- passage au pilon à 985°C.

La couronne forgée est ensuite soumise à la gamme de traitements thermiques qualifiée de *"Direct Aging"*, car il n'y a pas d'étape de remise en solution. Cette gamme de traitements thermiques est composée d'un premier traitement de revenu à 788°C pendant 8 heures suivi d'un refroidissement à 50°C/h jusqu'à 650°C, puis d'un maintien à 650°C pendant 8 heures. La couronne ainsi obtenue a une taille de grain comprise entre 9 ASTM (16 µm) et 12 ASTM (6 µm) centrée sur 10-12 ASTM (11-6 µm).

Pour l'étude de la microstructure de cette pièce forgée, une tranche de 1 cm d'épaisseur a été découpée dans cette couronne.

Les observations réalisées en MET ont montré que la fraction volumique de phase δ-Ni_3Nb paraît inférieure à la valeur de 5 vol% annoncée par ATI Allvac. De plus la taille des précipités de phase δ-Ni_3Nb est de l'ordre de 1 µm et ceux-ci sont plus souvent présents en amas que le long des joints de grains (Figure 3-3). Les précipités de phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$ sont sphéroïdaux de 60 à 70 nm de diamètre (Figure 3-3). La fraction volumique de cette phase semble plus importante dans l'état "forgé" que dans l'état "billette".

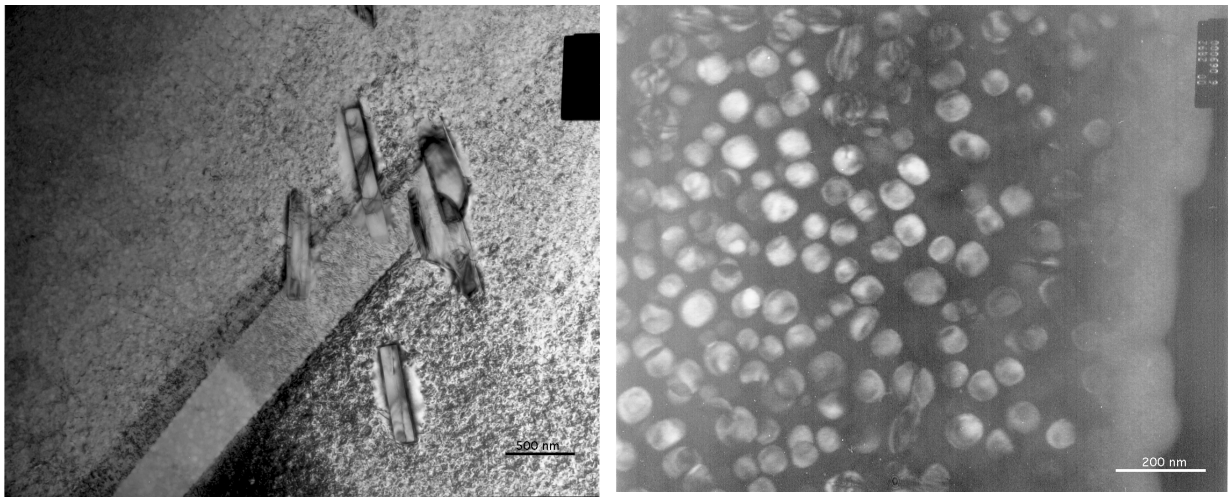


Figure 3-3 : micrographies réalisées en MET sur l'état forgé illustrant des précipités de phase δ distribués en amas le long d'une macle (à gauche) et des précipités de phase γ' imagés en champ sombre.

La mise en contraste de la microstructure de dislocations montre des dislocations au cœur étendu et révèle en fait la précipitation de γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$ le long des lignes de dislocation. La croissance des précipités de phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$ modifie l'arrangement local des atomes à proximité de la ligne de dislocation originale qui perd alors ses caractéristiques de défaut cristallin linéaire et se transforme en une succession de fautes d'empilement très locales.

Enfin les clichés de diffraction ne montrent aucune trace de précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb.

3.1.3 Galets forgés

Au cours de l'étude neuf galets ont été forgés suivant différentes gammes de forgeage afin de tester les propriétés mécaniques de l'alliage ATI 718Plus pour diverses microstructures.

La description des gammes de forgeage de ces galets et de leurs microstructures est faite dans le Chapitre 4.

3.2 Analyse des points de transformation

Afin d'être en mesure de définir des gammes de traitements thermiques permettant de contrôler la microstructure de l'alliage, il est nécessaire de connaître précisément les températures de transformations des phases présentes dans l'alliage.

Dans un premier temps des analyses en dilatométrie et en ATD ont été réalisées, pour permettre une première estimation des températures de solvus de la phase γ' et de la phase intergranulaire. Ces températures ont ensuite été précisées par métallographie.

3.2.1 Dilatométrie et ATD

Une première approche dans la détermination des points de transformation de phase de l'alliage ATI 718Plus a été réalisée grâce à un essai de dilatométrie et une analyse ATD (Analyse Thermique Différentielle). Ces essais ont été réalisés dans le laboratoire de l'usine Aubert & Duval des Ancizes.

Les différents échantillons utilisés pour la réalisation des essais sont issus d'une billette de diamètre 250 mm élaborée par double fusion VIM+VAR par ATI Allvac. Les éprouvettes ont été prélevées dans une zone comprise entre 30 et 65 mm de l'axe de la billette.

L'essai de dilatométrie permet de mesurer la variation de longueur d'une éprouvette soumise à une variation de température. Les variations de longueur enregistrées sont dues à la dilatation thermique de l'échantillon ainsi qu'à des modifications de la microstructure de l'alliage telles que la dissolution ou la précipitation de certaines phases.

Pour déterminer les températures de transformation de phase un essai a été réalisé sur le dilatomètre Bähr, dans lequel a été placée une éprouvette cylindrique de diamètre 3 mm et de longueur 10 mm. La température a été suivie grâce à un thermocouple de type S (Platine-Rhodium (10 %) / Platine) soudé sur l'éprouvette.

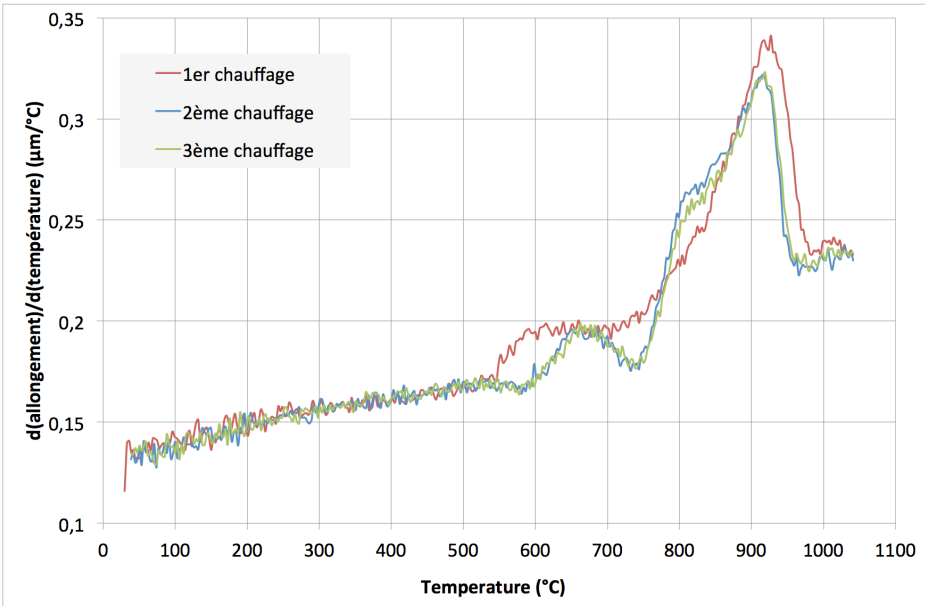
L'éprouvette utilisée est un échantillon de billette dont on ne connaît pas l'historique en termes de traitements thermomécaniques. Pour s'affranchir de cette inconnue, l'essai de dilatométrie a été mené en trois cycles successifs avec à chaque fois un palier à 1050°C pendant 40 minutes qui permet la remise en solution totale de l'échantillon.

Le cycle thermique appliqué trois fois successivement est le suivant :

- chauffage depuis 30°C jusqu'à 1050°C à 17°C/min ;
- maintien à 1050°C pendant 40 minutes ;
- refroidissement depuis 1050°C jusqu'à 30°C à 100°C/min.

Les courbes présentées dans la Figure 3-4 ont été obtenues par dérivation de l'allongement mesuré en fonction de la température.

a)



b)

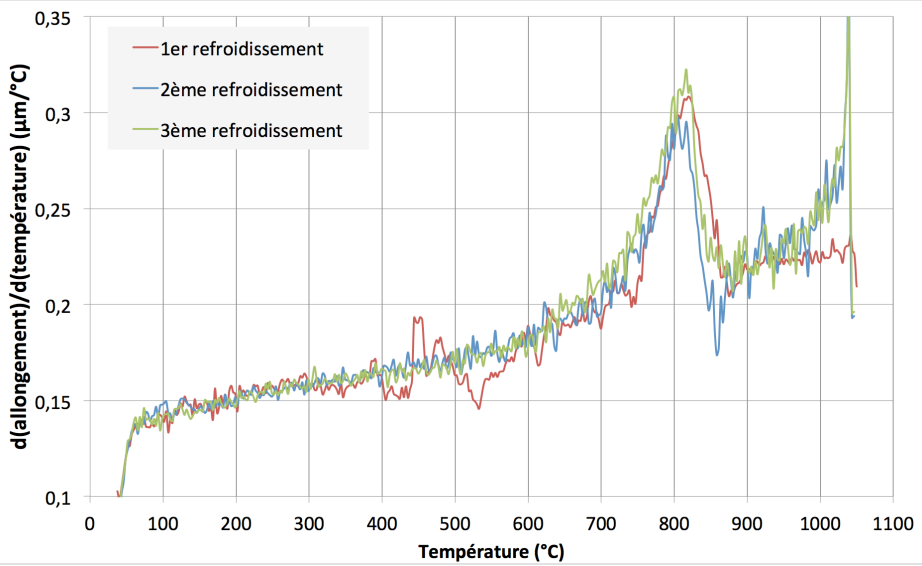


Figure 3-4 : courbes de dilatométrie a) au chauffage, b) et au refroidissement réalisées sur un échantillon d'alliage ATI 718Plus à l'état billette.

La courbe au chauffage (Figure 3-4-a) lors du premier cycle est différente de celles obtenues lors du deuxième et troisième cycle. Cette différence est due à la différence de microstructure entre le premier chauffage où la microstructure est celle de la billette, et le deuxième et

troisième chauffage où la microstructure est issue d'un refroidissement à 100°C/min après une remise en solution à 1050°C.

Comme l'historique thermomécanique de la billette n'est pas connu, on s'intéressera uniquement au deuxième et au troisième cycle au chauffage.

Les courbes enregistrées lors du deuxième et du troisième chauffage montrent un premier évènement entre 580°C et 730°C dû à la dissolution de précipités γ' générés à basse température au cours du refroidissement précédant le chauffage, puis un second plus important entre 730°C et 970°C lié à la dissolution des précipités de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb).

Lors des refroidissements (Figure 3-4-b) après un maintien de 40 minutes à 1050°C, les courbes dilatométriques montrent une première étape entre 1050°C et environ 870°C lors de laquelle l'échantillon se rétracte de façon linéaire, puis une forte contraction entre environ 870°C et 710°C liée à la précipitation de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb), et enfin une dernière étape lors de laquelle l'échantillon se rétracte de nouveau de manière quasi linéaire.

En parallèle de cet essai de dilatométrie, une analyse ATD a été réalisée en appliquant la séquence thermique suivante :

- chauffage de 20°C à 1020°C à 5°C/min,
- maintien à 1020°C pendant 40 minutes,
- refroidissement de 1020°C à 20°C à 10°C/min.

Comme cette analyse ATD a été réalisée en un seul cycle sur un échantillon de billette dont l'historique thermomécanique est inconnu, les résultats obtenus lors du chauffage ne peuvent être utilisés qu'à titre indicatif.

La courbe ATD enregistrée (Figure 3-5) fait apparaître lors du chauffage un premier pic entre 510°C et 700°C qui peut être attribué à la dissolution de précipités γ' générés à basse température au cours du dernier refroidissement subi par la billette, et un second pic entre 700°C et 965°C lié à la dissolution des précipités de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb).

Au refroidissement le pic provoqué par la précipitation de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) s'amorce très nettement à partir de 890°C pour se terminer vers 700°C.

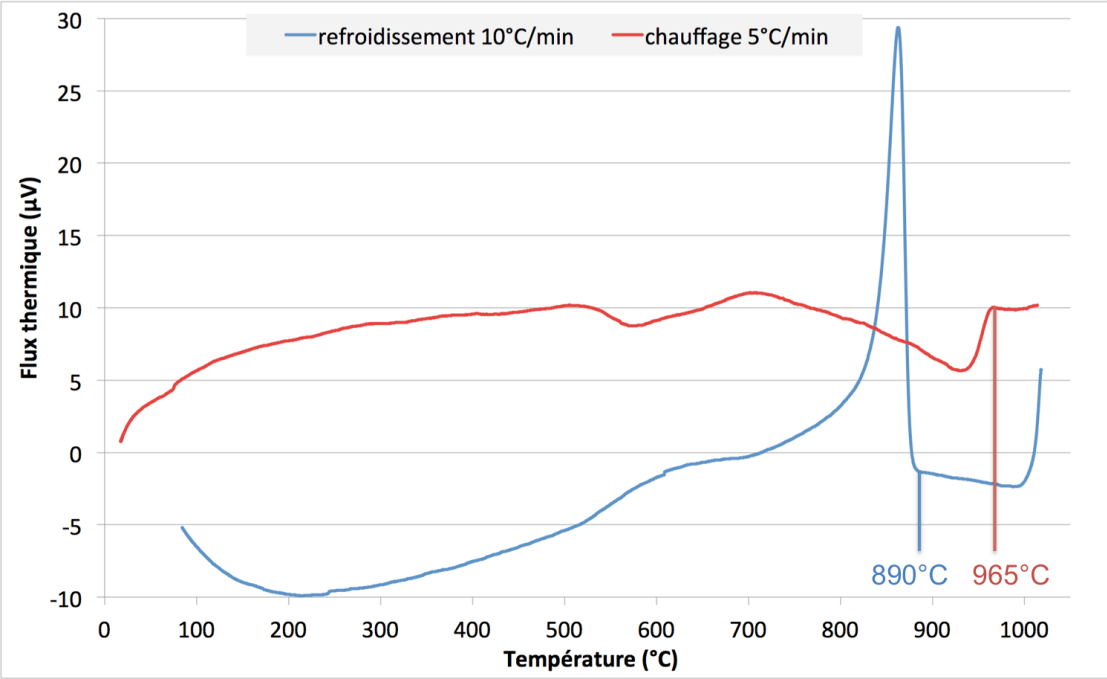


Figure 3-5 : Courbe ATD au chauffage (5°C/min) et au refroidissement (10°C/min) réalisée sur un échantillon d'alliage ATI 718Plus à l'état billette.

Finalement l'essai de dilatométrie en trois cycles et l'analyse ATD ont permis de situer **la température de fin de dissolution de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) entre 960°C et 970°C pour une vitesse de chauffage de 5°C/min et la température de début de précipitation entre 870°C et 890°C pour une vitesse de refroidissement de 10°C/min.**

Toutefois ni l'essai de dilatométrie ni l'analyse ATD n'ont permis de détecter les températures de dissolution et de précipitation de la phase intergranulaire. Ceci a été initialement attribué au fait qu'il y a très peu, voire pas de phase intergranulaire dans la microstructure de l'alliage à l'état de billette.

3.2.2 Température de solvus de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb)

Les techniques d'analyses précédemment utilisées (dilatométrie et ATD) donnent des températures de transformations relatives à un chauffage ou un refroidissement continus à une vitesse contrôlée.

Elles permettent de déterminer approximativement les températures des transformations isothermes dont la connaissance est nécessaire pour définir les paramètres de traitements thermiques qui permettent de contrôler la microstructure.

Ainsi, de manière à préciser la température de solvus de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb), des maintiens isothermes ont été réalisés à des températures proches de la température de solvus estimée par dilatométrie et ATD, et les microstructures obtenues ont été caractérisées en MET.

Ainsi des échantillons provenant de la couronne forgée ont été traités à 940°C, 960°C, 980°C, 990°C et 1000°C pendant une heure puis trempés à l'huile pour figer la microstructure.

La présence de précipités de phase γ' dans la microstructure des échantillons traités a été vérifiée grâce à des analyses en diffraction électronique en aire sélectionnée en MET.

Les clichés de diffraction (Figure 3-6) réalisés sur les échantillons traités à 940°C, 960°C et 980°C présentent des taches supplémentaires correspondant à la diffraction des précipités de phase γ'. Ces taches supplémentaires ne sont, en revanche, pas visibles sur les clichés de diffraction réalisés sur les échantillons traités à 990°C et 1000°C.

On note qu'aucun des clichés de diffraction ne présente de taches correspondant à la précipitation de la phase γ'' dont la présence est suggérée dans la bibliographie.

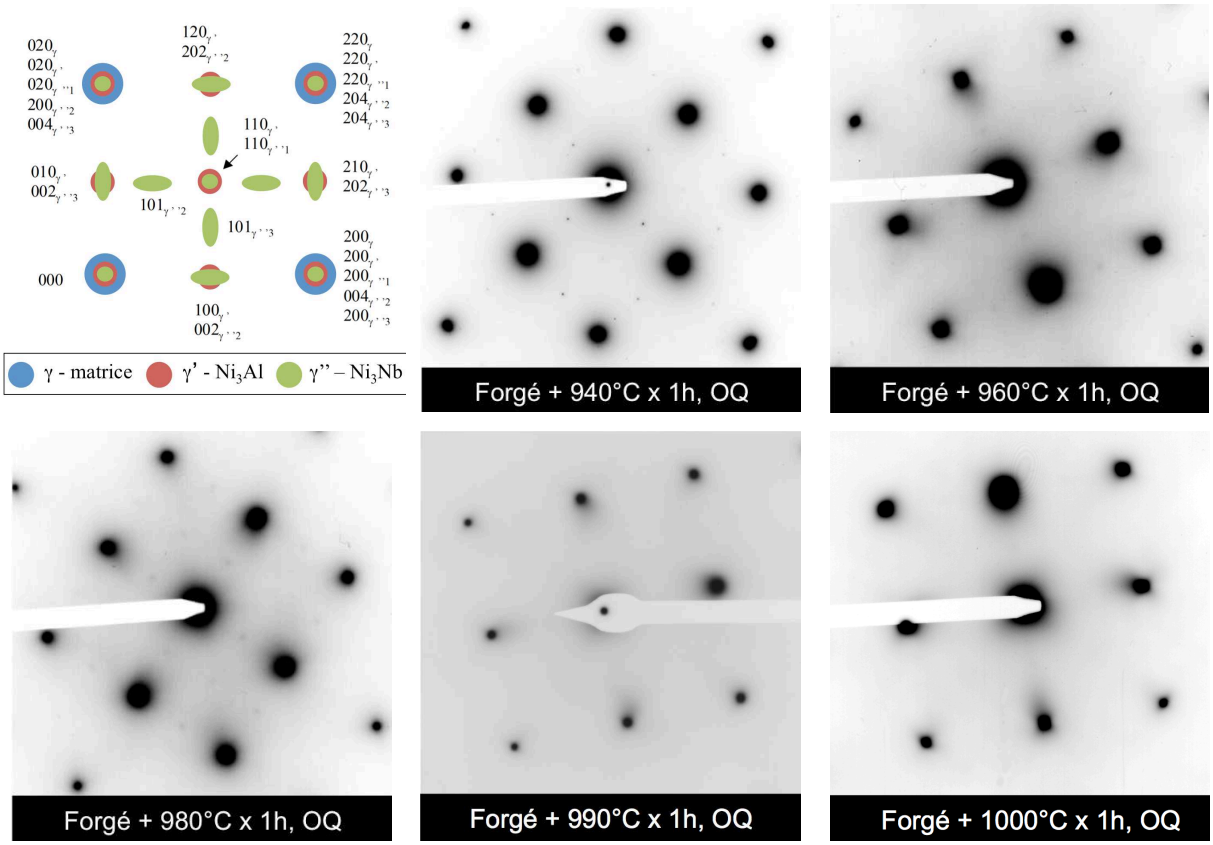


Figure 3-6 : schéma décrivant le cliché d'axe de zone <100>$_\gamma$ d'une matrice γ et des précipités de phase γ' et γ'' (γ'' orientée selon ses trois variants) et clichés de diffraction réalisés sur les échantillons traités de façon isotherme à 940°C, 960°C, 980°C, 990°C et 1000°C puis trempés à l'huile (axe de zone [100]$_\gamma$).

Finalement les analyses menées sur des échantillons de superalliage ATI 718Plus à l'état forgé puis traités de manière isotherme montrent que l**a température de solvus des précipités de phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) est comprise entre 980°C et 990°C**.

Toutefois ce résultat doit être nuancé. En effet la température de solvus de la phase γ' a ici été déterminée dans une microstructure contenant très peu de phase intergranulaire, phase qui comme la phase γ' consomme de l'Aluminium, du Titane et du Niobium.

Ainsi dans une microstructure sans précipitation de phase intergranulaire, la totalité de la concentration en Aluminium, Titane et Niobium de l'alliage est disponible dans la matrice pour participer à la précipitation de la phase γ', permettant d'obtenir la plus grande fraction volumique possible de phase γ'.

Dans une microstructure contenant une fraction volumique importante de phase intergranulaire, celle-ci aura capté une partie non négligeable de l'Aluminium, du Titane et du Niobium de l'alliage, appauvrissant d'autant la matrice en ces éléments. La fraction volumique de phase γ' dans cette microstructure riche en phase intergranulaire sera alors plus faible que dans la microstructure sans précipitation de phase intergranulaire. De plus la composition chimique des précipités de phase γ' sera également différente, et très probablement moins riche en Titane et Niobium.

Finalement l'abaissement de la fraction volumique de phase γ' et le fait que la composition chimique des précipités γ' soit appauvrie en Titane et Niobium aura pour conséquence d'abaisser la température de solvus de cette phase.

3.2.3 Influence de la vitesse de trempe sur la précipitation de γ'

L'influence de la vitesse de trempe sur la précipitation de la phase γ' après remise en solution totale des phases précipitées dans l'alliage a également été étudiée.

Cette étude a été effectuée sur le dilatomètre Bähr du laboratoire de l'usine Aubert & Duval des Ancizes, car cet instrument permet d'accéder à une large gamme de vitesses de trempe et de bien contrôler celles-ci.

Pour cette étude, les éprouvettes prélevées dans la billette ont été chauffées jusqu'à 1020°C, maintenues à cette température 40 minutes de façon à dissoudre les précipités de phase γ' et de phase intergranulaire, puis trempées selon cinq vitesses de refroidissement : 1000°C/min, 700°C/min, 500°C/min, 100°C/min et 10°C/min.

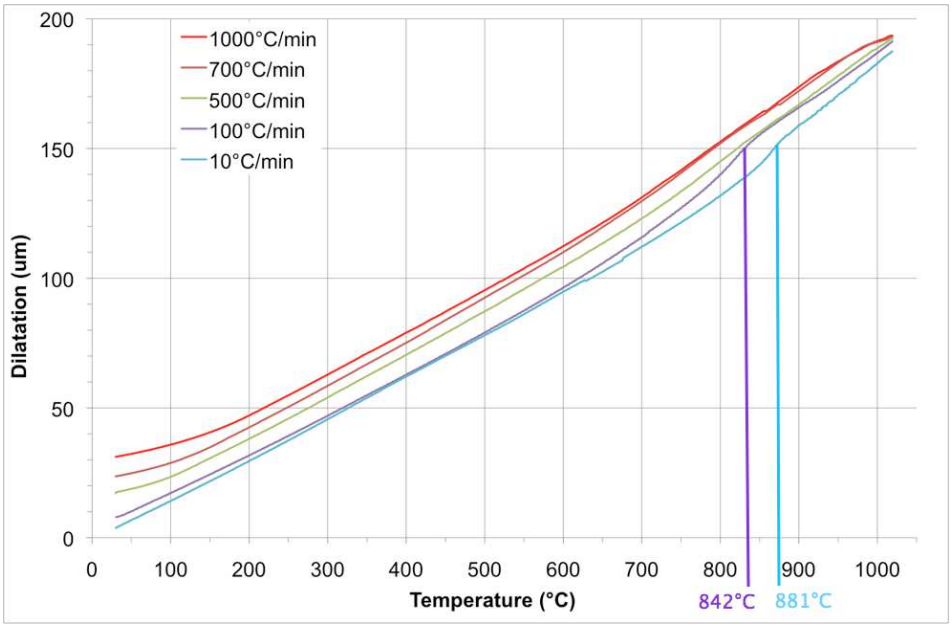
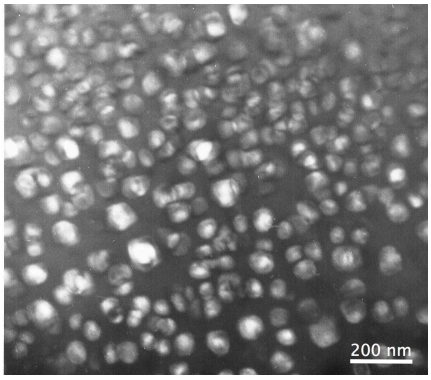


Figure 3-7 : courbes de dilatométrie obtenues au refroidissement après une remise en solution de 40 minutes à 1020°C d'échantillons de billette.

Sur les courbes de dilatométrie (allongement en fonction de la température) enregistrées lors de la trempe (Figure 3-7), la précipitation de la phase γ' est visible uniquement sur les courbes correspondant aux deux vitesses de trempe les plus lentes : 10°C/min et 100°C/min.

Cependant des précipités γ' très fins ont pu précipiter pour les vitesses de trempe plus élevées, sans que ceux-ci ne provoquent de variation de longueur visible du fait de la faible fraction volumique précipitée. Pour détecter la présence de ces précipités de phase γ' très fins, la microstructure de chaque échantillon a été analysée en MET. Ces analyses ont d'abord consisté à rechercher la présence de précipités de phase γ' grâce à des analyses en diffraction électronique, puis, lorsque que cela était possible, à mesurer la taille de ces précipités en les imageant en champ sombre (Figure 3-8).

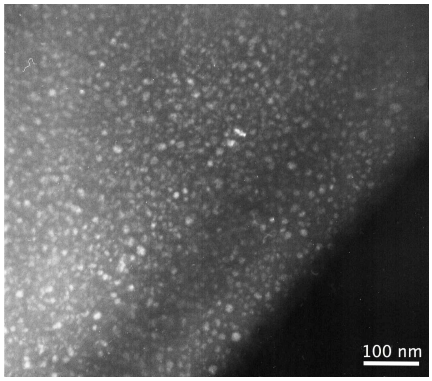
Vref = 10°C/min.



Champ sombre sur g = 300

Taille de γ' ≈ 50-70 nm

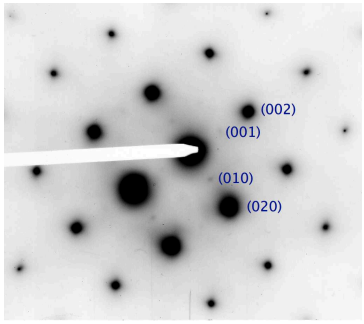
Vref = 100°C/min.



Champ sombre sur g = 300

Taille de γ' ≈ 10 nm

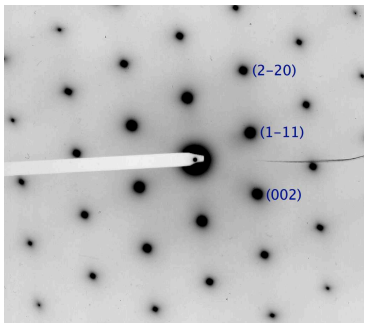
Vref = 500°C/min.



Cliché de diffraction sur γ/γ', axe de zone [100]

Des taches de diffraction de faible intensité révèlent la précipitation de phase γ'

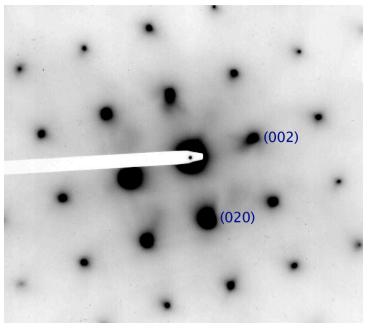
Vref = 700°C/min.



Cliché de diffraction sur γ/γ', axe de zone [110]

Pas de précipitation de γ'

Vref = 1000°C/min.



Cliché de diffraction sur γ/γ', axe de zone [100]

Pas de précipitation de γ'

Figure 3-8 : étude en MET de la précipitation de γ' dans les échantillons correspondant aux cinq vitesses de refroidissement testées.

L'analyse en diffraction électronique en MET de la microstructure des éprouvettes de dilatométrie n'a révélé aucune précipitation de phase γ' pour les trempes à 1000°C/min et à 700°C/min. Pour la vitesse de trempe de 500°C/min des taches de diffraction de γ', de très faible intensité, sont décelables sur le cliché de diffraction, indiquant la précipitation d'une faible fraction volumique de phase γ' sous la forme de précipités γ' trop petits pour être mis en contraste en champ sombre. Aux vitesses de refroidissement de 100°C/min et 10°C/min, les précipités de phase γ' sont visibles en champ sombre, et ont des tailles d'environ 10 nm et de 50 à 70 nm respectivement.
De plus les observations réalisées sur ces éprouvettes n'ont révélé ni la présence de précipités de phase intergranulaire ni celle de précipités de phase γ''-Ni_3Nb.

3.3 Détermination de la nature de la phase intergranulaire

Dans l'alliage ATI 718Plus, la phase intergranulaire précipite, principalement aux joints de grains, sous forme de lattes de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et de quelques centaines de nanomètres voire de plusieurs micromètres de longueur (Figure 3-9).

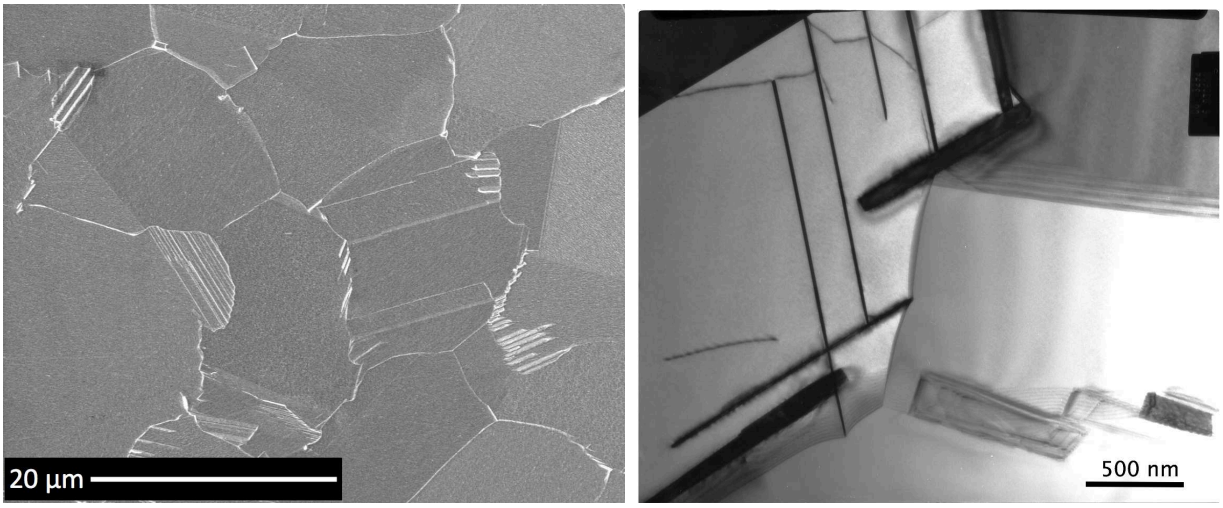


Figure 3-9 : micrographies en MEB (à gauche) et en MET (à droite) représentant la précipitation de phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus.

Cette phase intergranulaire en lattes présente dans l'alliage ATI 718Plus est identifiée par ATI Allvac et dans la bibliographie **[Stotter-2008]**, **[Sommitsch-2008]**, **[McDevitt-2009]**, **[Unocic-2010]**, **[Ding-2010]** comme la phase de structure orthorhombique δ-Ni_3Nb. Cependant la morphologie de cette phase observée en MEB et en MET, est différente de celle de la phase δ-Ni_3Nb observée dans l'Inconel 718.

En effet, dans l'Inconel 718, la phase δ-Ni_3Nb a une morphologie dite "globulaire" (Figure 3-10-a), tandis que les précipités de phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus ont une morphologie en lattes qui ressemble à la morphologie des précipités de phase η-Ni_3Ti observée dans l'Inconel 706 (Figure 3-10-b).

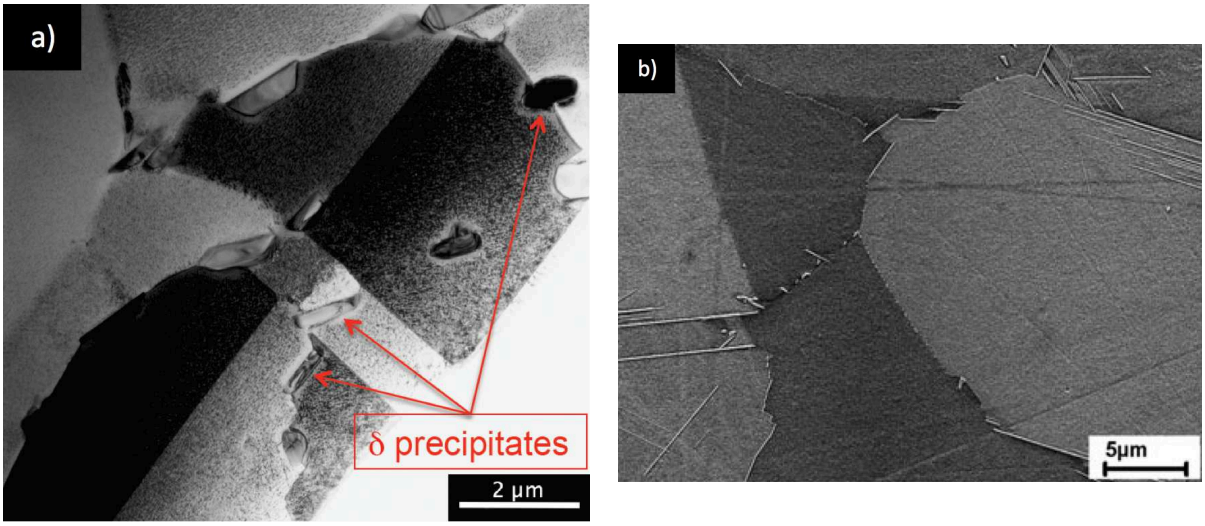


Figure 3-10 : (a) image MET de la précipitation de phase δ-Ni_3Nb dans l'alliage Inconel 718 ; (b) image MEB de la précipitation de phase η-Ni_3Ti dans l'alliage Inconel 706 (traité 1000°C x 2h + 850°C x 3h + 720°C x 8h) [Del Genovese-2005].

Ces observations nous ont amené à nous interroger sur la nature de la phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus : s'agit-il effectivement de la phase δ-Ni_3Nb de structure orthorhombique comme l'annonce ATI Allvac, ou s'agit-il d'une phase de type η-Ni_3Ti ayant une structure hexagonale (Tableau 3-1) ?

	δ-Ni_3Nb	**η-Ni_3Ti**
Système	orthorhombique	hexagonal
Strukturbericht	$D0_a$	$D0_{24}$
Groupe d'espace	Pmmn	$P6_3/m$ mc
Paramètres	a = 5,114 Å b = 4,244 Å c = 4,538 Å	a = 5,1010 Å c = 8,3067 Å

Tableau 3-1 : Données cristallographiques [Villars-1997] sur les phases δ-Ni_3Nb et η-Ni_3Ti.

Afin de lever ces doutes sur la nature de la phase intergranulaire présente dans le superalliage ATI 718Plus, des analyses en diffraction électronique en aire sélectionnée en MET ont donc été menées pour identifier la structure cristallographique de cette phase.

3.3.1 Identification cristallographique de la structure de la phase intergranulaire

Les analyses en diffraction électronique ont été réalisées sur un échantillon prélevé dans la couronne forgée. Cet échantillon a été choisi car l'une des lames minces qui en a été extraite présente un précipité isolé de phase intergranulaire, de taille assez importante pour permettre une analyse correcte (Figure 3-11).

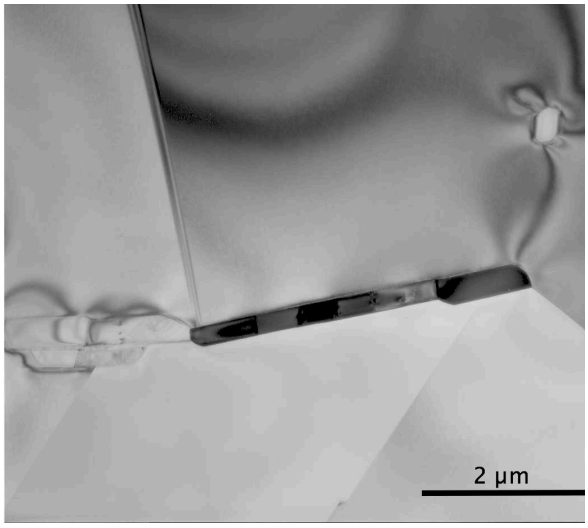


Figure 3-11 : micrographie MET en champ clair d'un précipité de phase intergranulaire dans un échantillon de couronne forgée.

Trois clichés de diffraction ont été réalisés sur ce précipité en inclinant celui-ci différemment pour chacun des clichés, afin obtenir trois sections du réseau réciproque de la phase étudiée (Figure 3-12, Figure 3-13, Figure 3-14 dans le Tableau 3-3). Les trois clichés sélectionnés correspondent aux sections du réseau réciproque les plus denses auxquelles la platine goniométrique du MET nous a permis d'accéder.

À noter que les clichés de diffraction obtenus sur ce précipité de phase en lattes dans cet échantillon sont identiques à ceux obtenus sur les précipités de phase en lattes dans tous les autres échantillons examinés en MET.

Grâce aux clichés de diffraction obtenus, il est possible de calculer certaines distances interréticulaires caractéristiques de la phase étudiée. La relation qui lie la distance entre les taches de diffraction d'une rangée et la distance interréticulaire entre les plans réticulaires normaux à cette rangée, s'écrit :

$$D^*_{hkl} = K \times \frac{1}{d_{hkl}} \qquad [1]$$

D^*_{hkl}= distance entre deux taches sur le cliché de diffraction (en mm)

d_{hkl} = distance interréticulaire entre les plans (hkl) (en Å)

K = constante de diffraction du MET (en mm.Å)

La constante de diffraction du MET est fonction de la longueur d'onde du faisceau d'électrons et de la longueur de caméra :

$$K = \lambda \times L = 0{,}0197 \text{ Å x } 1570 \text{ mm} = 30{,}9 \text{ mm.Å} \qquad [2]$$

λ = longueur d'onde

L = longueur de caméra

Sur les trois clichés de diffraction les distances entre les taches de différentes rangées ont été mesurées et les distances interréticulaires correspondantes calculées.

La distance interréticulaire de la famille de plan (hkl) d'un réseau hexagonal s'exprime en fonction des paramètres *a* et *c* selon l'expression **[Andrews-1971]** :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3a^2}(h^2 + hk + k^2) + \frac{1}{c^2}l^2 \qquad [3]$$

Dans le cas d'un réseau orthorhombique de paramètres *a, b* et *c*, $d_{(hkl)}$ s'écrit **[Andrews-1971]** :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \qquad [4]$$

À noter que chaque distance interréticulaire est caractéristique d'un type de familles de plans réticulaires équivalentes. η-Ni_3Ti a une structure de réseau hexagonal. Ce système de réseau (ou plutôt le système de réseau trigonal dont fait partie le réseau hexagonal) présente la particularité de pouvoir adopter un système d'indexation des directions et des plans réticulaires à quatre indices (au lieu de trois pour les autres système de réseau) qui permet de mettre en évidence les équivalences entre directions ou familles de plans grâce à la permutabilité des trois premiers indices. Le Tableau 3-2 montre ainsi les correspondances entre les indexations à trois indices et celles à quatre indices pour les plans réticulaires.

d_{hkl}	Série de plans équivalents	Familles de plans équivalents (hkl)	Familles de plans équivalents (hkil)
d_{001} = 8,31 Å	{001}	(001)	(0001)
d_{100} = 4,40 Å	{100}	(100) (010) (1-10)	(10-10) (01-10) (1-100)
d_{110} = 2,57 Å	{110}	(110) (1-20) (-210)	(11-20) (1-210) (-2110)

Tableau 3-2 : correspondances entre les indexations à trois indices et celles à quatre indices pour les plans réticulaires dans un réseau hexagonal.

Les distances interréticulaires obtenues sont alors comparées (Tableau 3-3) avec les distances interréticulaires des phases δ-Ni_3Nb et η-Ni_3Ti calculées sur la base des paramètres de ces deux phases (Tableau 3-1).

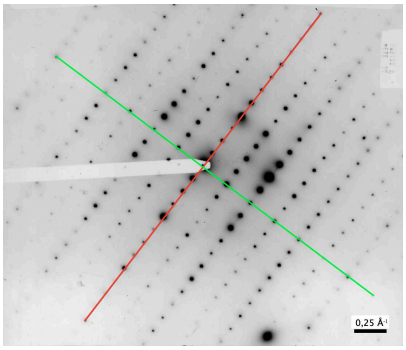
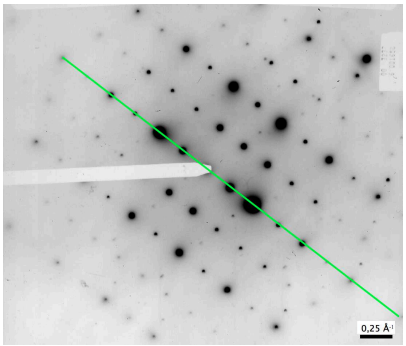
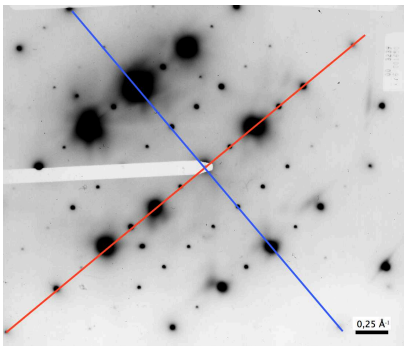
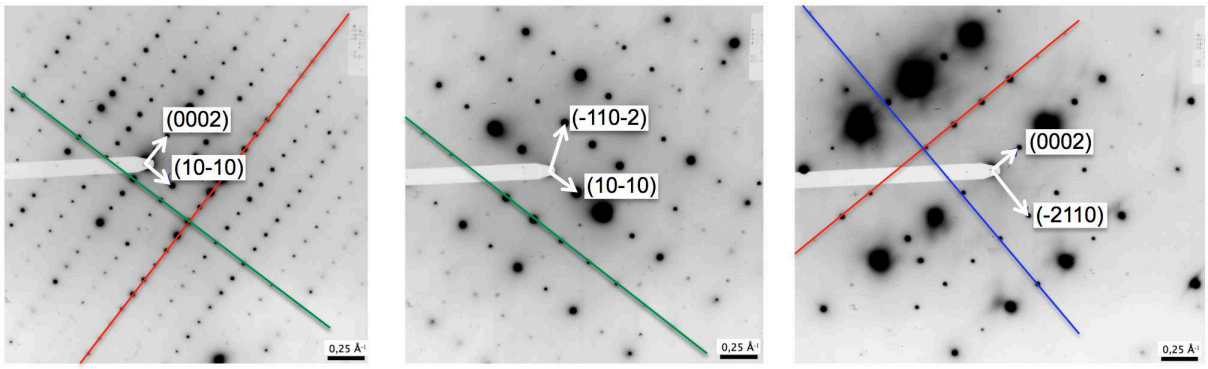
Cliché de diffraction	Rangée	D^*_{hkl} mesuré	d_{hkl} calculé	Correspondance d_{hkl} pour la phase η-Ni_3Ti	Correspondance d_{hkl} pour la phase δ-Ni_3Nb
 **Figure 3-12: cliché de diffraction n°1 sur un précipité de phase en lattes, (tilt x =-20° ; y =-19°).**	rouge	3,7 mm	8,31 Å	$d_{(0001)}$ = 8,307 Å	2 x $d_{(010)}$ = 2 x 4,244 Å = 8,488 Å
 **Figure 3-13 : cliché de diffraction n°2 sur un précipité de phase en lattes, (tilt x =17,5° ; y =-9°).**	verte	7 mm	4,40 Å	$d_{(10\text{-}10)}$ = 4,418 Å	$d_{(001)}$ = 4,538 Å
 **Figure 3-14 : cliché de diffraction n°3 sur un précipité de phase en lattes, (tilt x =-24° ; y =15°).**	bleue	12 mm	2,57 Å	$d_{(11\text{-}20)}$ = 2,551 Å	$d_{(200)}$ = 1/2 x $d_{(100)}$ = 1/2 x 5,114 Å = 2,557 Å

Tableau 3-3: dépouillement des clichés de diffraction électronique de la phase en lattes.

Les distances interréticulaires calculées pour la phase en lattes étudiée peuvent être très correctement identifiées aux distances interréticulaires de la phase η-Ni_3Ti mais la correspondance avec les distances interréticulaires de la phase δ-Ni_3Nb est très mal assurée.

Grâce à cette identification il est possible d'indexer les clichés de diffraction de la phase étudiée (Figure 3-15).



a) *b)* *c)*

Figure 3-15 : clichés de diffraction indexés d'un précipité de phase en lattes, a) axe de zone $[1\bar{2}10]$ (tilt x = -20° ; tilt y = -19°), b) axe de zone $[2\bar{4}2\bar{3}]$ (tilt x = 17,5° ; tilt y = -9°), c) axe de zone $[01\bar{1}0]$ (tilt x = -24° ; tilt y =15°).

La tache (0001) est "éteinte" pour la structure de η-Ni_3Ti, ce qui est le cas dans la section du réseau réciproque d'axe de zone $[01\bar{1}0]$, mais elle apparaît par double diffraction dans la section du réseau réciproque d'axe de zone $[1\bar{2}10]$.

En appliquant l'expression [3] pour calculer les paramètres *a* et *c* de la phase en lattes, on obtient d'ailleurs :

$$d_{001} = 8{,}31 \text{ Å} \quad \rightarrow \quad c = d_{0001} = 8{,}31 \text{ Å}$$

$$d_{100} = 4{,}40 \text{ Å} \quad \rightarrow \quad a = \frac{d_{(10\bar{1}0)}}{\cos(\frac{\pi}{6})} = 5{,}08 \text{ Å}$$

$$d_{110} = 2{,}57 \text{ Å} \quad \rightarrow \quad a = d_{(11\bar{2}0)} \times 2 = 5{,}14 \text{ Å}$$

La différence entre les deux valeurs de *a* calculées à partir des mesures de distances entre les taches sur deux clichés de diffraction différents est tout à fait raisonnable et les valeurs des paramètres *a* et *c* sont comparables aux valeurs des paramètres de maille de la phase η-Ni_3Ti données dans la littérature **[Villars-1997]** : a = 5,1010 Å, c = 8,3067 Å.

Pour compléter l'identification de phase, la projection stéréographique de la phase en lattes (Figure 3-16) a été construite à partir des trois clichés de diffraction. Le report des plans des trois clichés de diffraction sur une projection stéréographique dans le plan de la lame mince, puis, dans chacun de ces plans, des directions des rangées, permet de vérifier que l'indexation de ces rangées selon un réseau hexagonal est parfaitement cohérente :

- la rangée de tâches la plus dense, indexée (0001) est orthogonale au plan contenant les rangées $(10\bar{1}0)$ et $(\bar{2}110)$,

- le cliché contenant les rangées $(10\bar{1}0)$ et $(\bar{2}110)$ n'a pu être réalisée en MET car le plan de cette section du réseau réciproque est trop incliné par rapport au plan de la lame mince, mais un angle proche de 150° entre ces deux rangées peut être mesuré sur la projection, ce qui est bien la valeur attendue,
- de même l'intersection des plans des clichés n°2 et n°3 correspond à la rangée $(\bar{2}11\bar{2})$ que l'on identifie facilement sur chacun des deux clichés dont la distance entre taches est cohérente avec le calcul de $d_{(-211-2)}$ et la position sur la projection stéréographique.

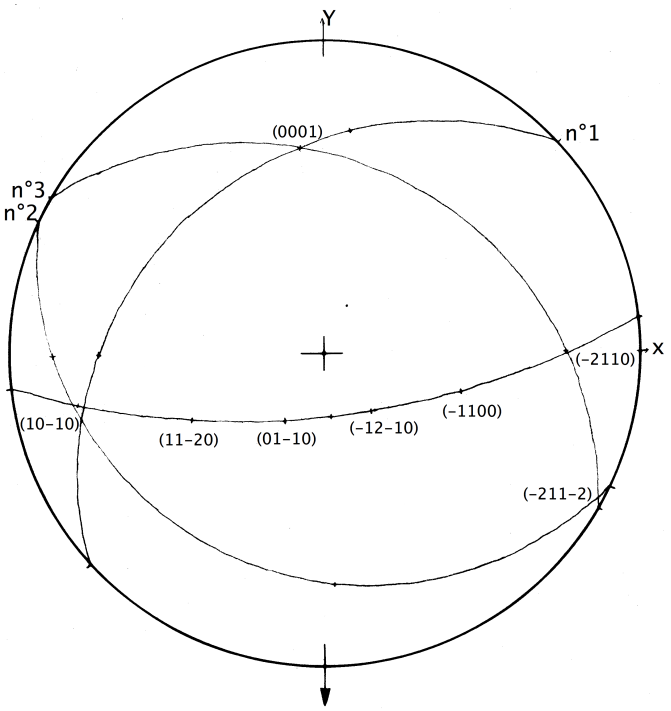


Figure 3-16 : Projection stéréographique de la phase en lattes à partir des clichés de diffraction 1, 2 et 3.

En conclusion le dépouillement des clichés de diffraction et la construction de la projection stéréographique ont permis d'identifier **la structure de la phase en lattes à celle de η-Ni_3Ti dont elle présente le réseau hexagonal, les paramètres, et les extinctions en diffraction électronique**.

3.3.2 Relation entre la phase η-Ni_3Ti et la matrice γ

La phase η-Ni_3Ti présente une cohérence très particulière avec la matrice. En effet, d'une part, la structure hexagonale $D0_{24}$ d'une phase X_3Z (par exemple Ni_3Ti) peut être considérée comme une mise en ordre des atomes de deux éléments différents X et Z (Ni et Ti dans de la cas de la phase η-Ni_3Ti) sur les sites d'une structure hexagonale compacte d'une solution solide de X et Z. D'autre part, la structure hexagonale compacte est couramment décrite comme l'empilement selon la direction *c* de plans atomiques denses selon la séquence …ABABA… . Les mêmes plans denses peuvent être empilés suivant la séquence …ABCABC… pour constituer une structure cubique à faces centrées, la normale à ces plans denses étant alors une des directions <111> dans le repère cubique. Le passage d'un

empilement cubique à faces centrées à un empilement hexagonal compact peut être obtenu par passage, tous les deux inter-plans, d'une dislocation partielle de vecteur de Burgers 1/6 <112> dans le plan {111} de l'empilement. (C'est ainsi que se développe la martensite ε hexagonale compacte dans la matrice γ cubique à faces centrées de certains aciers inoxydables au Manganèse).

En effet la séquence d'empilement des plans compacts dans une direction <111> de la structure de la matrice γ est de type ABCABCA. Dans la structure $D0_{24}$ de la phase η, la séquence d'empilement des plans compacts dans la direction [0001] est de type ABACABACA.

L'introduction de deux fautes d'empilement dans deux interplans successifs de la structure de la matrice γ modifie localement la séquence d'empilement en ABACABCA (Figure 3-17). Sur cette séquence d'empilement hexagonal peut se créer un germe de phase η, qui pourra ensuite se développer lors d'un traitement thermique.

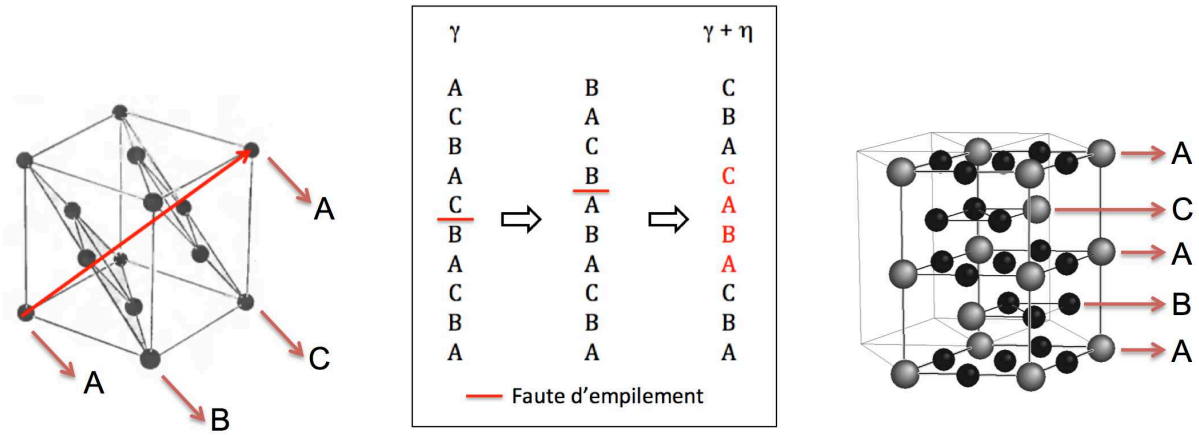


Figure 3-17 : mécanisme de germination de la phase η-Ni_3Ti à partir de la matrice γ.

La phase de type η-Ni_3Ti se développe dans la matrice de l'alliage ATI 718Plus en utilisant les sites atomiques d'une structure hexagonale compacte qui dériverait de la structure de cette matrice cubique à faces centrées par simple modification du type d'empilement des plans atomiques. Il en résulte que le paramètre c_η = 8,307 Å de cette phase hexagonale est approximativement égal à environ quatre fois la distance interréticulaire $d_{\{111\}_\gamma}$ = 2,07 Å et que a_η = 5,101 Å correspond à environ à $\|<110>\|_\gamma = a_\gamma\sqrt{(2)}$ = 5,09 Å.

Cette cohérence particulière de la phase de type η-Ni_3Ti avec la matrice facilite probablement sa croissance, depuis le joint de grains au niveau duquel elle a germé, dans la matrice du grain avec lequel elle est cohérente. L'extension des lattes dans les grains a d'ailleurs déjà été fréquemment observée (Figure 3-18). Dans l'Inconel 718, la phase δ-Ni_3Nb qui ne présente pas de relations de cohérence aussi marquées avec la matrice, en particulier en termes de sites atomiques, limite généralement sa croissance au voisinage du joint de grains.

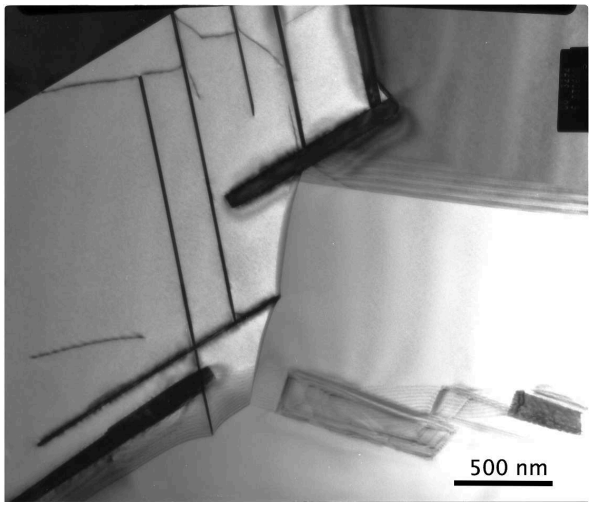


Figure 3-18 : micrographie MET des lattes de phase η-Ni_3Ti dans deux familles de plans {111}γ différentes.

3.3.3 Comparaison avec les données publiées dans la littérature

Plusieurs articles portant sur la microstructure du superalliage ATI 718Plus présentent des clichés de diffraction de la phase en lattes identiques à ceux obtenus dans cette étude.

Dans les articles de C. Sommitsch et al. **[Sommitsch-2008]**, de C. Stotter et al. **[Stotter-2008]**, de E.T. McDevitt et al. **[McDevitt-2009]**, de R. Ding **[Ding-2010]**, et de K. Löhnert et al. **[Löhnert-2010]** la phase en lattes est identifiée comme étant la phase orthorhombique δ-Ni_3Nb sur la base d'un dépouillement du cliché de diffraction n'utilisant pas toutes les taches. Dans l'article de K.A. Unocic et al. **[Unocic-2010]**, une partie des taches du cliché de diffraction est dépouillée et associée à la phase δ-Ni_3Nb et les taches non compatibles avec la structure orthorhombique de cette phase sont attribuées arbitrairement et incorrectement à la phase γ''-Ni_3Nb.

Cependant, dans une étude publiée en 2005, X. Xie et al. **[Xie-2005a]** avaient dépouillé des clichés de diffraction en MET sur des précipités de phase intergranulaire démontrant la présence d'une phase intergranulaire différente de δ-Ni_3Nb et ayant la structure hexagonale de la phase η-Ni_3Ti. Des analyses complémentaires en EDS ont permis de déterminer la composition chimique de cette phase et donc d'identifier cette phase comme étant la phase, η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ ayant une structure hexagonale. Cependant dans cette étude la phase η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ est présentée comme étant marginale, la phase δ-Ni_3Nb restant la phase intergranulaire principale. De plus X. Xie et al. ne notent pas d'effet néfaste de la précipitation de phase η-$Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ sur les propriétés mécaniques du matériau en traction et en fluage.

En 2012 E.J. Pickering et al. **[Pickering-2012]** se sont également intéressés à la nature cristallographique des précipités de phase intergranulaire en lattes. À partir des clichés de diffraction électronique réalisés en MET, la structure cristallographique des précipités de phase en lattes a été identifiée à la structure hexagonale $D0_{24}$ de type η-Ni_3Ti. La composition

chimique de cette phase a été identifiée par les auteurs comme étant Ni_6AlNb avec un ordonnancement des atomes d'Al et de Nb sur les sites des atomes de Ti de la structure η-Ni_3Ti. L'existence de la phase δ-Ni_3Nb dans l'alliage ATI 718Plus est relevée mais de façon très minoritaire, avec une fraction volumique estimée à moins de 1% de la précipitation intergranulaire totale (η-Ni_6AlNb + δ-Ni_3Nb).

Cette étude vient confirmer nos résultats, mais l'analyse des clichés de diffraction électronique dans l'article est incomplète, en particulier aucune reconstruction de la projection stéréographique n'a été réalisée à partir des clichés de diffraction électronique.

3.4 Identification chimique des phases de l'alliage

Les analyses chimiques des phases présentes dans l'alliage ATI 718Plus ont été réalisées en EDS en MET. Cette technique est semi-quantitative et les résultats obtenus souffrent d'une certaine incertitude.

La microstructure caractérisée a subi un forgeage à 1040°C puis une gamme de traitements thermiques comprenant un prétraitement à 843°C pendant 8 heures, puis un traitement de remise en solution à 982°C pendant 1 heure, et enfin un traitement de revenu avec un premier palier à 788°C pendant 8 heures et un second palier à 704°C pendant 8 heures également. Cette microstructure a été choisie pour effectuer les analyses de composition chimique car elle présente des précipités relativement gros ce qui facilite les analyses. Les résultats de ces analyses sont présentés dans le Tableau 3-4.

	Al	Ti	Nb	Co	Cr	Fe	Ni	W	Mo
ATI 718Plus	3,1	0,9	3,4	8,9	20,1	10,4	51,1	0,3	1,7
Matrice	1,2	< 0,5	1,1	10,7	26,6	13,3	46,0	0,3	0,7
γ'	14,5	1,8	10,1	2,8	1,6	1,3	67,9	0	0
η	7,4	3,8	12,3	6,1	2,1	1,6	66,5	0	0,2

Tableau 3-4 : compositions chimiques (en at.%) des phases présentes dans le superalliage ATI 718Plus mesurées par EDS en MET.

Ces analyses chimiques mettent en évidence que le Niobium participe fortement à la précipitation des différentes phases présentes dans l'alliage et qu'il reste peu en solution solide dans la matrice

Dans la phase γ' la concentration en Niobium est ainsi quasiment équivalente à la concentration en Aluminium, tandis que la concentration en Titane est plus faible. De plus dans cette phase γ' une partie du Nickel est substitué par le Fer, le Cobalt et le Chrome.

La phase η est composée d'une grande quantité de Niobium (quantité qui est assez variable d'un précipité à l'autre), et d'une quantité importante de Titane et d'Aluminium. Les analyses chimiques ont également mis en évidence une concentration importante de Cobalt qui se substitue au Nickel dans cette phase. Cet élément à la propriété d'abaisser l'énergie de faute d'empilement, et ainsi de promulguer l'empilement de type A-B-A-B qui est la séquence d'empilement d'une structure hexagonale compacte.

Une part importante du Niobium et du Titane est également consommée par la précipitation des carbures de type MC et des carbonitrures (voir 3.1.1).

Le Chrome, le Fer, le Tungstène et le Molybdène sont quant-à-eux principalement présents dans la matrice et participent au durcissement de solution solide de celle-ci.

3.5 Diagramme TTT

3.5.1 Détermination expérimentale du diagramme TTT de la phase η

La phase intergranulaire étant maintenant correctement identifiée, il est indispensable de déterminer le domaine temps-température dans lequel celle-ci précipite.

Cette étude a été menée sur des petits échantillons cylindriques d'environ 1 cm^3 sur lesquels ont été réalisés des traitements thermiques isothermes à des températures comprises entre 750°C et 1015°C pour des durées s'échelonnant de 5 minutes à plusieurs heures.

Les échantillons ont été prélevés dans le matériau dans deux états métallurgiques différents. Le premier état de départ est un matériau forgé à 1040°C puis trempé air. Une température de forgeage de 1040°C a été choisie car cette température étant supérieure à la température de solvus de la phase η, la microstructure post-forgeage ne présente aucune précipitation de phase η. Le second état de départ est la billette à laquelle est appliqué un traitement de remise en solution d'une heure à 1000°C suivi d'une trempe à l'huile. Ce traitement à pour but de remettre en solution les précipités de phase η et γ' présents dans le matériau à l'état de billette et d'obtenir une microstructure propre de toute précipitation.

La microstructure de chaque échantillon traité a été observée en MEB de façon à caractériser la précipitation de phase intergranulaire. À la suite de ces observations, les microstructures ont été classées en trois catégories en fonction de la quantité de phase intergranulaire observée : celles où les précipités sont fréquents, celles où ils sont rares et enfin celles où il n'y pas de phase intergranulaire. Grâce à ces données les domaines de précipitation de la phase intergranulaire pour les deux états de départ ont pu être identifiés (Figure 3-19 et Figure 3-20).

À partir des points obtenus expérimentalement, une courbe en C a été tracée pour mieux visualiser les limites des domaines de précipitation de la phase intergranulaire η. Cette courbe a été tracée grâce à l'expression [5] **[Coste-2003]**, dont les valeurs des paramètres *a* et *b* ont été ajustées (Tableau 3-5) pour correspondre aux points expérimentaux.

$$\tau^{-1} = a.(T_{solvus\eta} - T).\exp(-\frac{(T_{solvus\eta} - T)^b}{T + 273}) \qquad [5]$$

avec le temps τ exprimé en heure, et la température T exprimée en degré Celsius. Les coefficients *a* et *b* sont des paramètres ajustables.

Matériau de départ	$T°_{solvus}\eta$ (°C)	a (h^{-1})	b
Forgé	981	2,2	1,51
Billette + remise en solution	981	0,1	1,43

Tableau 3-5 : valeurs des paramètres *a* et *b* de l'équation [5].

Dans l'équation [5], le premier terme est relatif au phénomène de germination alors que le second terme peut être relié à la cinétique de croissance de la phase η **[Coste-2003]**.

Le domaine de précipitation de la phase η dans le matériau à l'état forgé est décalé vers des temps plus courts par rapport au domaine de précipitation de cette même phase dans le matériau à l'état billette ayant subi une remise en solution. Cette différence suggère que la phase η précipite plus rapidement dans le matériau forgé que dans le matériau après une remise en solution totale.

Ce phénomène a également été décrit par E. McDevitt **[McDevitt-2010]** qui observe que plus le taux de déformation lors du forgeage est important, plus la précipitation de phase intergranulaire est importante après application à la pièce forgée d'un traitement thermique d'une heure à 954°C.

Dans notre cas, le matériau à l'état forgé a subi un taux de déformation de 75% à 1040°C, tandis qu'on peut considérer que le taux de déformation est nul pour le matériau à l'état de billette ayant subi une remise en solution à 1000°C pendant une heure.

Le taux de déformation élevé engendré par le forgeage peut effectivement être la cause d'une précipitation de phase η plus rapide dans ce matériau que dans le matériau non déformé.

En effet le forgeage à haute température introduit des défauts (dislocations, fautes d'empilement) dans la structure de la matrice. Ces défauts d'empilement vont localement modifier la structure de la matrice et aider à la création d'un germe de phase η (voir 3.3.2), en particulier aux joints de grains où la diffusion est plus facile, ce germe se développant ensuite lors des traitements thermiques isothermes.

Toutefois sur les deux diagrammes TTT, le nez de précipitation de la phase η est compris entre 900°C et 940°C et **la température de solvus de la phase η se situe à environ 980°C.**

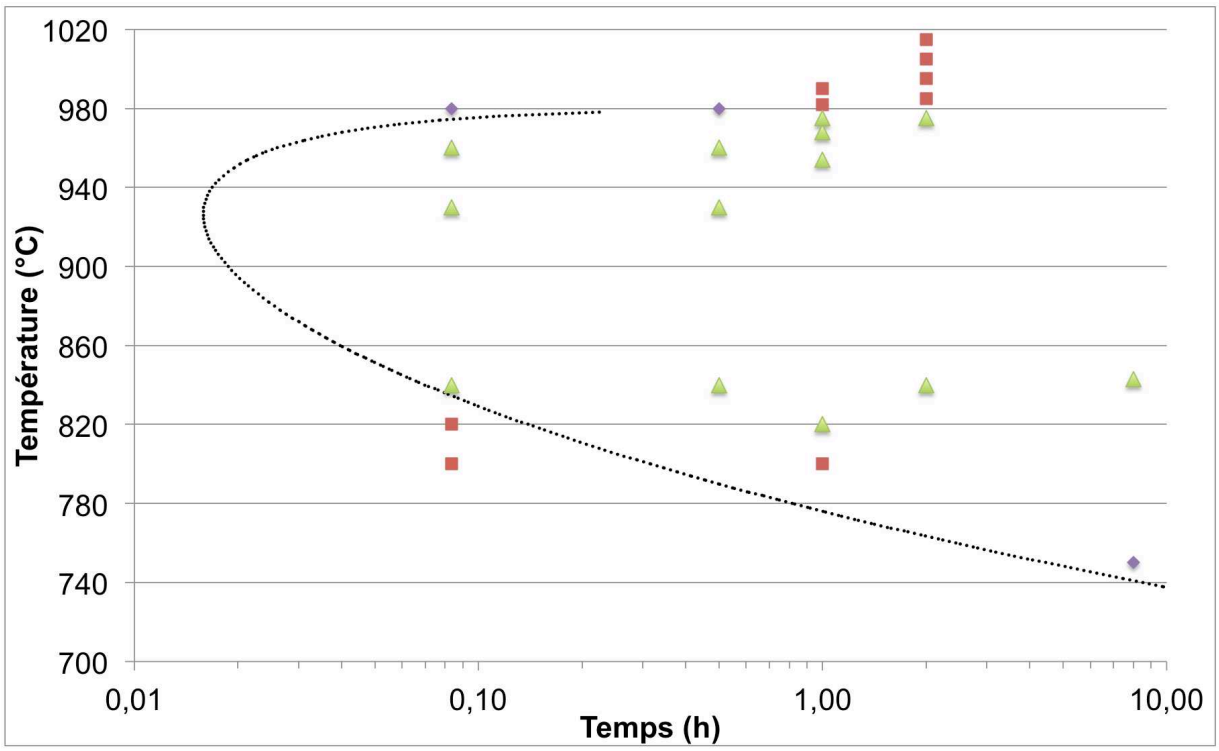


Figure 3-19 : diagramme TTT de la phase η dans l'alliage ATI 718Plus à l'état forgé.

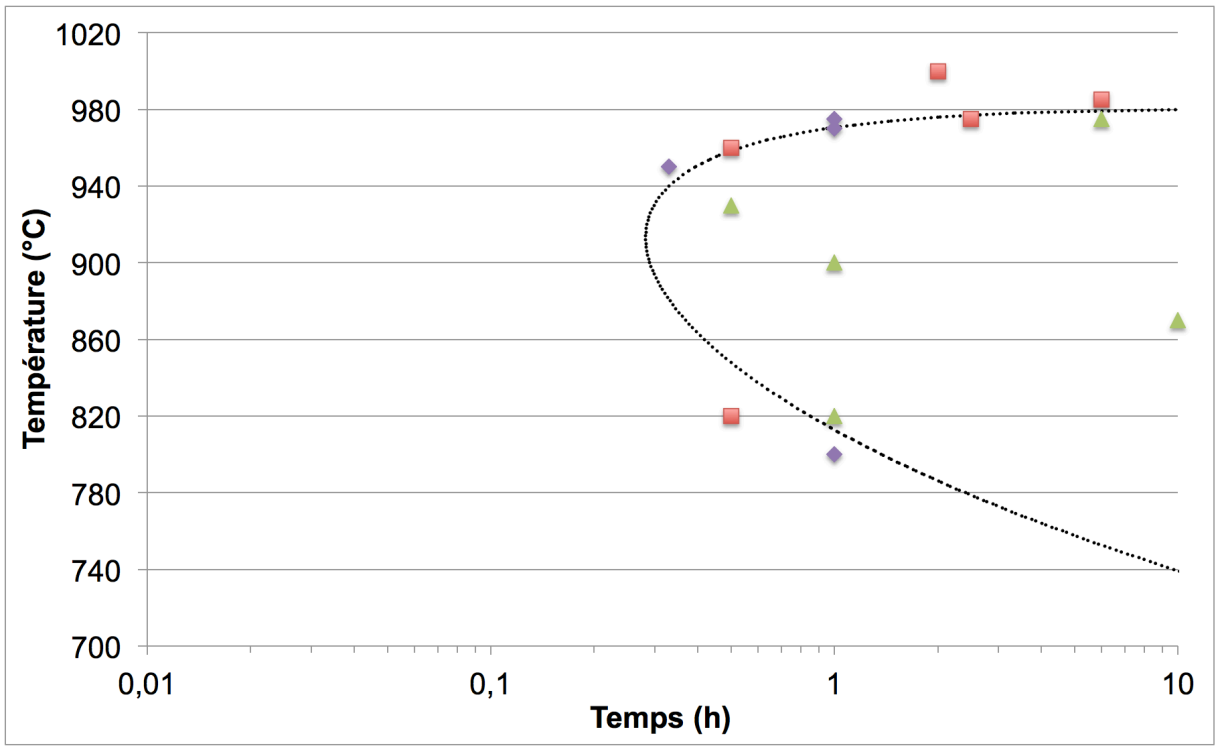


Figure 3-20 : diagramme TTT de la phase η dans l'alliage ATI 718Plus totalement remis en solution.

3.5.2 Comparaison avec les données publiées dans la littérature

Plusieurs publications s'intéressant à la cinétique de précipitation de la phase γ' et de la phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus proposent des diagrammes TTT pour chacune de ces deux phases.

Les premiers diagrammes décrivant la précipitation de la phase γ' et de la phase intergranulaire dans le superalliage ATI 718Plus ont été réalisés en 2005 par X. Xie et al. en collaboration avec ATI Allvac **[Xie-2005b]** et par W.D. Cao de la société ATI Allvac **[Cao-2005a]**.

Le premier diagramme TTT (Figure 3-21), obtenu par X. Xie et al., a été réalisé en couplant des résultats expérimantaux (essais de dureté et observations MEB) et des simulations numériques effectuées sur le logiciel Thermo-Calc. Ce diagramme représente les domaines de précipitation des phases γ' et δ. Les températures de solvus de ces deux phases ont été déterminées par simulations numériques. La température de solvus de la phase γ' a ainsi été estimée à 989°C et celle de la phase intergranulaire δ à 1060°C. Ce diagramme TTT fait également apparaître une troisième phase appelée $Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ qui précipite sous forme de lattes et qui a la structure hexagonale de la phase η-Ni_3Ti. Cette phase peut-être assimilée à la phase que nous avons observée et identifiée dans tous nos échantillons.

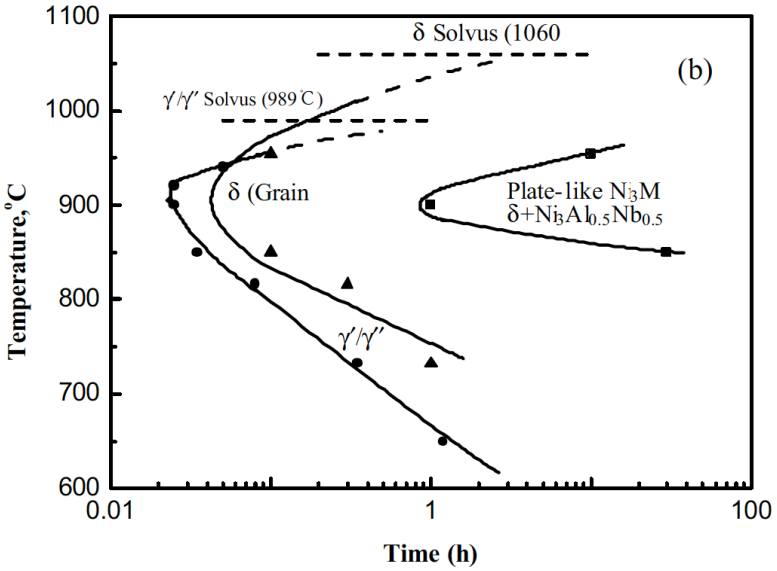


Figure 3-21 : Diagramme TTT représentant les domaines de précipitation de la phase γ' et des phases intergranulaires δ et $Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ selon [Xie-2005b].

Le second diagramme (Figure 3-22) a été établi par W.D. Cao à partir du matériau laminé à 1010°C, et présente uniquement le domaine de précipitation de la phase intergranulaire δ. En effet sur ce diagramme la phase $Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ ayant une structure hexagonale n'apparaît pas. La température de solvus de la phase δ, identifiée expérimentalement, est comprise entre 1002°C et 1018°C, ce qui est bien inférieur à la température déterminée par simulations numériques dans les travaux de X. Xie et al.. De plus ce diagramme TTT présente la particularité de décrire le domaine de précipitation de la phase intergranulaire en plusieurs sous-domaines décrivant la localisation de la précipitation dans la microstructure : aux joints de grains, sur les parois de macle, ou en intragranulaire.

De plus W.D. Cao remarque que la précipitation de la phase intergranulaire est plus rapide dans le matériau ayant subi un forgeage à haute température que dans le matériau après une remise en solution à 1038°C. Notre étude a également mis en évidence ce phénomène, dont l'explication a été présentée au paragraphe 3.5.1.

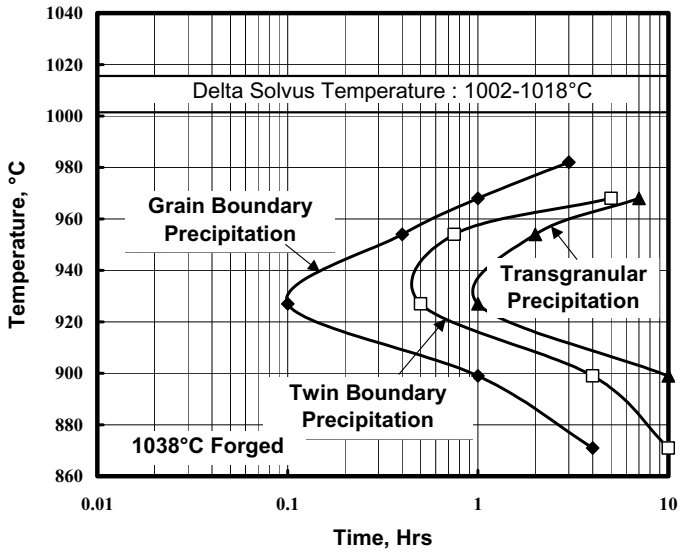


Figure 3-22 : Diagramme TTT représentant le domaine de précipitation de la phase intergranulaire δ [Cao-2005a].

En 2008 C. Stotter et al. **[Stotter-2008]** publient un diagramme TTT (Figure 3-23) de la phase intergranulaire δ en utilisant comme matériau de départ des échantillons de billette. Grâce à des analyses en DRX et DSC C. Stotter et al. montrent que la température de solvus de la phase intergranulaire se situe à environ 980°C, ce qui est une température significativement plus basse que celle annoncée par X. Xie et al. et W.D. Cao (respectivement 1060°C et 1002-1018°C), mais qui correspond à la température de solvus que nous avons identifiée. De plus le domaine de précipitation de la phase δ identifié par C. Stotter et al. correspond assez bien au domaine de précipitation de la phase η que nous avons identifié dans le matériau à l'état billette ayant subi une remise en solution.

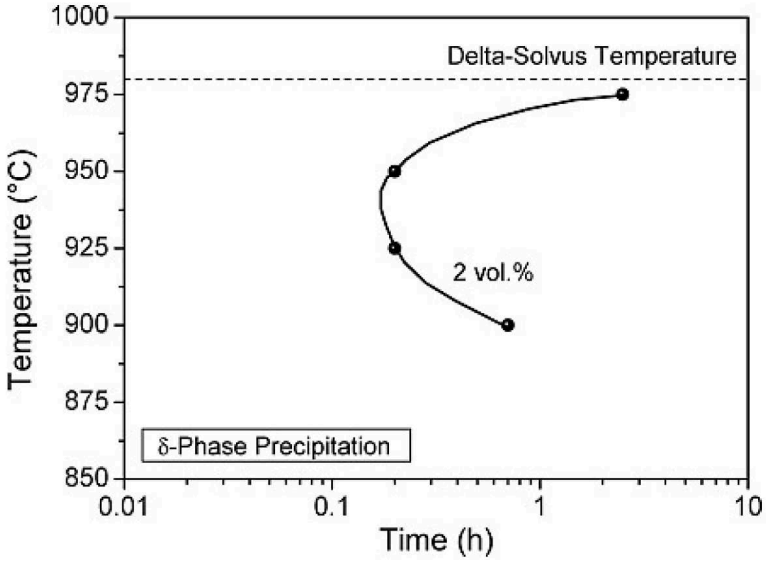


Figure 3-23 : Diagramme TTT représentant de domaine de précipitation de la phase δ [Stotter-2008].

En 2010 G.A. Zickler et al. **[Zickler-2010]** ont développé un modèle numérique simulant la précipitation de la phase γ' et de la phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus. À partir de ce modèle, G.A. Zickler et al. ont tracé le diagramme TTT représentant les domaines de précipitation de la phase γ' et de la phase intergranulaire (Figure 3-24). Sur ce diagramme le domaine de précipitation de la phase intergranulaire présente un étrange double nez, que les auteurs expliquent par la coprécipitation de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) et δ-Ni_3Nb, toutes les deux consommatrices de Niobium. La température de solvus de la phase γ' est située à environ 920°C, ce qui est bien inférieur à la température de solvus que nous avons identifiée entre 980°C et 990°C.

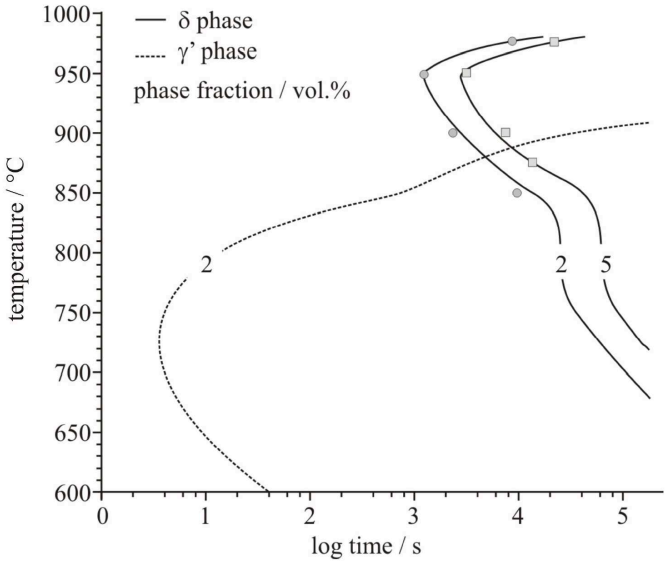


Figure 3-24 : Diagramme TTT des domaines de précipitation des phases γ' et δ selon [Zickler-2010].

En 2012 D. Srinivasan et al. **[Srinivasan-2012]** ont publié un nouveau diagramme TTT (Figure 3-25) décrivant le domaine de précipitation de la phase γ'.

Dans cette étude le domaine de précipitation de la phase γ' a été déterminé expérimentalement grâce à des observations réalisées en MET. Ces observations ont été effectuées sur des échantillons prélevés dans une billette traitée avec la gamme de traitements thermiques suivante : 982°C x 2h, trempe à l'huile + 788°C x 8h +704°C x 8h. Les échantillons ont ensuite été traités de façon isotherme à différentes températures (721°C, 788°C, 843°C et 899°C) et pour différents temps de maintien. Les auteurs partent donc d'un matériau dans lequel la phase intergranulaire est présente, et évaluent les températures de solvus des phase γ' et δ à la dissolution.

Dans leurs travaux, D. Srinivasan et al. ont déterminé la température de solvus de la phase γ' comme étant comprise entre 899°C et 954°C. Pour identifier cette gamme de température, D. Srinivasan et al. ont analysé la précipitation de la phase γ' en champ sombre en MET sur deux échantillons traités de façon isotherme, l'un à 899°C et le second à 954°C. Dans le premier échantillon traité à 899°C les précipités de phase γ' sont visibles en champ sombre car ils sont suffisamment gros (environ 23 nm). Dans l'échantillon traité à 954°C ces précipités ne sont pas visibles en champ sombre, mais cela ne prouve pas qu'il n'y en ait pas.

En effet ces précipités sont probablement trop fins pour être visibles en champ sombre, mais un cliché de diffraction permettrait peut-être de déceler leur présence.

Cette publication annonce également que la température de solvus de la phase intergranulaire est comprise entre 1010°C et 1015°C, ce qui est proche des résultats obtenus par W.D. Cao, mais plus élevé que nos résultats et ceux de C. Stotter et al.. Cela peut s'expliquer par le protocole expérimental utilisé par D. Srinivasan et al. qui détermine cette température à la dissolution après un maintien à haute température de seulement 0,1h. Ce temps de maintien est probablement trop court, et décale donc vers des températures plus élevées la température à laquelle la phase intergranulaire disparaît.

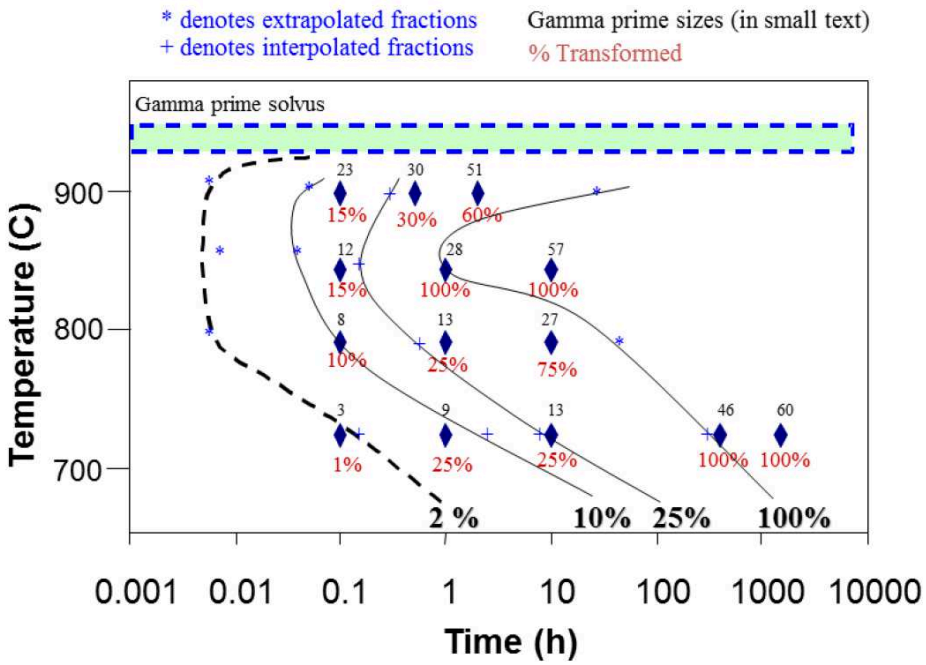


Figure 3-25 : Diagramme de TTT de la phase γ' [Srinivasan-2012].

3.6 Conclusions

L'étude de la microstructure de l'alliage ATI 718Plus a mis en évidence la différence de morphologie qui existe entre la phase δ-Ni_3Nb qui dans l'Inconel 718 est globulaire et qui dans l'alliage ATI 718Plus précipite sous forme de longues lattes.

L'analyse de la structure cristallographique de cette phase par diffraction électronique en MET a finalement montré que cette différence est due au fait que la phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus n'est pas la phase δ-Ni_3Nb avec une structure orthorhombique. En effet les précipités de phase intergranulaire dans l'alliage ATI 718Plus ont une structure hexagonale analogue à celle de la phase η-Ni_3Ti avec des paramètres proches.

Les observations en MEB et en MET des nombreux échantillons traités de façon isotherme pour différentes températures et différents temps de maintien, ont permis de déterminer les températures de solvus des phases γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) et de type η-Ni_3Ti ainsi que le domaine de précipitation en temps et température de la phase intergranulaire dans le matériau à l'état forgé et dans le matériau après une remise en solution totale de sa précipitation.

La température de solvus de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) a ainsi été située entre 980°C et 990°C pour une microstructure avec peu de phase intergranulaire, tandis que la température de solvus de la phase intergranulaire en lattes de type η-Ni_3Ti a été identifiée à environ 980°C. Toutefois il est important de préciser que la température de solvus de la phase γ' est susceptible de légèrement varier car la précipitation de la phase intergranulaire interagit avec la précipitation de la phase γ' en modifiant sa fraction volumique et sa composition chimique.

La détermination des domaines de précipitation de la phase intergranulaire de type η-Ni_3Ti dans l'alliage dans deux états différents a montré que cette phase intergranulaire précipite plus rapidement dans le matériau à l'état forgé que dans le matériau après une remise en solution totale de sa précipitation.

Cette différence de vitesse de précipitation s'explique par le fait que le forgeage entraîne la création de germes de phase de type η-Ni_3Ti, qui se développent ensuite lors d'un maintien à haute température.

Enfin dans aucun des échantillons, la présence de précipités de phase γ''-Ni_3Nb n'a été observée.

Chapitre 4
-
Plan d'expériences
et
Gammes de forgeage

Chapitre 4 - Plan d'expériences et gammes de forgeage

Ce chapitre regroupe divers points nécessaires à la compréhension de la seconde partie de l'étude. Un premier point décrit le protocole qui a été employé, pour, dans un premier temps, tester les propriétés mécaniques de l'alliage pour différentes conditions de traitements thermomécaniques dites de références, et, dans un second temps, permettre l'optimisation de plusieurs gammes et l'évaluation de leur impact sur les propriétés mécaniques. Dans un second point, la description des gammes de forgeage utilisée dans l'étude et des microstructures à l'état brut de forge résultant de ces gammes de forgeage, est faite. Enfin les conditions dans lesquelles ont été réalisés les essais de traction et de fluage sont présentées.

Sommaire :

4.1 Description du protocole opératoire 73
4.2 Gammes de forgeage 74
4.3 Élaboration des galets et des éprouvettes 75
4.3.1 Forgeage des galets 75
4.3.2 Découpe des galets 75
4.4 Microstructures des galets à l'état brut de forge 77
4.4.1 Taille de grain 77
4.4.2 Microstructures 79
4.5 Mode opératoire des essais mécaniques 82
4.5.1 Essais de traction 82
4.5.2 Essais de fluage 83

4.1 Description du protocole opératoire

La première partie des travaux réalisés dans le cadre de cette étude a été consacrée à la compréhension de la microstructure du superalliage ATI 718Plus. Dans cette partie la nature cristallographique de la phase intergranulaire, ses relations d'interface avec la matrice γ, et sa température de solvus ont été précisées. La température de solvus de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) a également été déterminée.

Dans cette seconde partie des travaux, nous allons étudier les propriétés mécaniques de l'alliage en traction et en fluage pour différentes conditions de traitements thermiques.

Pour cette étude, neuf galets ont été forgés selon neuf gammes de forgeage définies en faisant varier trois paramètres : la température de forgeage, le nombre de chaudes et la vitesse de trempe en fin de forgeage. Trois températures de forgeage différentes ont été choisies en se basant sur une étude de la croissance de la taille de grain en fonction du temps de maintien statique à haute température, et sur une étude de forgeabilité réalisée sur des petits galets. Les gammes de forgeage choisies et les microstructures qui résultent de ces gammes sont décrites dans la suite de ce chapitre.

Chacun des neuf galets, a été coupé en deux demi-galets. Les premières moitiés de chaque galet ont été traitées avec les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac selon la gamme de forgeage utilisée. Les microstructures obtenues pour chacune des neuf gammes de traitements thermomécaniques "ATI Allvac" (gamme de forgeage + gamme de traitements thermiques ATI Allvac) ont alors été observées en MEB, et les propriétés mécaniques de ces microstructures ont été évaluées en traction et fluage (Chapitre 5).

Les résultats de ces observations microstructurales et de ces essais mécaniques ont alors été analysés de façon à identifier les paramètres des gammes de forgeage et des gammes de traitements thermiques qui permettent d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. Ainsi trois gammes de forgeage ont été sélectionnées parmi les neuf testées, et deux nouvelles gammes de traitements thermiques ont été mises au point. Ces gammes de traitements thermiques "optimisées" ont été appliquées sur la seconde moitié des trois galets forgés selon les trois gammes de forgeage sélectionnées. Les microstructures issues de ces gammes de traitements thermomécaniques "optimisées" ont été observées en MEB, et les propriétés mécaniques ont été évaluées en traction et en fluage dans les mêmes conditions que les tests réalisés sur les gammes de traitements thermomécaniques "ATI Allvac" (Chapitre 6).

Pour chaque microstructure, les essais de traction ont été conduits à température ambiante, à 550°C et à 700°C, et les essais de fluage ont été réalisés à 700°C avec une contrainte de 500MPa. Chaque essai a été doublé pour vérifier sa reproductibilité, ce qui représente six essais de traction et deux essais de fluage par microstructure. Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes usinées dans des ébauches cylindriques prélevées dans les demi-galets.

D'un point de vue pratique, les traitements thermiques n'ont pas été réalisés sur les demi-galets mais sur les ébauches cylindriques. Ce choix a été fait car il est préférable de réaliser les traitements thermiques sur des petites pièces, telles que les ébauches, plutôt que sur des pièces massives, comme les demi-galets, afin de limiter le gradient thermique au sein des pièces traitées et donc les risques de gradient de microstructure. Cette pratique dévie d'un cas industriel où les traitements thermiques sont réalisés sur des pièces massives, mais l'objectif est ici de caractériser les propriétés du superalliage ATI 718Plus, et non celles d'une pièce industrielle massive.

Codification : Par la suite les microstructures issues des différentes gammes de traitements thermomécaniques seront désignées selon la nomenclature décrite dans le Tableau 4-1.

	Désignation de la microstructure		
Gamme de forgeage	**Brute de forgeage**	**+ Gamme de traitements thermiques ATI Allvac**	**+ Gamme de traitements thermiques optimisée**
A	A	A_{ATI}	A_{OPTI}
B	B	B_{ATI}	-
C	C	C_{ATI}	-
D	D	D_{ATI}	D_{OPTI}
E	E	E_{ATI}	-
F	F	F_{ATI}	F_{OPTI}
G	G	G_{ATI}	-
H	H	H_{ATI}	-
I	I	I_{ATI}	-

Tableau 4-1 : Nomenclature des codes utilisés pour désigner chaque microstructure.

4.2 Gammes de forgeage

Pour les besoins de l'étude, plusieurs gammes de forgeage ont été définies en faisant varier trois paramètres : la température de forgeage, le nombre de chaudes, et la vitesse de trempe en fin de forgeage.

Les températures de forgeage ont été définies à partir d'une étude de la croissance de la taille de grain en fonction du temps de maintien (1 heure ou 4 heures) à haute température (entre 900°C et 1130°C), et d'une étude de forgeabilité, réalisée sur des petits galets qui s'est avérée peu fiable.

Une première température de forgeage de 985°C a été fixée, car cette température est couramment utilisée pour les gammes de forgeage de l'Inconel 718. Deux températures de forgeage supplémentaires, encadrant la température de 985°C ont été sélectionnées : une première température de forgeage de 940°C pour étudier les effets d'un forgeage à "basse température", et une deuxième température de forgeage à 1040°C, supérieure à la température de solvus de la phase γ' et de la phase intergranulaire supposée être δ. En effet ces choix ont été faits avant que soient connus les résultats de l'étude microstructurale qui a permis de préciser la nature de la phase intergranulaire, sa température de solvus et son diagramme TTT.

Des forgeages en une chaude et des forgeages en deux chaudes ont été réalisés, et deux vitesses de trempe ont été utilisées : trempe à l'air ou trempe à l'eau.

Finalement pour nous permettre de tester tous ces paramètres, neuf gammes de forgeage ont été définies (Tableau 4-2).

Galet	Nombre de chaudes	T_1 (°C)	T_2 (°C)	Trempe	Taux de déformation
A	1	985	-	Air	1,4
B	2	985	985	Air	0,6+0,8
C	1	940	-	Air	1,4
D	1	1040	-	Air	1,4
E	2	1040	985	Air	0,6+0,8
F	1	985	-	Eau	1,4
G	2	985	985	Eau	0,6+0,8
H	1	985	-	Air	1,4
I	2	985	985	air	0,6+0,8

Tableau 4-2 : paramètres des neuf gammes de forgeage.

Pour chaque gamme de forgeage définie, un galet a été forgé, c'est pourquoi la lettre désignant une gamme de forgeage désigne également le galet lui correspondant.

4.3 Élaboration des galets et des éprouvettes

4.3.1 Forgeage des galets

Les galets ont été obtenus à partir de lopins cylindriques de 70 mm de diamètre et de 160 mm de hauteur prélevés dans une billette élaborée par triple fusion VIM+ESR+VAR.

Ces lopins ont ensuite été forgés sur une presse de l'usine Aubert & Duval des Ancizes, permettant d'appliquer une vitesse de déformation de 5.10^{-2} s^{-1} avec des outils chauffés à 870°C.

Le taux de déformation appliqué aux lopins a été fixé à 1,4 de manière à obtenir des galets de 140 mm de diamètre et de 40 mm d'épaisseur.

Avant d'être forgés les lopins sont portés à la température de forgeage définie par la gamme de forgeage, et maintenus à cette température pendant 40 minutes. Lorsque le forgeage comprend deux chaudes, une mise à terre est effectuée entre les deux chaudes.

4.3.2 Découpe des galets

Le plan de découpe des galets a été établi de manière à permettre le prélèvement d'un nombre suffisant d'ébauches pour réaliser les essais mécaniques de traction et de fluage, ainsi qu'une

tranche dans le diamètre de chaque galet pour permettre la mesure de la taille de grain à l'état brut de forge en différents points clés des galets (zone morte, cœur, mi-rayon et périphérie).

Les ébauches, des éprouvettes de traction ou de fluage, ont été prélevées tangentiellement dans les galets, de manière à ce que la partie utile des éprouvettes se situe dans une zone où le taux de déformation et la température subis par le galet lors du forgeage soient les plus homogènes possible (Figure 4-1). Cette zone a été définie grâce aux simulations réalisées par Aubert & Duval sur le logiciel Forge2.

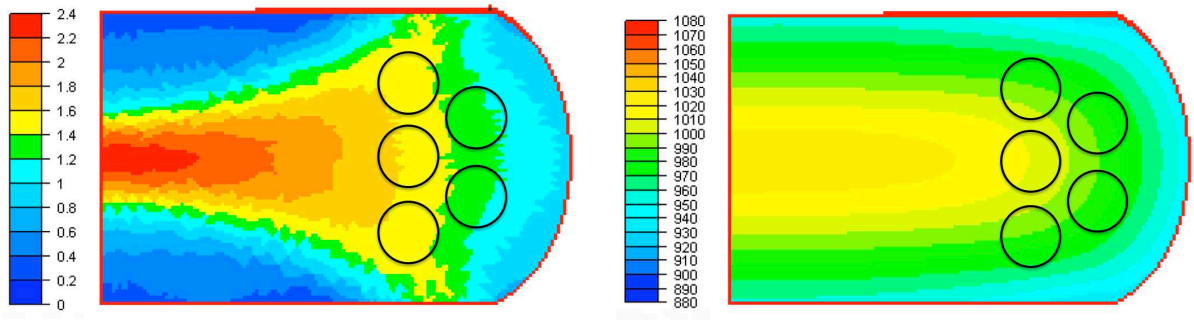


Figure 4-1 : cartographies de la déformation et de la température subies par un galet forgé avec la gamme de forgeage A (simulation réalisée par Aubert & Duval avec le logiciel Forge 2).

Dans chaque demi-galet, dix ébauches cylindriques de 10 mm de diamètre et de 64 mm de longueur ont été prélevées.

Chaque ébauche cylindrique a été identifiée par une référence du type "AR01". Cette numérotation est construite avec deux lettres et un numéro à deux chiffres :

- la première lettre correspond à la lettre identifiant le galet (A, B, C, D, E, F, G, H, I) ;
- la seconde lettre décrit le type de gamme de traitements thermiques appliquée sur l'ébauche et est soit un R (Référence) pour les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac, soit un M (Modifiée) pour les gammes de traitements thermiques optimisées ;
- enfin le numéro à deux chiffres identifie la position de l'ébauche dans le demi-galet comme indiqué sur le plan (Figure 4-2).

Chaque essai mécanique en traction ou en fluage a été doublé, et pour la reproductibilité des résultats chaque paire d'éprouvettes a été prélevée dans une position équivalente. Ainsi pour les essais de traction, les éprouvettes des essais réalisés à température ambiante ont été prélevées dans les positions 01 et 06, les éprouvettes des essais à 550°C dans les positions 02 et 07, et les éprouvettes des essais à 700°C dans les positions 03 et 08. Les éprouvettes de fluage ont été usinées à partir des ébauches provenant des positions 05 et 10. Les ébauches des positions 04 et 09 ont été prélevées en supplément pour pallier un éventuel défaut sur une des éprouvettes de traction ou de fluage, ou pour réaliser des tests complémentaires.

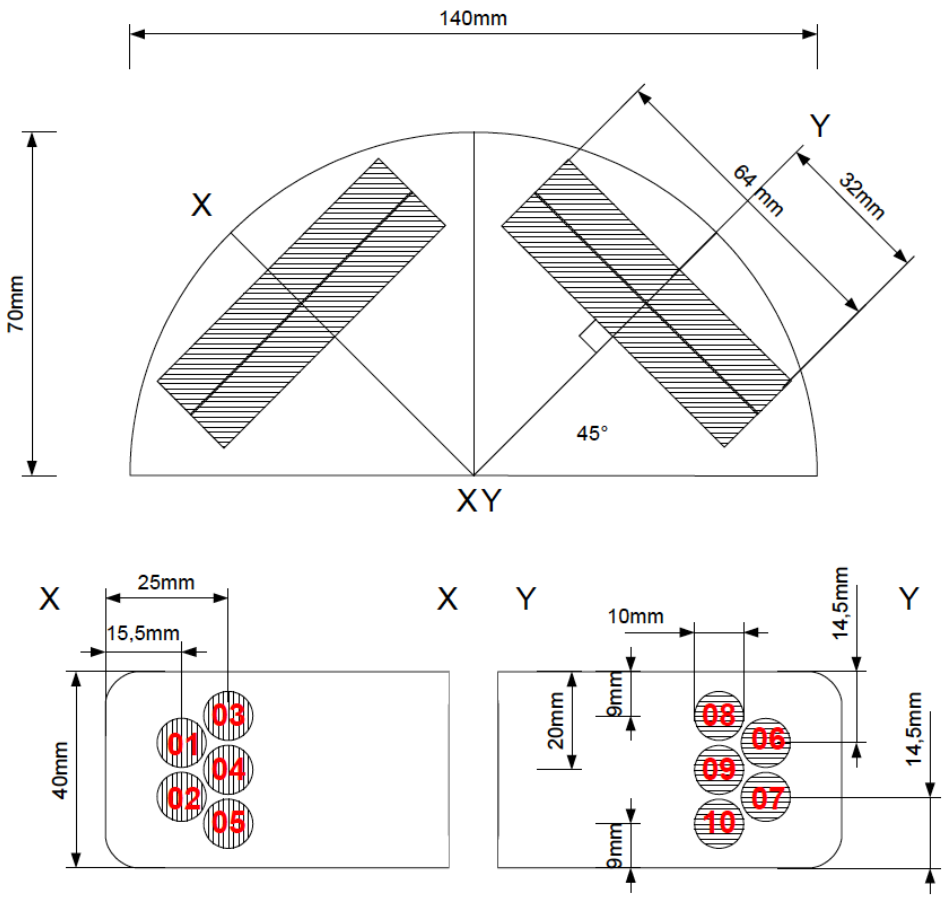


Figure 4-2 : plan de prélèvement des ébauches d'éprouvettes dans les demi-galets.

4.4 Microstructures des galets à l'état brut de forge

Les microstructures des galets à l'état brut de forge ont été caractérisées de façon à connaître l'état initial du matériau avant l'application des différentes gammes de traitements thermiques.

Pour chaque gamme de forgeage, c'est-à-dire pour chaque microstructure, la taille de grain a été mesurée et la microstructure observée en MEB pour analyser la distribution de la précipitation de phase intergranulaire η.

4.4.1 Taille de grain

La taille de grain de chaque galet a été mesurée en microscopie optique par comparaison avec les planches types de la norme ASTM E112 **[ASTM E112]**. Sur chaque galet, la taille de grain a été évaluée en quatre points : dans la zone morte, à cœur, à mi-rayon et en périphérie du galet (Tableau 4-3).

Galet	Taille de grain			
	Zone morte	**Cœur**	**Mi-rayon**	**Périphérie**
A	70% 8,5E + 11E	11E	11E	11,5E
B	60% 12E + 8N	11E	11,5E	70% 13E + 10,5E
C	8E	80% 12,5E + 8N	80% 13E + 9N	95% 9N + 14E
D	85% 4N + 9E	9E	9,5E	80% 10,5E + 6N
E	60% 4N + 9E	80% 12E + 9N	90% 11E + 6N	80% 9E + 7N
F	60% 8N + 11E	10,5E	11E	80% 12E + 10N
G	85% 7N + 11E	11E	70% 12E + 9N	80% 8N + 12E
H	80% 7N + 11,5E	10,5E	11E	60% 9N + 11,5E
I	85% 8N + 11E	11E	80% 11E + 8N	7,5E

Tableau 4-3 : tailles de grain mesurées pour chaque galet dans la zone morte, à cœur, à mi-rayon, et en périphérie.

Les mesures de taille de grain présentées dans le Tableau 4-3 sont exprimées en taille ASTM, mais enrichies :

- dans le cas ou la microstructure présente une seule population de grains, uniquement la taille de celle-ci apparaît ;
- lorsque deux populations de grains coexistent, la notation est composée par un pourcentage exprimant la fraction surfacique de la population la plus étendue, suivi de la taille de cette population, et d'une seconde taille exprimant la dimension de la seconde population ;
- chaque taille de grain est suivie de la lettre E ou N qui décrit la morphologie des grains : E pour équiaxe, et N pour non-équiaxe.

Les mesures de la taille de grain effectuées dans la zone morte des galets montrent que pour les galets forgés à 940°C ou à 985°C la taille de grain est d'environ 7-8 ASTM (30-22 µm), ce qui correspond à la taille de grain de la billette dans laquelle ont été prélevé les lopins. En revanche pour les galets ayant subi un forgeage à 1040°C (galets D et E) la taille de grain dans la zone morte a fortement augmenté jusqu'à 4 ASTM (90µm).

À cœur des galets, qui est la zone où la température et la déformation sont les plus élevées lors du forgeage, la recristallisation est maximale. Ainsi pour les galets A, B, D, F, G, H et I la recristallisation est complète et il en résulte une seule population de grains équiaxes. Pour les galets forgés à 985°C (A, B, F, G, H et I) la taille de grain est d'environ 11 ASTM (8 µm), tandis que pour le galet D forgé à 1040°C la taille de grain est un peu plus grande, 9 ASTM (16 µm).

Pour les galets C et E, la recristallisation n'est pas complète et leur microstructure présente deux populations de grains de tailles différentes. Pour le galet C, cette recristallisation incomplète s'explique par le fait que la température de forgeage est "basse", 940°C, et n'apporte pas assez d'énergie pour permettre la recristallisation complète de la microstructure. Pour le galet E une première recristallisation a lieu lors du premier forgeage à 1040°C entraînant la formation de gros grains comme dans la microstructure du galet D. Puis lors du second forgeage à 985°C la recristallisation n'est pas suffisante pour entièrement recristalliser les gros grains créés au premier forgeage. Il en résulte donc une microstructure avec deux

population de grains : une première composée de petits grains équiaxes (12 ASTM – 6 µm) issus de la recristallisation qui a lieu lors du second forgeage à 985°C, et une seconde composée de gros grains à la morphologie aplatie (9 ASTM - 16 µm) qui sont issus de la recristallisation qui a lieu lors du premier forgeage à 1040°C et qui ont ensuite été déformés lors du second forgeage sans qu'ils ne recristallisent.

Dans la zone périphérique des galets il y a, le plus souvent, coexistence de deux populations de grains, ce qui montre que la recristallisation est incomplète dans cette zone du galet. Dans celle-ci, la recristallisation est plus difficile, car le taux de déformation et la température sont moins élevés que dans le reste du galet.

On remarque que la taille de grain en périphérie pour le galet I, 7,5 ASTM (27 µm), est nettement plus élevée que pour les autres galets. Cela est dû au fait que ce galet a glissé lors du forgeage, et est donc légèrement forgé "de travers", ce qui a créé une sorte de zone morte en périphérie du galet.

À mi-rayon les mesures de la taille de grain montrent un état de recristallisation intermédiaire entre la zone à cœur et la zone périphérique des galets.

4.4.2 Microstructures

Les microstructures des galets à l'état brut de forge ont été observées en MEB afin d'analyser la distribution de la phase intergranulaire.

Les microstructures à l'état brut de forge des galets F et H sont assimilées à la microstructure à l'état brut de forge du galet A, car leurs gammes de forgeage sont identiques ou diffèrent uniquement en terme de vitesse de trempe en fin de forgeage. Or cette différence de vitesse de trempe influe principalement sur la précipitation de la phase γ' et ne change pas la distribution de la précipitation de phase intergranulaire dans la microstructure. De même les microstructures des galets G et I à l'état brut de forge sont assimilées à la microstructure à l'état brut de forge du galet B.

Les observations montrent que la microstructure du galet A (Figure 4-4-a) est dépourvue de précipitation de phase intergranulaire, tandis que dans celle du galet B (Figure 4-4-b), on note la présence de précipités de phase intergranulaire regroupés en chapelets. L'unique différence dans le processus d'obtention de ces deux microstructures est le nombre de chaudes (une pour le galet A et deux pour le galet B). Ce paramètre influe donc sur la précipitation de la phase intergranulaire.

En effet, lors de la première chaude, le forgeage introduit dans la microstructure des fautes d'empilement qui vont créer des germes de phase η (voir Chapitre 3). Lorsque le forgeage est réalisé en deux chaudes, ces germes vont alors se développer lors du maintien à haute température précédant le second forgeage (Figure 4-3). Toutefois, si le galet est forgé en une chaude, la phase intergranulaire n'est pas observée car les germes créés lors du forgeage ne bénéficient pas ensuite d'un maintien à haute température pour se développer.

Ce phénomène explique également la présence de phase intergranulaire dans la microstructure du galet E (Figure 4-4-e) qui est également forgé en deux chaudes.

La microstructure du galet C (Figure 4-4-c) à l'état brut de forge présente de gros grains au contraste (en électrons secondaires) variable qui révèle une restauration incomplète de la microstructure de déformation après forgeage, et, également, une précipitation de phase intergranulaire η en chapelets. Ce galet est forgé en une chaude donc la précipitation de phase

intergranulaire dans ce galet n'est pas due au même phénomène que dans les galets B et E. Dans le galet C, la précipitation de phase intergranulaire est due à sa basse température de forgeage, 940°C. En effet cette température de forgeage est proche de la température du nez du domaine de précipitation de la phase η qui est comprise entre 920°C et 940°C (voir Chapitre 3), ce qui explique que la phase intergranulaire a le temps de précipiter lors du maintien isotherme de 40 minutes précédent le forgeage du galet.

Enfin les analyses menées sur le galet D (Figure 4-4-d) ont mis en évidence une microstructure dans laquelle aucune précipitation de phase intergranulaire n'a été observée.

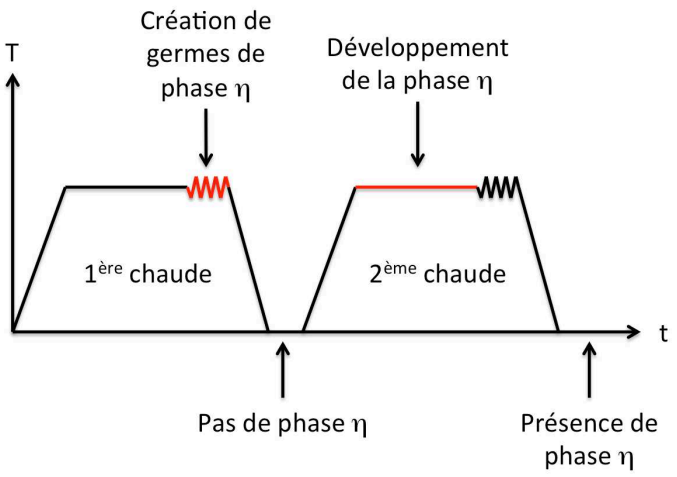
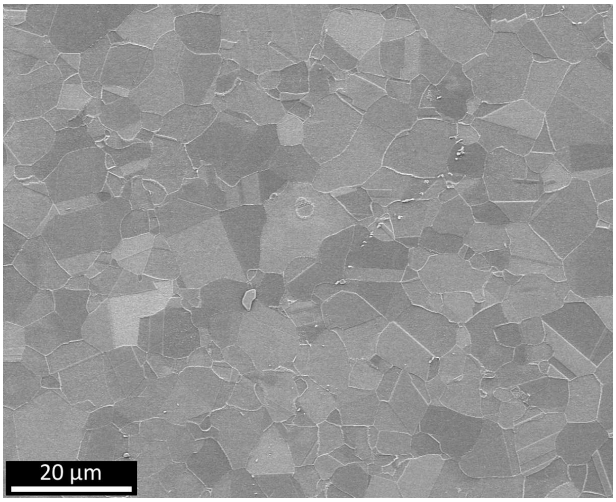
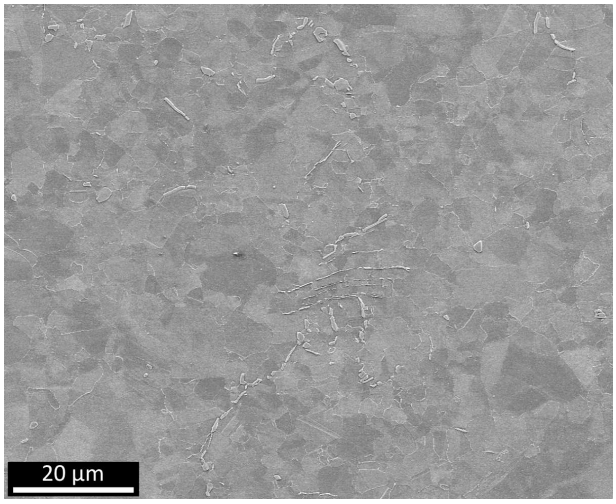


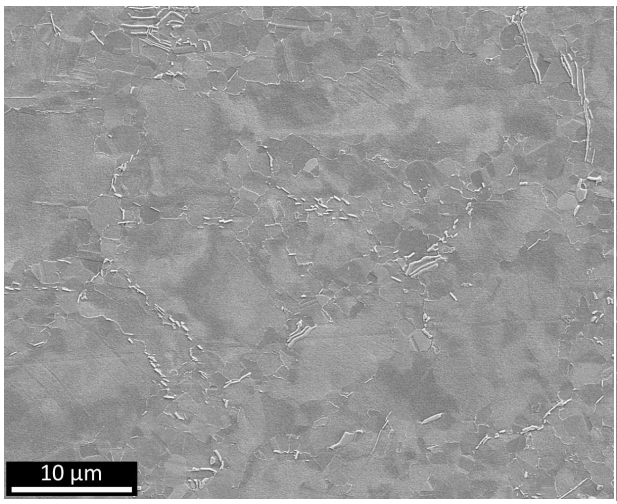
Figure 4-3 : Schématisation de la précipitation de la phase intergranulaire lors d'un forgeage en deux chaudes.



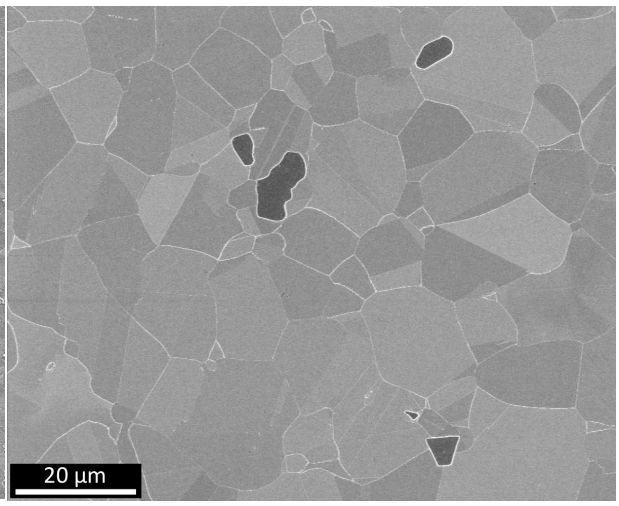
a) Galet A (1 chaude : $T_{forgeage}$= 985°C)



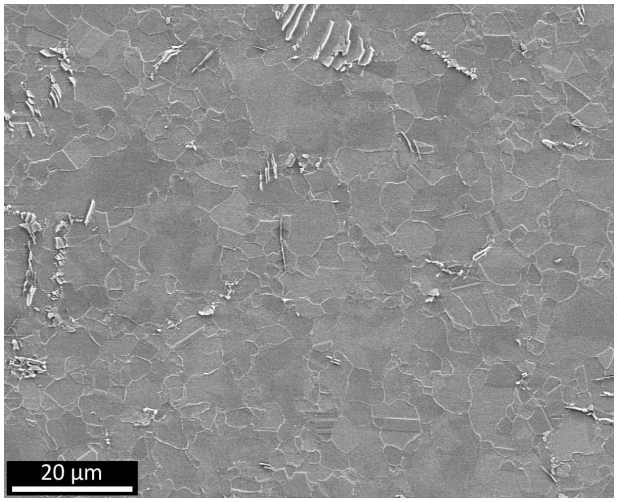
b) Galet B (2 chaudes : $T_{forgeage1}$= 985°C et $T_{forgeage2}$= 985°C)



c) Galet C (1 chaude : $T_{forgeage}$= 940°C)



d) Galet D (1 chaude : $T_{forgeage}$= 1040°C)



e) Galet E (2 chaudes : $T_{forgeage1}$= 1040°C et $T_{forgeage2}$= 985°C)

Figure 4-4 : Micrographies réalisées en MEB en électrons secondaires sur des échantillons prélevés dans les galets à l'état brut de forge.

4.5 Mode opératoire des essais mécaniques

Les propriétés mécaniques en traction et en fluage du superalliage ATI 718Plus ont été caractérisées par des essais réalisés sur des éprouvettes polies.

Les essais de traction ont été menés à température ambiante, à 550°C et à 700°C, et les essais de fluage ont été réalisés à 700°C. La température la plus chaude, 700°C, a été choisie car elle correspond à la température maximale d'utilisation de l'alliage indiquée par ATI Allvac.

Pour tous ces essais, les éprouvettes ont été polies par grades successifs de 220 jusqu'à la pate diamantée d'une granulométrie de 1µm, de façon à mesurer les propriétés en traction et en fluage en limitant au maximum les effets dus aux défauts de surface.

4.5.1 Essais de traction

Les essais de traction ont été menés sur deux types de machines de déformation différents. La première machine utilisée pour les essais à 550°C et 700°C, est une machine de déformation en relaxation de contrainte développée à partir d'une machine de fluage sur laquelle le système de chargement par poids suspendus au bout d'un bras de levier a été remplacé par un vérin électromécanique (Figure 4-5). Pour les essais à température ambiante, une machine de traction servo-hydraulique Instron 8802 a été utilisée, car la capacité maximale de 12 000 N de la première machine ne permettait pas de réaliser ces essais de traction.

La plus grande partie des essais a été réalisée sur la machine de traction/relaxation plutôt que sur la machine servo-hydraulique pour des raisons de disponibilité des machines, et du grand nombre d'essais réalisés. De plus pour les essais à haute température, le système d'extensométrie utilisé sur la machine de traction/relaxation est plus simple et plus rapide à mettre en place que le système utilisé sur la machine servo-hydraulique.

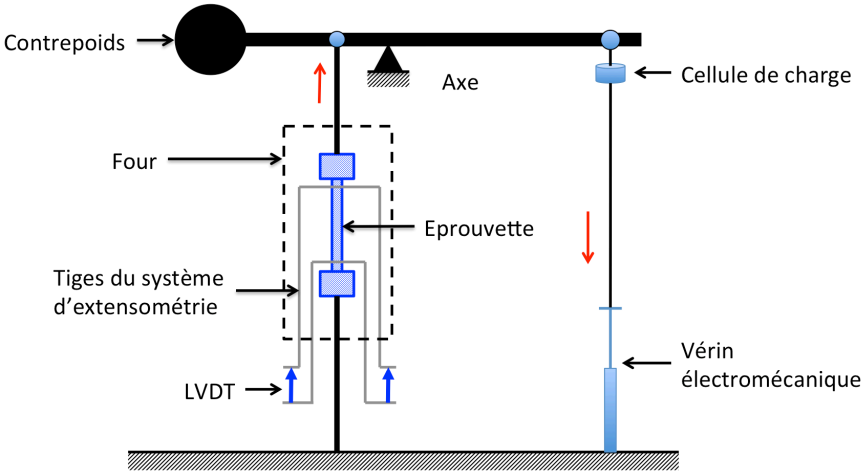


Figure 4-5 : schéma de la machine de fluage modifiée pour réaliser des essais de traction/relaxation.

Le dispositif de chauffage utilisé pour les essais à haute température est un four à résistance doté de trois zones pilotées individuellement par un système de régulation de température Eurotherm 903P. Ce dispositif a été étalonné pour que la variation de température le long de la zone utile de l'éprouvette soit inférieure ou égale à 2°C. Dans la procédure d'essai, un maintien isotherme de 30 minutes à la température de l'essai a été respecté avant le début de

chaque essai pour assurer une bonne stabilisation de la température du four et une distribution homogène de la température dans la zone utile de l'éprouvette.

Les éprouvettes employées pour les essais de traction présentent une zone utile cylindrique de 3 mm de diamètre et de 25 mm de longueur (Figure 4-6). À chaque extrémité de cette zone utile, se trouve une collerette sur laquelle est fixé le système d'extensométrie. Ce système permet de mesurer la variation de longueur de l'éprouvette lors de l'essai grâce à deux capteurs LVDT.

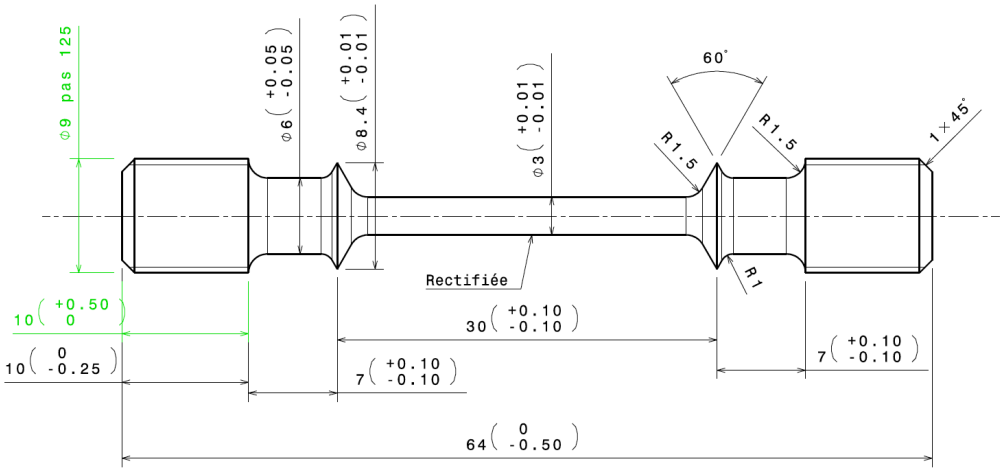


Figure 4-6 : plan des éprouvettes de traction.

Les essais de traction ont été réalisés avec une vitesse de déformation de à $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}. Cette vitesse de déformation est pilotée grâce aux mesures de déformation fournies par l'extensomètre.

Pour vérifier la reproductibilité des essais, chaque essai a été doublé, et les résultats présentés par la suite sont la moyenne des résultats obtenus lors des deux essais.

4.5.2 Essais de fluage

Les essais de fluage ont été conduits sur des machines S.E.T.R.A. dont le schéma de principe est présenté dans la Figure 4-7.

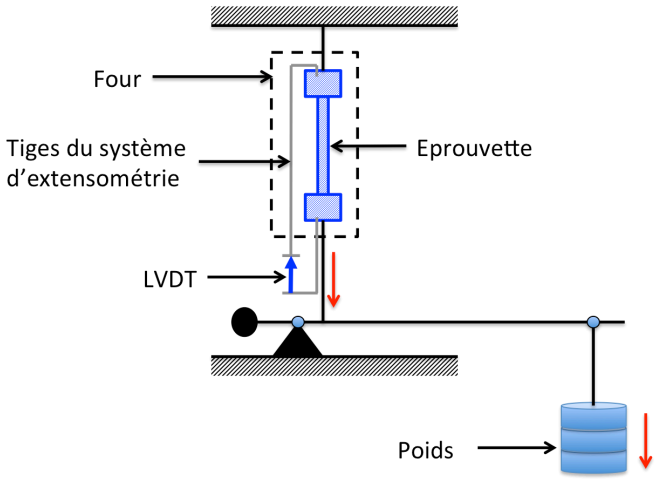


Figure 4-7 : schéma de principe des machines de fluage S.E.T.R.A.

Les essais de fluage ont été réalisés à 700°C avec une charge constante égale à 3500 N, ce qui représente une contrainte de 500 MPa en prenant en compte la valeur initiale de la section de l'éprouvette (3 mm de diamètre). La géométrie des éprouvettes de fluage est présentée dans la Figure 4-8.

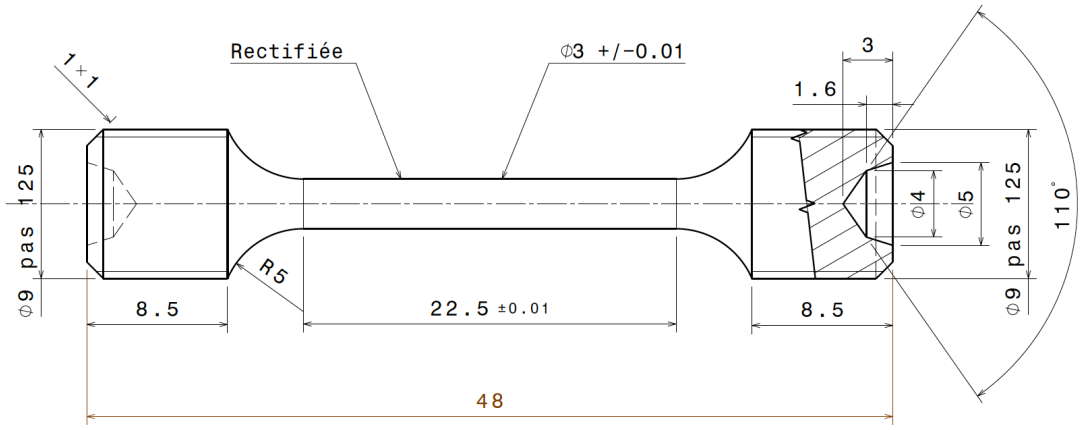


Figure 4-8 : plan des éprouvettes de fluage.

Après la mise en place de l'éprouvette, le four est mis en température, puis stabilisé pendant une heure à la température désirée avant d'effectuer la mise en charge. L'allongement de l'éprouvette au cours de l'essai est mesuré à l'aide d'un capteur LVDT fixé entre les tiges du système d'extensométrie. Ce capteur possède une course de 20 mm.

La mise en charge s'effectue en une vingtaine de secondes par l'augmentation progressive mais non contrôlée de l'effort exercé sur l'éprouvette.

BILAN :

Le Tableau 4-4 récapitule les conditions d'essais, le nombre d'essais de traction et de fluage, et la distribution de ces essais selon le protocole opératoire défini.

Gamme de traitements thermiques	**Nombre de microstructures**	**Traction**				**Fluage**		
		T (°C)	**$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})**	**Nb essai**	**Nb essai total**	**T (°C)**	**σ (MPa)**	**Nb essai**
ATI	9	20	$8{,}3.10^{-5}$	18	54	700	500	18
		550		18				
		700		18				
Opti	3	20		6	18			6
		550		6				
		700		6				
					72			**24**

Tableau 4-4 : récapitulatif du nombre d'essais de traction et de fluage réalisés pour l'étude.

Ainsi pour les besoins de l'étude 72 essais de traction et 24 essais de fluage ont été réalisés.

Chapitre 5

-

Microstructures et propriétés en traction et fluage résultant des gammes de traitements thermiques ATI Allvac

Chapitre 5 - Microstructures et propriétés en traction et fluage résultant des gammes de traitements thermiques ATI Allvac

Dans le chapitre précédent, les microstructures des galets à l'état brut de forge ont été décrites. Dans ce chapitre nous nous intéresserons aux microstructures de ces mêmes galets après application d'une gamme de traitements thermiques préconisée par l'élaborateur de l'alliage (ATI Allvac).

La première partie du chapitre est consacrée à l'étude des microstructures et particulièrement de la distribution de la précipitation de la phase de type η.

Dans la seconde partie, les résultats des essais mécaniques, en traction et en fluage, menés sur chacune des microstructures seront exposés.

Enfin une dernière partie décrira les corrélations établies entre les propriétés microstructurales et les propriétés mécaniques.

Sommaire :

5.1 Microstructures des galets après traitements thermiques ATI Allvac 89
5.1.1 Gamme de traitements thermiques subsolvus 89
5.1.2 Gamme de traitements thermiques Direct Aging 91
5.1.3 Gamme de traitements thermiques supersolvus 92
5.2 Essais mécaniques 98
5.2.1 Influence du forgeage 100
5.2.1.1 Température de forgeage 100
5.2.1.2 Nombre de chaudes 103
5.2.1.3 Vitesse de trempe 104
5.2.2 Influence du type de gamme de traitements thermiques : gamme standard ou gamme Direct Aging 106
5.2.3 Remarque sur les instabilités de Portevin – Le Chatelier 108
5.3 Conclusion 109

5.1 Microstructures des galets après traitements thermiques ATI Allvac

La société ATI Allvac, élaboratrice de l'alliage ATI 718Plus, préconise deux gammes de traitements thermiques en fonction de la température de forgeage du matériau.

Lorsque l'alliage est forgé à une température inférieure à 1010°C, la gamme de traitements thermiques à appliquer est la gamme dite *"subsolvus"*. Lorsque la température de forgeage utilisée est supérieure ou égale à 1010°C, la gamme de traitements thermiques à appliquer est la gamme dite *"supersolvus"*. Cette température de 1010°C correspond à la température de solvus de la phase intergranulaire δ-Ni_3Nb identifiée par ATI Allvac. Dans le cas ou la gamme de forgeage comprend plusieurs étapes à différentes températures, la température de la dernière étape est prise en compte pour le choix de la gamme de traitements thermiques à appliquer. Ces gammes de traitements thermiques *"subsolvus"* ou *"supersolvus"* ont été appliquées sur les microstructures des galets A, B, C, D, et E en fonction des températures auxquelles ils ont été forgés.

Une troisième gamme de traitements thermiques dite *"Direct Aging"* car elle ne comporte pas de traitement de remise en solution mais uniquement un traitement de revenu, peut également être utilisée sans condition sur la température de forgeage. Cette gamme a été appliquée sur les microstructures des galets F, G, H, et I.

5.1.1 Gamme de traitements thermiques subsolvus

La gamme de traitements thermiques *"subsolvus"* décrite dans le Tableau 5-1 a été appliquée aux galets forgés à une température inférieure à 1010°C ou dont la dernière étape de forgeage a été réalisée en dessous de 1010°C, c'est-à-dire les galets A, B, C, et E.

	Gamme *"subsolvus"*
Remise en solution	968°C x 1h trempe à 70°C/min
Revenu	788°C x 8h trempe à 56°C/h jusqu'à 704°C 704°C x 8h trempe air

Tableau 5-1 : description de la gamme de traitements thermiques *"subsolvus"*.

Cette gamme de traitements thermiques prévoit un premier traitement à 968°C permettant de remettre en solution les précipités de phase γ', suivi d'une trempe à 70°C/min. Cette vitesse de trempe n'est pas précisée par ATI Allvac, mais a été choisie pour être au plus proche des vitesses de refroidissement mesurées sur des pièces fines de type "carter de moteur". Ensuite un traitement de revenu comportant deux paliers est appliqué. La température du second palier est inférieure à celle du premier et le refroidissement entre ces deux paliers est réalisé à vitesse contrôlée de 56°C par heure.

Les microstructures obtenues après l'application aux gammes de forgeage A, B, C et E de la gamme de traitements thermiques *"subsolvus"* sont présentées dans la Figure 5-1.

Les microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, C_{ATI}, et E_{ATI} présentent une précipitation abondante de phase en lattes aux joints de grains, et dans la microstructure C_{ATI}, cette précipitation s'étend également à l'intérieur des grains.

Dans ces microstructures on remarque qualitativement que la fraction volumique de phase en lattes évolue ainsi : $f_{V_\eta}C_{ATI} > f_{V_\eta}A_{ATI} > f_{V_\eta}B_{ATI} > f_{V_\eta}E_{ATI}$.

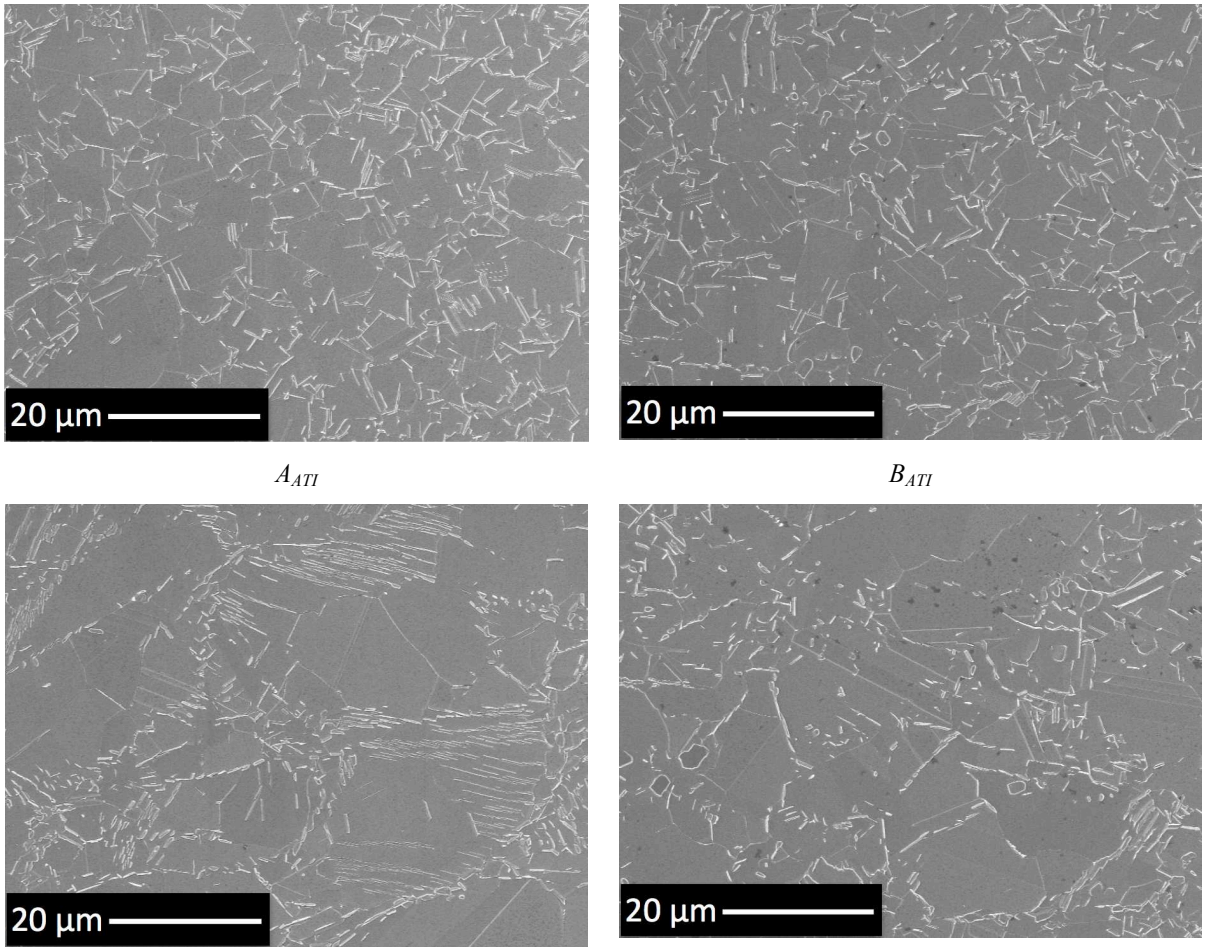
Le développement de la phase en lattes dans ces microstructures est très lié à la déformation subie par le matériau lors du forgeage, et notamment aux dislocations et aux défauts d'empilement introduits dans la microstructure, en particulier à proximité immédiate des joints de grains où se produit la germination de cette phase intergranulaire de type η (voir Chapitre 3).

Ainsi plus la température de forgeage est basse et/ou plus le taux de déformation imposé est important, moins la microstructure de dislocations sera restaurée, entraînant la création d'une plus grande quantité de germes de phase de type η, qui se développeront ensuite lors d'un maintien à haute température. Donc, moins la microstructure de dislocations est restaurée, plus la précipitation de phase en lattes se développera après traitement thermique.

Ainsi la fraction volumique de phase en lattes est plus importante dans la microstructure C_{ATI}, que dans la microstructure A_{ATI}, car la température de forgeage du galet C (940°C) est inférieure à celle du galet A (985°C), ce qui induit une moins bonne restauration de la microstructure de dislocations.

Par contre la fraction volumique de phase en lattes est moins importante dans la microstructure B_{ATI}, que dans la microstructure A_{ATI}. Car, lors d'un forgeage en deux chaudes, une partie de la microstructure de dislocations engendrée par la première chaude est restaurée lors du maintien à haute température qui précède la seconde chaude. Ainsi le forgeage en deux chaudes appliqué au galet B permet d'obtenir une microstructure de dislocations mieux restaurée que le forgeage en une chaude appliqué au galet A.

Enfin l'effet croisé de la température de forgeage et du nombre de chaudes explique la plus faible fraction volumique de phase en lattes dans la microstructure E_{ATI}.



A_{ATI} B_{ATI} C_{ATI} E_{ATI}

Figure 5-1 : micrographies MEB (détecteur d'électrons secondaires *In-Lens*) des microstructures issues des gammes de forgeage A, B, C et E, et associées à la gamme de traitements thermiques ATI *"subsolvus"*.

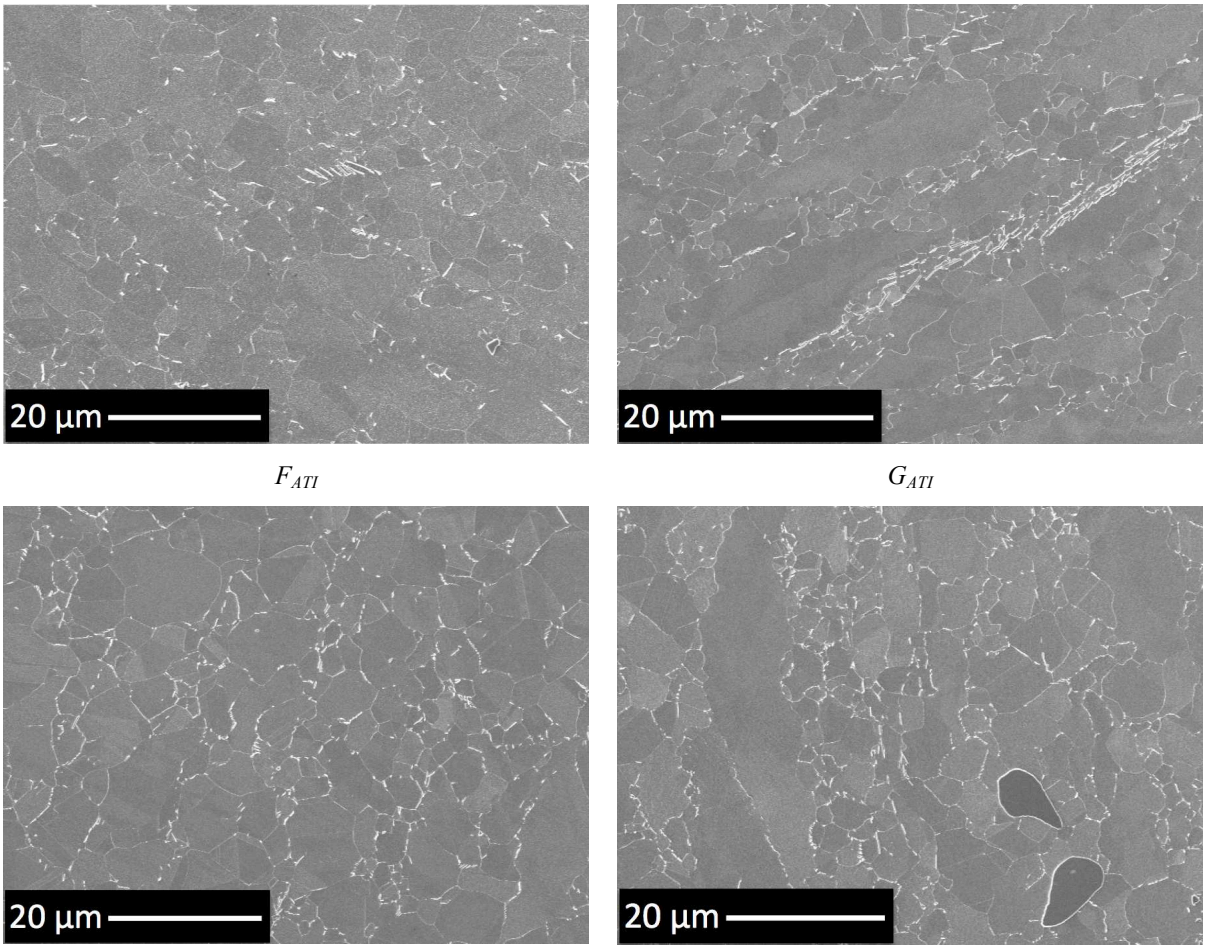
5.1.2 Gamme de traitements thermiques Direct Aging

La gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*, a été appliquée aux microstructures issues des gammes de forgeage F, G, H et I. Cette gamme de traitements thermiques comporte uniquement le traitement de revenu en deux paliers décrit dans le Tableau 5-1.

Les microstructures obtenues après traitements avec la gamme *"Direct Aging"* sont présentées sur la Figure 5-2.

Les quatre microstructures présentent une distribution de phase de type η sous forme de petits précipités aux joints de grains avec une faible fraction volumique.

Des chapelets de précipités de phase en lattes de taille plus importante sont présents dans la microstructure G_{ATI}. Ces chapelets sont semblables à ceux vus dans la microstructure à l'état brut de forge du galet G, et sont donc très probablement antérieurs à l'application de la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*.



F_{ATI} G_{ATI}

H_{ATI} I_{ATI}

Figure 5-2: micrographies MEB (détecteur d'électrons secondaires *In-Lens*) des microstructures issues des gammes de forgeage F, G, H et I, et associées à la gamme de traitements thermiques ATI *"Direct Aging"*.

À noter que la fraction volumique de phase de type η est bien plus importante dans la microstructure issue du galet A traitée avec la gamme *"subsolvus"*, que dans la microstructure issue du galet H traitée avec la gamme *"Direct Aging"*. Cela prouve que le traitement thermique de remise en solution de la gamme *"subsolvus"* (968°C x 1 heure) a pour effet de développer la précipitation de la phase de type η. Ce résultat est en accord avec le diagramme TTT de la phase de type η identifié dans le Chapitre 3.

5.1.3 Gamme de traitements thermiques supersolvus

Le galet D a été forgé en une chaude à 1040°C, soit à une température supérieure à la température de solvus de la phase intergranulaire δ identifiée par ATI Allvac (1010°C). Dans ce cas ATI Allvac préconise d'utiliser la gamme de traitements thermiques *"supersolvus"*, qui se décline en deux gammes (Tableau 5-2) en fonction de la fraction volumique de phase intergranulaire précipitée dans la microstructure à l'état brut de forge.

	Gamme 1	**Gamme 2**
Prétraitement	843-871°C x 8-16h	-
Remise en solution	982°C x 1h	954°C x 1h
Revenu	788°C x 8h 704°C x 8h	788°C x 8h 704°C x 8h

Tableau 5-2 : paramètres des deux gammes de traitements thermiques *"supersolvus"* préconisées par ATI Allvac.

La première gamme est préconisée lorsque la microstructure en fin de forgeage ne contient pas assez de phase intergranulaire pour empêcher la croissance de la taille de grain lors du traitement de remise en solution : une première étape de prétraitement est alors appliquée dans le but de développer une précipitation intergranulaire suffisante pour ancrer les joints de grains pendant la remise en solution à 982°C pendant une heure.

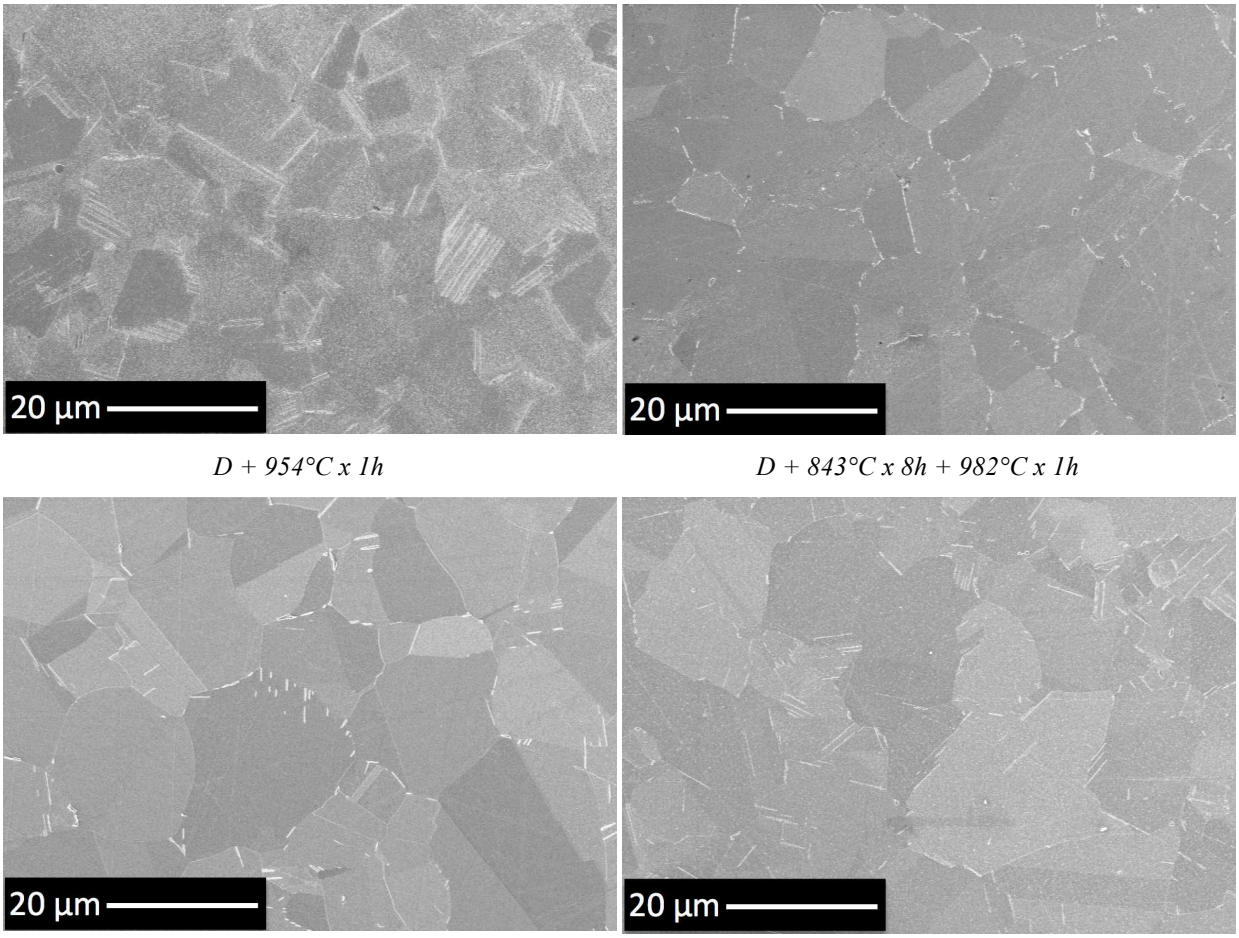
La seconde gamme est appliquée dans le cas où la microstructure après forgeage contient suffisamment de phase intergranulaire pour fixer la taille de grain. Dans ce cas le prétraitement n'est pas nécessaire et seul un traitement de remise en solution à 954°C est préconisé.

Pour les deux gammes de traitements thermiques un revenu en deux paliers, identique à celui employé dans la gamme *"subsolvus"*, est prévu à la suite de l'étape de remise en solution.

Afin de déterminer quelle gamme de traitements thermiques sera appliquée sur les ébauches du galet D, plusieurs traitements thermiques ont été réalisés pour déterminer l'influence du prétraitement et affiner ses paramètres (temps et température). Aussi quatre séquences de traitements thermiques ont été réalisées : une sans prétraitement et avec une remise en solution à 954°C et trois avec un prétraitement et une remise en solution à 982°C en faisant varier les paramètres du prétraitement. Ces paramètres ont été choisis pour explorer le plus large intervalle de temps et de température préconisé par ATI Allvac. Les deux points les plus extrêmes de cet intervalle ont donc été choisis ainsi qu'un point intermédiaire. Au final les quatre séquences de traitements thermiques testées sont les suivantes :

- 954°C x 1h ;
- 843°C x 8h + 982°C x 1h ;
- 857°C x 12h + 982°C x 1h ;
- 871°C x 16h + 982°C x 1h.

Les microstructures obtenues à l'issue de ces traitements thermiques sont présentées dans la Figure 5-3.



D + 954°C x 1h *D + 843°C x 8h + 982°C x 1h*

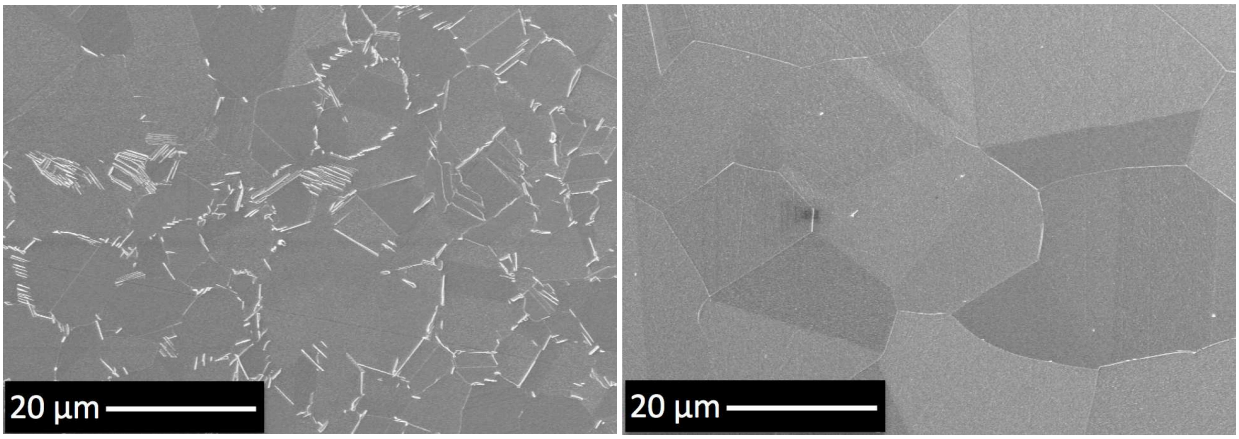
D + 857°C x 12h + 982°C x 1h *D + 871°C x 16h + 982°C x 1h*

Figure 5-3 : micrographies MEB (détecteur d'électrons secondaires In-Lens) des microstructures obtenues pour différentes gammes de traitements thermiques *"supersolvus"*.

Les observations menées sur la microstructure ayant subi la gamme de traitements thermiques avec une unique remise en solution à 954°C, montrent une précipitation intergranulaire importante de phase de type η.

La microstructure obtenue après la séquence de traitements thermiques 843°C x 8h + 982°C x 1h, présente le développement de fins précipités de phase de type η aux joints de grains. À mesure que le temps de maintien et que la température du prétraitement augmente, les précipités de type η croissent et s'allongent, entraînant une augmentation de la fraction volumique de cette phase dans la microstructure.

Pour la séquence de traitements thermiques 843°C x 8h + 982°C x 1h, l'effet sur la microstructure de chaque traitement réalisé indépendamment a été étudié (Figure 5-4).



D + 843°C x 8h *D +982°C x 1h*

Figure 5-4 : micrographies MEB (détecteur d'électrons secondaires In-Lens) des microstructures issues du galet D et traitées avec un unique prétraitement à 843°C pendant 8 heures (à gauche), et avec un traitement de remise en solution à 982°C pendant 1 heure (à droite).

Les micrographies MEB montrent qu'après le prétraitement à 843°C pendant 8 heures, la phase intergranulaire en lattes s'est bien développée aux joints de grains. Après un unique traitement de remise en solution à 982°C pendant 1 heure, seuls quelques précipités de phase intergranulaire sont présents.

La comparaison de la microstructure issue de la séquence de traitements thermiques prétraitement et traitement de remise en solution (843°C x 8h + 982°C x 1h) avec la microstructure ayant subi uniquement le prétraitement à 843°C pendant 8 heures, montre que la précipitation de phase intergranulaire en lattes produite par le prétraitement (843°C x 8h) est en partie dissoute par le traitement de remise en solution à 982°C pendant 1 heure.

La précipitation de la phase intergranulaire en lattes lors des prétraitements compris entre 843°C et 871°C pour une durée comprise entre 8 heures et 16 heures se justifie grâce aux diagrammes TTT établis dans le Chapitre 3. Toutefois la gamme de température utilisée pour le prétraitement, dont le but est de développer une précipitation de phase intergranulaire afin de contrôler la taille de grain, pourrait être améliorée en utilisant une gamme de température plus proche de la température du nez du domaine de précipitation qui se situe aux environs de 930°C.

Le diagramme TTT indique également une température de solvus de la phase intergranulaire en lattes se situant aux environs de 980°C, ce qui explique la dissolution partielle pendant le traitement de remise en solution à 982°C de la précipitation intergranulaire produite lors du prétraitement.

On peut tout de même s'interroger sur la justification de cet "Aller-Retour" concernant la précipitation de la phase intergranulaire que constitue la séquence de traitements thermiques prétraitement et remise en solution recommandée par ATI Allvac.

Gamme supersolvus finale

Finalement notre choix de la gamme de traitements thermiques ATI Allvac s'est porté sur un prétraitement à 843°C pendant 8 heures, car ce traitement associé à une remise en solution à 982°C pendant 1 heure est celui qui provoque la précipitation de phase η la plus faible, tout en étant suffisante pour ancrer les joints de grains pendant les revenus. De plus une précipitation de phase intergranulaire avec une faible fraction volumique permet de disposer

d'une plus grande concentration d'éléments γ'-gène pour la précipitation intragranulaire, ce qui devrait provoquer un meilleur durcissement.

La gamme de traitements thermiques *"supersolvus"* ATI Allvac appliquée sur les ébauches d'éprouvettes est donc la suivante (Tableau 5-3) :

	Gamme *"supersolvus"* choisie
Prétraitement	843°C x 8h, trempe air
Remise en solution	982°C x 1h trempe à 70°C/min
Revenu	788°C x 8h trempe à 56°C/h jusqu'à 704°C 704°C x 8h trempe air

Tableau 5-3 : paramètres de la gamme de traitements thermiques "supersolvus" choisie.

Finalement la microstructure obtenue après application de cette gamme de traitements thermiques *"supersolvus"*, est présentée dans la Figure 5-5. Les observations en MEB de cette microstructure montrent la présence de précipités de phase en lattes aux joints de grains et une taille de grain qui n'a pas évolué par rapport à celle obtenue en fin de forgeage.

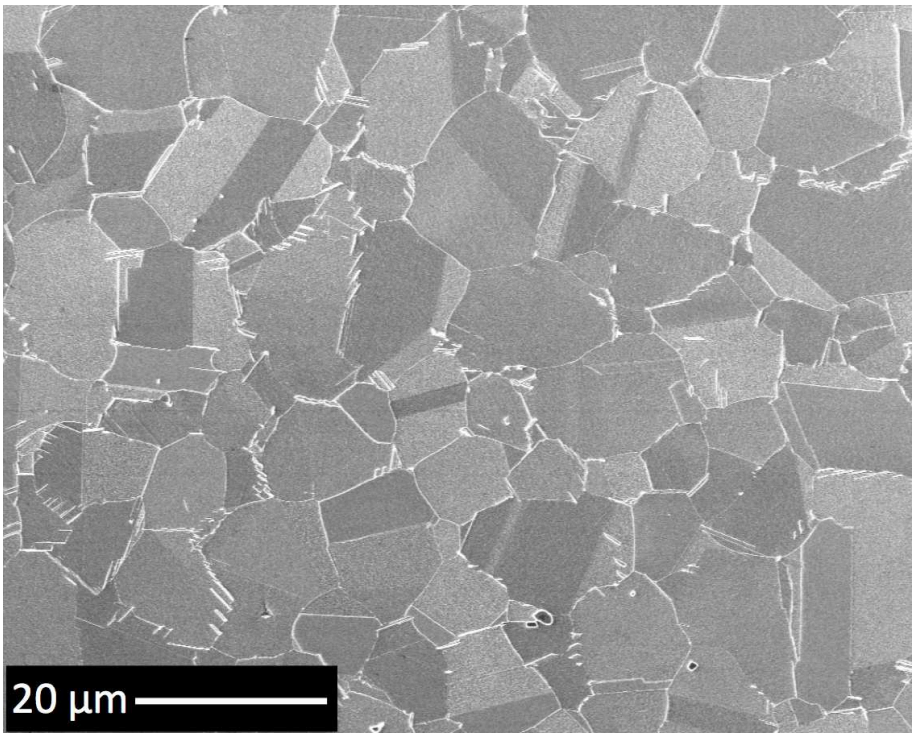


Figure 5-5 : micrographie MEB (en électron secondaire in-Lens) de la microstructure issue de la gamme de forgeage D traitée avec la gamme de traitements thermiques *"supersolvus"* retenue.

La précipitation de la phase intergranulaire en lattes étant plus importante dans cette microstructure entièrement traitée (prétraitement + remise en solution + revenus) que dans la microstructure ayant subi le prétraitement et la remise en solution, il apparaît que cette précipitation intergranulaire s'est développée durant les revenus.

Finalement le prétraitement a permis de créer une précipitation intergranulaire suffisante pour ancrer les joints de grains et permettre de contrôler la taille de grain lors du traitement de remise en solution. Pendant ce traitement de remise en solution la précipitation intergranulaire est en partie dissoute, puis elle se développe à nouveau lors des revenus.

Au final on peut se demander si la microstructure obtenue par l'application de la gamme de traitements thermiques correspondant à la gamme de forgeage *"supersolvus"* à la microstructure brute de forge D est vraiment différente de celle que l'on aurait obtenue en utilisant la gamme de traitements thermiques correspondant à la gamme de forgeage *"subsolvus"*.

En effet en utilisant la gamme de traitements thermiques *"subsolvus"*, le traitement de "remise en solution" à 968°C pendant 1 heure aurait provoqué la germination et le développement de la phase intergranulaire tout en permettant de contrôler la taille de grain, car cette température n'est pas suffisamment élevée pour provoquer la croissance des grains. La précipitation de phase intergranulaire aurait ensuite poursuivi son développement lors des traitements de revenu, comme dans le cas de la gamme de traitements thermiques *"supersolvus"*.

5.2 Essais mécaniques

L'ensemble des résultats des essais de traction et de fluage menés sur les microstructures ayant subi une gamme de traitements thermiques préconisée par ATI Allvac, est regroupé dans le Tableau 5-4. Les valeurs présentées sont des moyennes calculées sur deux essais réalisés dans des conditions identiques, car tous les essais ont été doublés.

On rappelle que les essais de traction ont été réalisés à température ambiante, à 550°C et à 700°C avec une vitesse de déformation constante de $8{,}3.10^{-5}.s^{-1}$, et les essais de fluage ont été effectués à 700°C sous une contrainte de 500MPa.

	Traction	**20°C**	**550°C**	**700°C**	**Fluage**	**700°C 500MPa**
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1078	957	905	t_r *(h)*	391
A_{ATI}	R_m *(MPa)*	1519	1475	1055	*A (%)*	25,7
	A (%)	19,8	18,9	14,1	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	12,3
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1117	995	961	t_r *(h)*	345
B_{ATI}	R_m *(MPa)*	1526	1465	1057	*A (%)*	29,5
	A (%)	18,9	17,3	22,6	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	14,1
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1164	1075	947	t_r *(h)*	143
C_{ATI}	R_m *(MPa)*	1543	1509	1065	*A (%)*	24,4
	A (%)	16	19,6	20,3	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	30,8
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1054	949	928	t_r *(h)*	715
D_{ATI}	R_m *(MPa)*	1495	1364	1099	*A (%)*	38,4
	A (%)	21,4	19,4	6,4	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	3,5
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1097	996	947	t_r *(h)*	271
E_{ATI}	R_m *(MPa)*	1517	1449	1068	*A (%)*	28
	A (%)	19,9	17,6	25,2	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	17,4
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1275	1113	1020	t_r *(h)*	576
F_{ATI}	R_m *(MPa)*	1587	1541	1152	*A (%)*	41,2
	A (%)	19,6	14,8	9,6	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	6,3
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1309	1140	1055	t_r *(h)*	457
G_{ATI}	R_m *(MPa)*	1594	1521	1170	*A (%)*	33,3
	A (%)	18,3	12,1	16,2	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	9,3
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1261	1091	1006	t_r *(h)*	490
H_{ATI}	R_m *(MPa)*	1584	1559	1107	*A (%)*	35,3
	A (%)	16,6	13,7	10,4	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	8,9
	$Re_{0,2}$ *(MPa)*	1292	1125	1080	t_r *(h)*	377
I_{ATI}	R_m *(MPa)*	1578	1517	1141	*A (%)*	28,9
	A (%)	17,2	11,5	16,2	V_2 $(10^{-9}.s^{-1})$	12,2

Tableau 5-4 : propriétés mécaniques en traction (limite d'élasticité, contrainte maximale, et allongement à la rupture) et en fluage (temps à la rupture, allongement à la rupture, et vitesse de fluage secondaire) des microstructures traitées selon les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac.

Lors des essais de traction, les courbes contrainte-déformation enregistrées font apparaître deux comportements différents selon que les essais ont été réalisés à température ambiante et à 550°C, ou à 700°C. L'allure caractéristique des courbes obtenues pour chaque température d'essai est représentée sur la Figure 5-6.

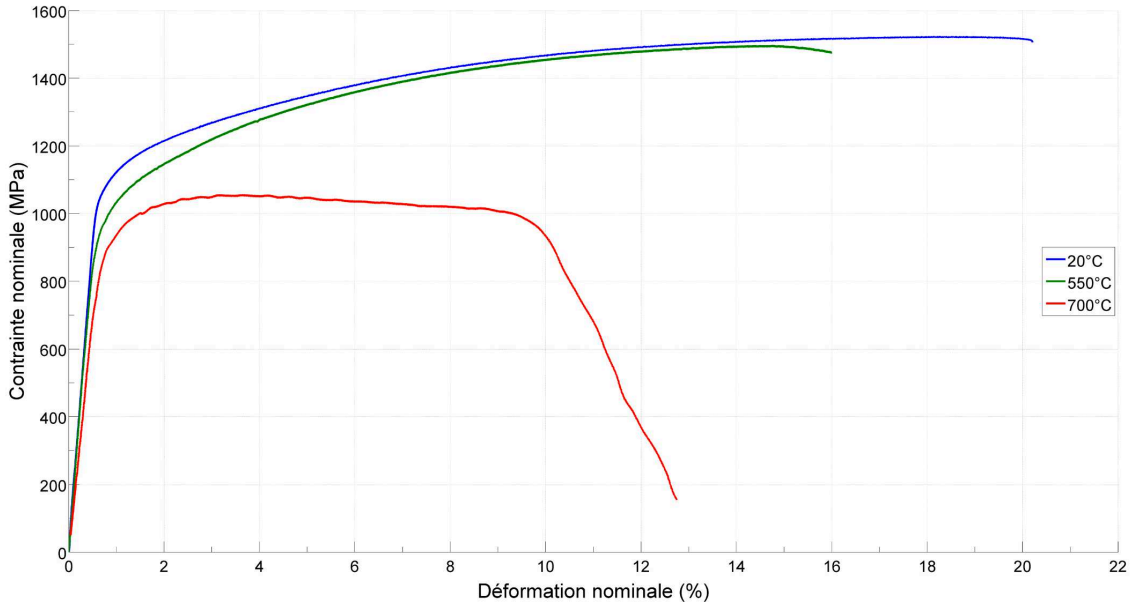


Figure 5-6 : courbes de traction obtenues à température ambiante, à 550°C et à 700°C sur la microstructure A_{ATI}.

Les courbes des essais réalisés à température ambiante et à 550°C, présentent une première partie linéaire correspondant au comportement élastique du matériau, puis une seconde partie d'écoulement plastique durant laquelle le matériau s'écrouit faisant augmenter la contrainte jusqu'à un maximum (contrainte maximale), et enfin une petite zone dans laquelle la contrainte diminue traduisant le fait qu'une striction se crée ou que l'éprouvette s'endommage avant rupture.

Sur la courbe correspondant à l'essai réalisé à 700°C, la contrainte maximale est atteinte très rapidement après la limite d'élasticité. Au-delà de cette contrainte maximale, l'allongement est la conséquence d'un endommagement par striction et par multi-fissuration, comme l'illustrent les images de l'éprouvette rompue (fût et faciès) (Figure 5-7).

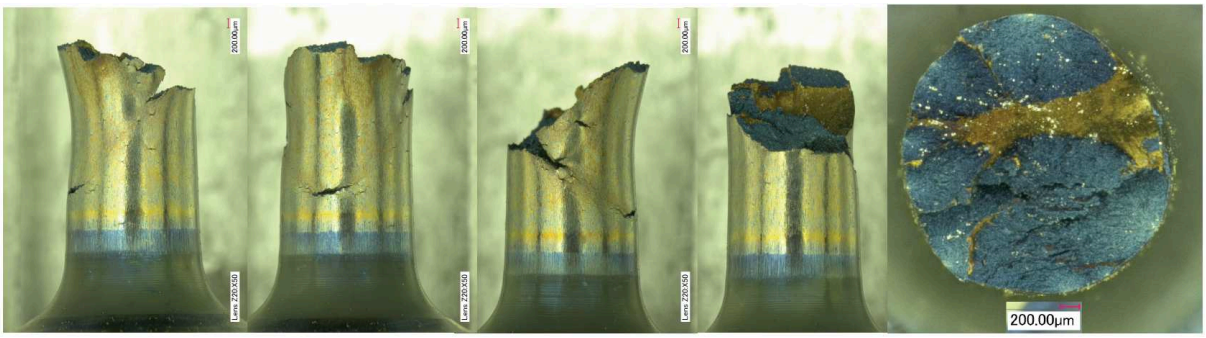


Figure 5-7 : Aspect du fût et du faciès de rupture de l'éprouvette de traction HR03 (microstructure H_{ATI}) testée à 700°C.

En effet, les éprouvettes rompues après les essais de traction à 700°C présentent de nombreuses fissures sur toute la surface de la zone utile. De plus, les différents niveaux d'oxydation observés sur les faciès de rupture montrent que cette rupture n'est pas brutale, mais qu'elle est le résultat de la formation de ligaments qui se rompent à différents niveaux de déformation.

La précipitation de la phase de type η joue certainement un rôle dans ce délitement de la microstructure. Ce rôle n'est pas bien établi mais il est possible que ces précipités soient des sites privilégiés pour l'amorçage de fissures **[Long-2009], [Xu-2012]**, et/ou que ces précipités agissent comme un renfort permettant aux ligaments de se maintenir et de s'allonger avant de rompre.

L'endommagement conséquent subi par les éprouvettes testées à 700°C nous amène donc à douter du sens physique que nous pouvons accorder à la valeur de ductilité mesurée en fin d'essai, c'est-à-dire à la rupture. En effet l'allongement de l'éprouvette s'accompagne par la création de nombreuses fissures qui interviennent très tôt dans la mesure de la déformation en la perturbant par la prise en compte d'un endommagement généralisé de l'éprouvette.

5.2.1 Influence du forgeage

5.2.1.1 Température de forgeage

L'influence de la température de forgeage sur les propriétés en traction a été établie en comparant les résultats des essais de traction (Figure 5-8) issus des gammes de traitements thermomécaniques A_{ATI} (forgé à 985°C), C_{ATI} (forgé à 940°C), et D_{ATI} (forgé à 1040°C).

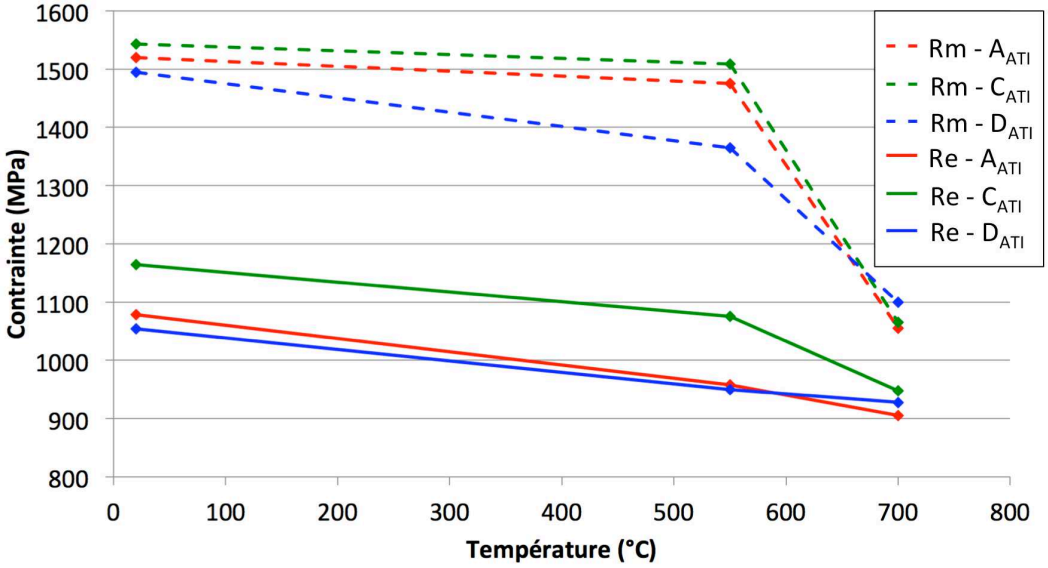


Figure 5-8 : influence de la température de forgeage sur les propriétés en traction.

À température ambiante et à 550°C, la limite d'élasticité de la microstructure C_{ATI} est meilleure d'environ 100 MPa à celles des microstructures A_{ATI} et D_{ATI}. À 700°C les limites d'élasticité de ces trois microstructures sont très proches.

En terme de contrainte maximale, la microstructure C_{ATI} offre la contrainte la plus élevée à température ambiante et à 550°C par rapport aux microstructures A_{ATI} et D_{ATI}, mais à 700°C la meilleure contrainte maximale est obtenue par la microstructure D_{ATI}, les différentes valeurs restant très proches.

L'influence de la température de forgeage sur les propriétés en fluage a également été examinée (Figure 5-9). Les essais menés sur les microstructures A_{ATI}, C_{ATI} et D_{ATI}, révèlent que le temps à la rupture augmente lorsque la température de forgeage augmente. L'augmentation de la température de forgeage a pour conséquence l'augmentation de la taille de grain et la diminution de la fraction volumique de phase de type η précipitée dans l'alliage.

Une dispersion assez importante est observée entre les deux essais réalisés sur la microstructure D_{ATI}. Cette dispersion est attribuée à une différence de taille de grain entre les deux éprouvettes, due à l'hétérogénéité des microstructures au sein du même galet D.

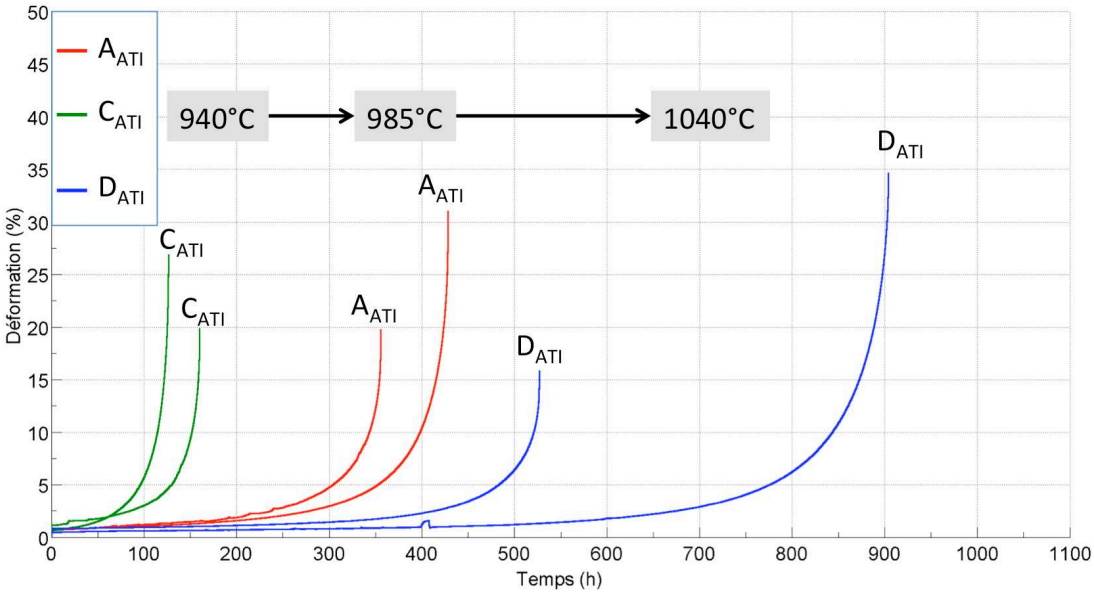


Figure 5-9 : influence de la température de forgeage sur les propriétés en fluage.

Les différences de propriétés en traction et en fluage entre les microstructures A_{ATI}, C_{ATI} et D_{ATI} sont principalement liées à deux phénomènes : la taille de grain et la précipitation de phase de type η.

La taille de grain a une influence certaine sur la limite d'élasticité et également sur les propriétés en fluage. L'influence de la taille de grain sur la limite d'élasticité est d'ailleurs exprimée par la loi de Hall-Petch **[Hall-1951]**, **[Petch-1953]** :

$$\tau_y = \tau_0 + \tau^* \left[\frac{d_0}{d}\right]^{1/2}$$

Cette loi montre que la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille de grain d ; d_0, τ^* et τ_0 étant des coefficients intrinsèques au matériau. Donc pour obtenir une limite d'élasticité élevée, il faut une microstructure à grains fins. À l'inverse pour avoir de bonnes propriétés en fluage on utilisera une microstructure avec des gros grains, en particulier dans la gamme de température et de contrainte étudiée. Il s'agit en effet de limiter le fluage par glissement et diffusion aux joints de grains en diminuant la "quantité" de joints de grains, ce qui revient à faire grossir les grains.

Ainsi la meilleure limite d'élasticité a été observée pour la microstructure présentant la taille de grain la plus fine, c'est-à-dire la microstructure C_{ATI} (13 ASTM / 4 µm), tandis qu'en fluage le temps à la rupture le plus long a été enregistré pour la microstructure D_{ATI} qui présente la taille de grain la plus grande (9-10 ASTM / 16-11 µm).

Nous avons vu lors de l'étude microstructurale que la température de forgeage a une influence particulière sur la précipitation de la phase en lattes. Ainsi la microstructure C_{ATI} forgée à 940°C présente une quantité importante de phase en lattes, ayant précipité de façon intergranulaire et intragranulaire. Lorsque la température de forgeage augmente, la précipitation de phase en lattes devient exclusivement intergranulaire et sa fraction volumique diminue.

Les essais de traction ont montré que la forte précipitation de phase de type η dans la microstructure C_{ATI} ne détériorait pas ses propriétés aux températures étudiées (température ambiante, 550°C, 700°C). Toutefois les précipités de phase de type η jouent certainement un rôle dans l'endommagement conséquent observé sur les éprouvettes testées à 700°C. En effet, on constate en examinant l'allure des courbes enregistrées lors des essais à 700°C sur les microstructures A_{ATI}, C_{ATI} et D_{ATI} (Figure 5-10), que l'endommagement semble plus marqué pour les microstructures A_{ATI} et C_{ATI} qui contiennent le plus de phase de type η.

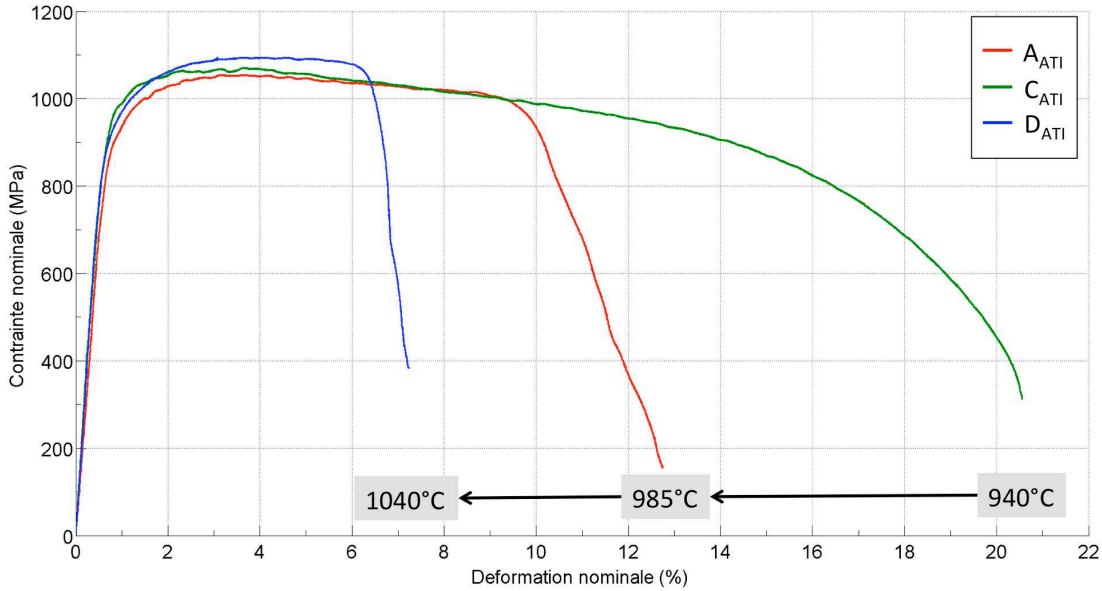


Figure 5-10 : courbes contrainte-déformation enregistrées lors d'essais de traction menés à 700°C sur les microstructures A_{ATI}, C_{ATI} et D_{ATI}.

En fluage, les temps à la rupture significativement plus faibles obtenus sur la microstructure C_{ATI} riche en phase de type η, tendent à montrer un effet néfaste de cette précipitation. En effet les précipités de phase en lattes possèdent une morphologie aiguillée, ce qui en fait des sites de prédilection pour l'amorçage de fissure par accumulation des contraintes en pointe de ces précipités **[Long-2009]**.

Finalement les essais de traction et de fluage montrent que la microstructure obtenue avec la température de forgeage la plus élevée (1040°C), donne les meilleurs résultats en fluage, et présente de bons résultats en traction à 700°C. A l'inverse la microstructure obtenue avec la température de forgeage la plus basse (940°C) possède de bonnes propriétés en traction avec toutefois des réserves sur la détérioration de la microstructure lors des essais à 700°C, mais présente la plus faible résistance en fluage. Enfin la microstructure issue du forgeage à 985°C, possède de bonnes propriétés en traction et une résistance en fluage intermédiaire aux deux autres microstructures.

5.2.1.2 Nombre de chaudes

Pour analyser l'influence du nombre de chaudes sur les propriétés en traction, les résultats issus des microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, F_{ATI}, G_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI} ont été comparés (Tableau 5-5).

Les microstructures A_{ATI} et B_{ATI}, F_{ATI} et G_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI} sont comparées deux à deux car elles ne se distinguent que par le nombre de chaudes de leurs traitements thermomécaniques.

Les microstructures forgées en deux chaudes présentent une limite d'élasticité plus élevée de quelques dizaines de MPa par rapport à celles forgées en une chaude. Cependant l'influence du nombre de chaudes sur la contrainte maximale est variable en fonction des températures d'essais et les variations engendrées sont comprises entre 0 et 40 MPa.

	Nombre de chaudes	$Re_{0,2}$ (MPa)			R_m (MPa)		
		20°C	550°C	700°C	20°C	550°C	700°C
A_{ATI}	1	1078	957	905	1519	1475	1055
B_{ATI}	2	1117	995	961	1526	1465	1057
F_{ATI}	1	1275	1113	1020	1587	1541	1152
G_{ATI}	2	1309	1140	1055	1594	1521	1170
H_{ATI}	1	1261	1091	1006	1584	1559	1107
I_{ATI}	2	1292	1125	1080	1578	1517	1141

Tableau 5-5 : limites d'élasticité et contraintes maximales obtenues sur les microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, F_{ATI}, G_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI} pour les essais de traction réalisés à 20°C, 550°C et 700°C.

En fluage les microstructures obtenues avec un forgeage en une chaude présentent un temps à la rupture plus long que celui des microstructures obtenues en deux chaudes (Figure 5-11). On note également que ce gain est plus important pour les microstructures ayant été traitées avec la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* (F_{ATI}, G_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI}) que pour celles traitées avec la gamme standard *"subsolvus"* (A_{ATI} et B_{ATI}).

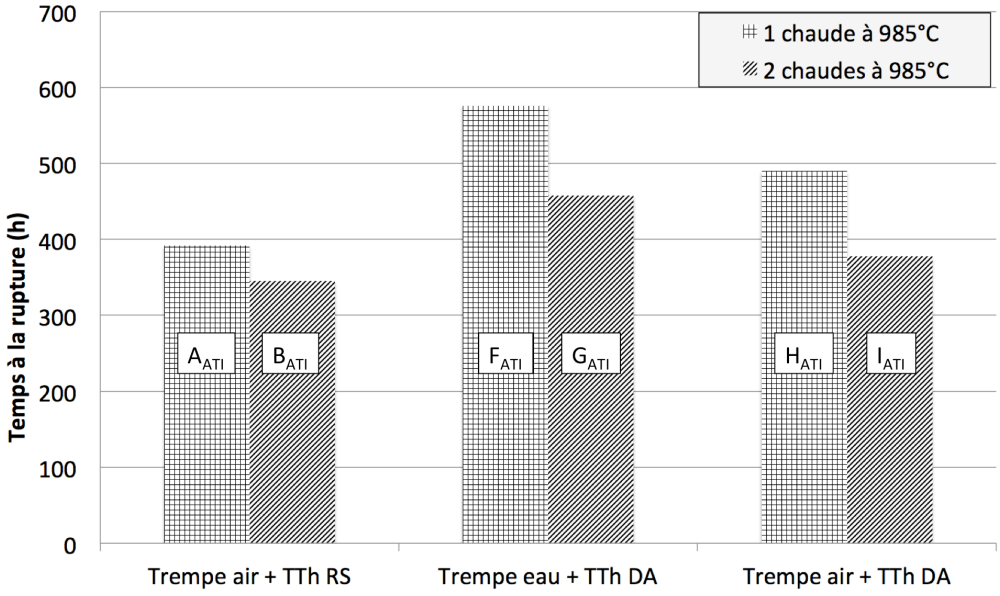


Figure 5-11 : représentation des temps à la rupture obtenus en fluage (700°C / 500MPa) pour les microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, F_{ATI}, G_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI}.

La meilleure tenue en fluage des matériaux forgés en une chaude plutôt qu'en deux chaudes, s'explique du fait du taux d'écrouissage résultant du forgeage. En effet lors du forgeage en une chaude la déformation appliqué est de ε=1,4.

Lorsque le forgeage est réalisé en deux chaudes, une première déformation (ε=0,6) est appliquée, puis le matériau est réchauffé avant de subir la seconde déformation (ε=0,8). Lors de cette séquence l'écrouissage introduit par la première chaude est en partie restauré lors du maintien en température précédant le second forgeage, et l'écrouissage final est donc moins important que pour une séquence de forgeage en une chaude. Après revenus les précipités de phase γ' qui ont germé sur ces lignes de dislocation ancrent les reliquats de cette microstructure de dislocations héritée du forgeage qui va accentuer le durcissement de l'alliage.

En traction ce phénomène aurait dû engendrer une meilleure limite d'élasticité pour les microstructures forgées en une chaude. Cependant le contraire est observé mais les écarts assez faibles observés (quelques dizaines de MPa) ne permettent pas de confirmer cette hypothèse. Ces écarts peuvent également être dus à des hétérogénéités de la taille de grain.

Finalement le nombre de chaudes appliquées lors du forgeage a une influence variable avec une faible amplitude sur les propriétés en traction, mais a une réelle influence en fluage, où un forgeage en une chaude permet une augmentation significative du temps à la rupture par rapport à un forgeage en deux chaudes.

5.2.1.3 Vitesse de trempe

L'influence de la vitesse de trempe en fin de forgeage a été évaluée par comparaison des microstructures F_{ATI} et G_{ATI}, trempées à l'eau, avec les microstructures H_{ATI} et I_{ATI}, trempées à l'air.

La vitesse de trempe la plus rapide, la trempe à l'eau, permet globalement d'obtenir de meilleurs résultats en termes de limite d'élasticité et de contrainte maximale, par rapport à la trempe à l'air (Figure 5-12). Cependant cette influence est assez limitée, environ 10 à 20 MPa.

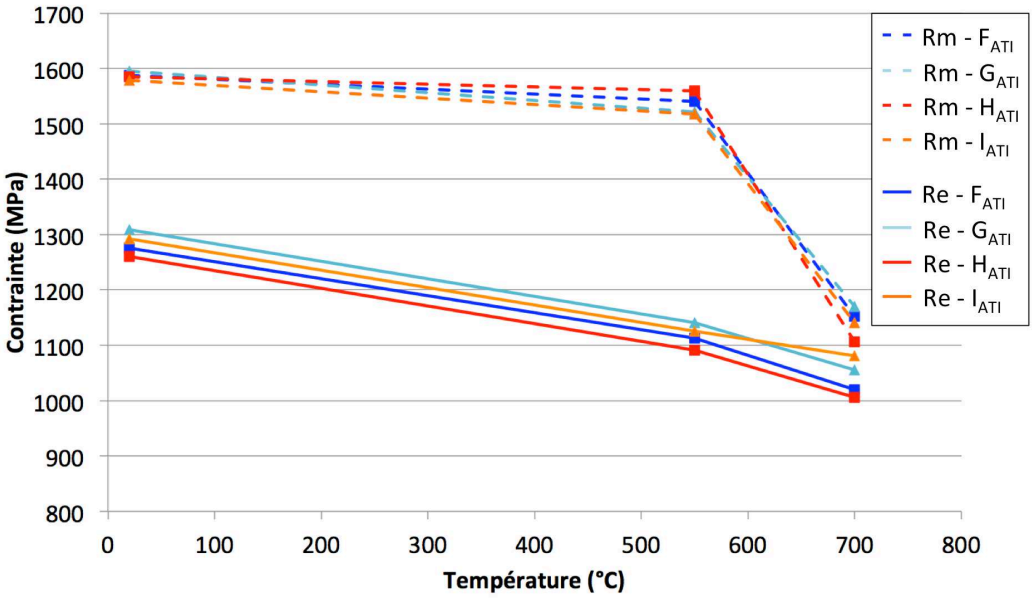


Figure 5-12 : influence de la vitesse de trempe sur les propriétés en traction.

Les essais de fluage montrent également un effet bénéfique de la trempe la plus rapide sur le temps à la rupture des microstructures testées (Figure 5-13).

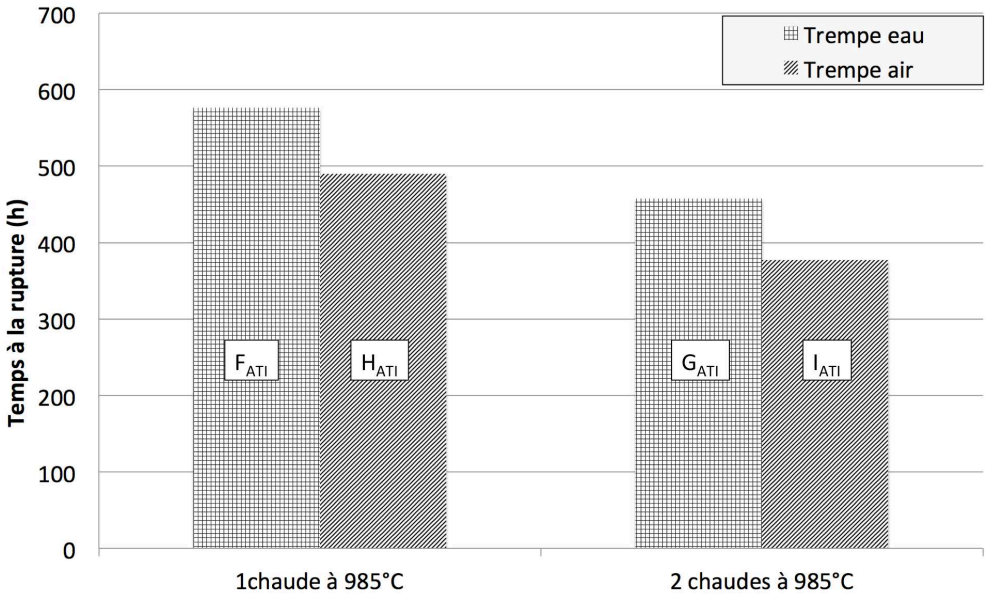


Figure 5-13 : influence de la vitesse de trempe sur les propriétés en fluage.

Le gain sur les propriétés en traction et en fluage procuré par l'utilisation de la trempe la plus rapide, provient du fait que plus la trempe est appliquée rapidement, plus on va figer la microstructure et ainsi conserver une microstructure de dislocations plus dense (Figure 5-14) ancrée par la précipitation de γ' produite pendant les revenus.

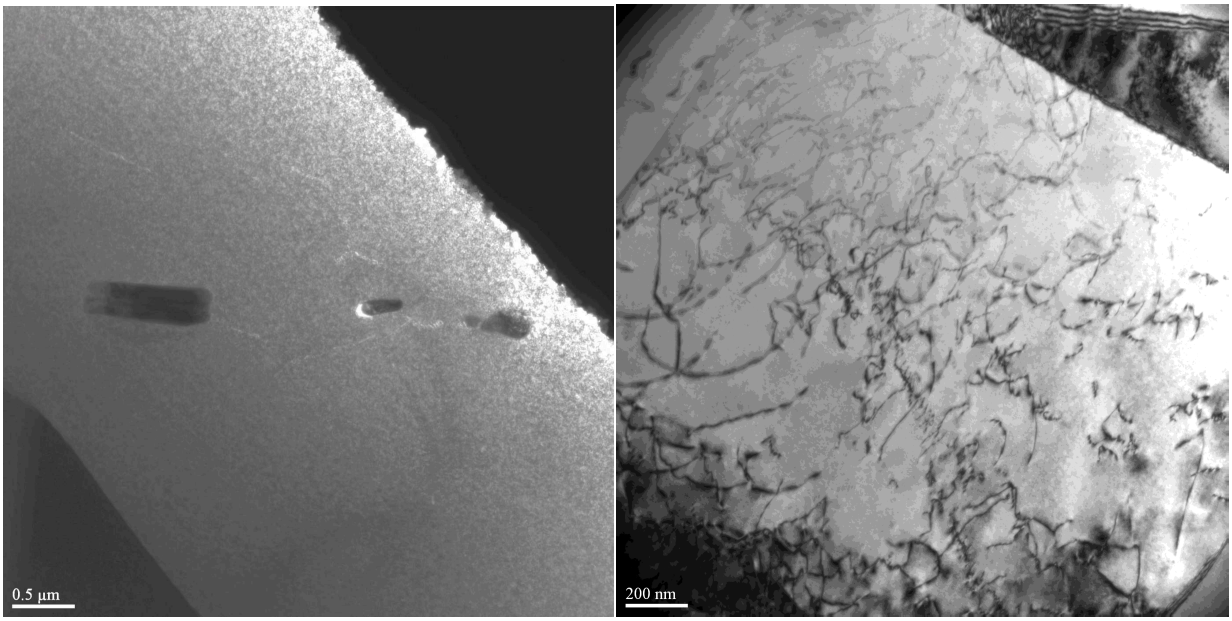


Figure 5-14 : micrographies MET des microstructures de dislocations de la microstructure du galet A (équivalente à celle du galet H) à l'état brut de forge (à gauche), et de la microstructure du galet F à l'état brut de forge (à droite).

5.2.2 Influence du type de gamme de traitements thermiques : gamme standard ou gamme Direct Aging

L'influence du type de gamme de traitements thermiques a également été regardée. On distingue ici les gammes de traitements thermiques *"standard"* (avec un traitement de remise en solution), c'est-à-dire les gammes *"subsolvus"* et *"supersolvus"*, et la gamme de traitements thermiques "Direct Aging", c'est-à-dire une gamme comprenant uniquement un traitement de revenu. Pour cela les résultats obtenus sur la microstructure A_{ATI} sont comparés avec ceux obtenus sur la microstructure H_{ATI}, et ceux de la microstructure B_{ATI} avec ceux de la microstructure I_{ATI}.

Cette comparaison montre que l'utilisation de la gamme *"Direct Aging "* plutôt que la gamme *"subsolvus"* procure un bénéfice de 100 à 180 MPa sur la limite d'élasticité, et un gain compris entre 50 et 80 MPa pour la contrainte maximale (Figure 5-15).

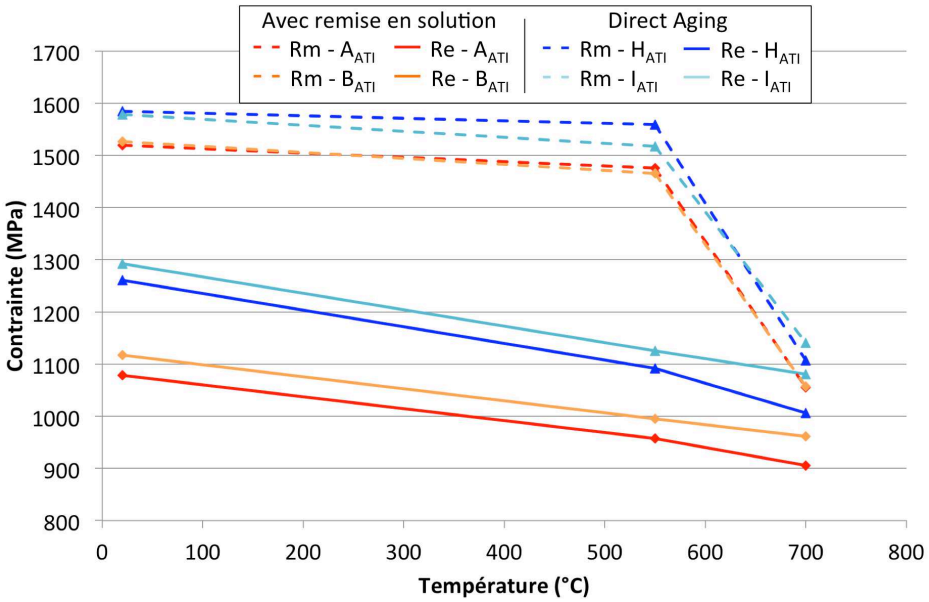


Figure 5-15: influence du type de gamme de traitements thermiques sur les propriétés en traction.

Toutefois l'utilisation de la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* diminue la ductilité d'environ 5% par rapport aux microstructures traitées avec la gamme de traitements thermiques *"subsolvus"* (Figure 5-16).

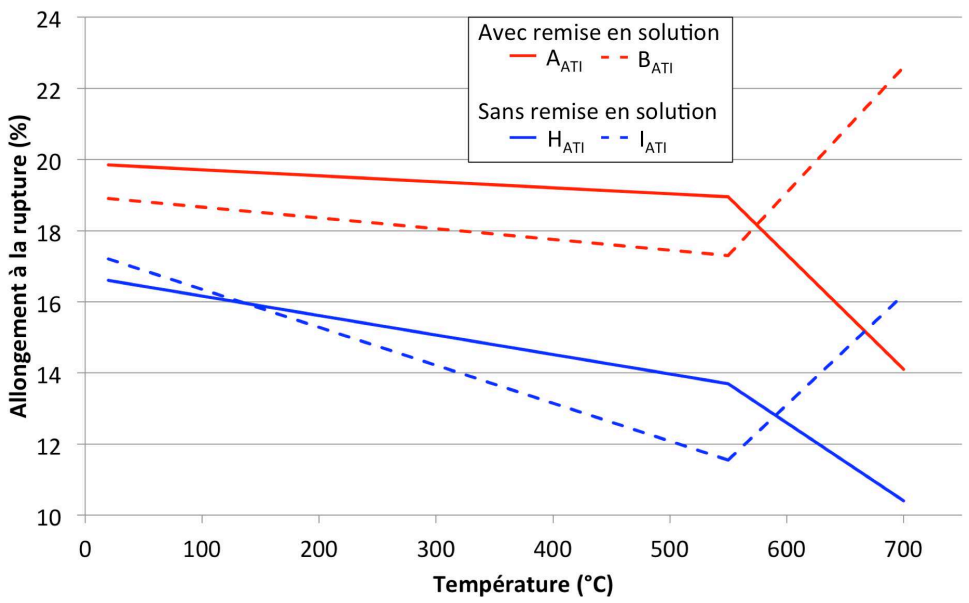


Figure 5-16 : évolution de l'allongement à la rupture.

Les essais de fluage réalisés sur les microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI}, montrent également un effet bénéfique sur le temps à la rupture de la gamme de traitements thermiques "*Direct Aging"* par rapport à la gamme standard *"subsolvus"* (Figure 5-17).

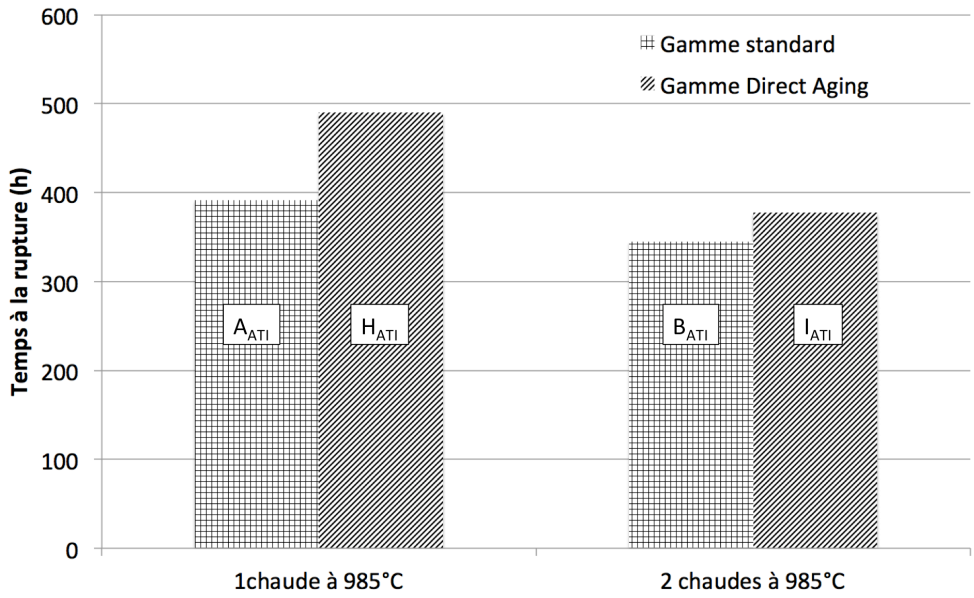


Figure 5-17 : représentation des temps à la rupture obtenus en fluage (700°C / 500 MPa) pour les microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, H_{ATI} et I_{ATI} en fonction du nombre de chaudes et du type de gammes de traitements thermiques.

Ces résultats mettent en évidence l'effet bénéfique sur les propriétés en traction et en fluage de la gamme *"Direct Aging"* par rapport aux gammes de traitements thermiques avec un traitement de remise en solution.

Ce gain est dû à la conservation d'une partie de l'écrouissage induit par le forgeage. En effet la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* ne comporte pas de traitement à une température suffisamment élevée pour restaurer complètement la microstructure de

dislocations, contrairement aux traitements de remise en solution des gammes *"subsolvus"* ou *"supersolvus"*. Les traitements de revenus ensuite appliqués permettent de développer une précipitation de phase γ' sur ces dislocations, ancrant ainsi celles-ci, ce qui accentue le durcissement de l'alliage.

De plus, l'étude microstructurale a montré que les microstructures ayant été traitées avec la gamme *"Direct Aging"* ont une fraction volumique de phase en lattes plus faible que les microstructures ayant été traitées avec les gammes de traitements thermiques *"standard"*. Ainsi dans les microstructures traitées avec la gamme *"Direct Aging"*, la quantité d'éléments γ'-gènes disponibles est plus importante car ils ne sont pas consommés par la précipitation de la phase en lattes. On peut donc penser que cette disponibilité plus grande des éléments γ'-gènes permet d'augmenter la fraction volumique de phase γ', ce qui peut se traduire par, à la fois, une augmentation de la limite d'élasticité, de la limite à la rupture, et de la résistance en fluage.

Finalement les essais de traction et de fluage ont démontré l'effet bénéfique de l'utilisation d'une gamme de traitements thermiques sans traitement de remise en solution. En effet l'utilisation de la gamme *"Direct Aging"* permet un gain important sur les propriétés en traction, limite d'élasticité et contrainte maximale, et sur les propriétés en fluage.

5.2.3 Remarque sur les instabilités de Portevin – Le Chatelier

Lors des essais de traction réalisés à 550°C, des chutes de charges accompagnées de "claquements" sonores ont été observées sur les courbes de traction pour les microstructures D_{ATI}, F_{ATI}, G_{ATI} et I_{ATI} (Figure 5-18).

Nous nous intéresserons plus particulièrement à ce phénomène dans le Chapitre 7.

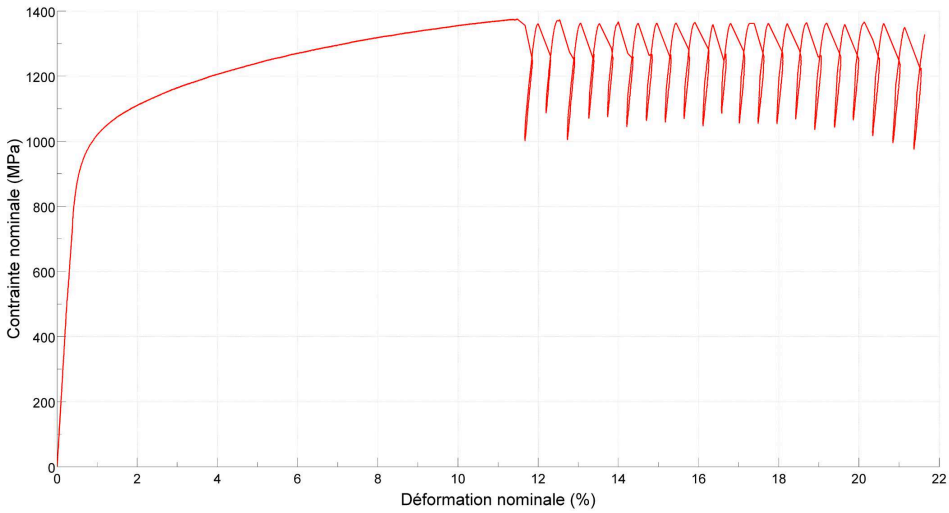


Figure 5-18 : courbe contrainte - déformation enregistrée lors de l'essai de traction à 550°C sur la microstructure D_{ATI}.

5.3 Conclusion

Les observations microstructurales et l'étude des propriétés mécaniques menées sur les microstructures traitées avec les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac (*"subsolvus"*, *"supersolvus"*, ou *"Direct Aging"*) ont permis d'identifier les paramètres de forgeage et de traitement thermique permettant d'obtenir les meilleures propriétés en traction et en fluage.

Ces paramètres permettent d'agir sur trois caractéristiques microstructurales identifiées qui contrôlent les propriétés mécaniques. Ces trois caractéristiques sont : la taille de grain, le taux d'écrouissage, et la précipitation de phase de type η.

Le paramètre de forgeage le plus influant sur les propriétés de l'alliage est la température de forgeage. En effet ce paramètre conditionne la recristallisation du matériau lors du forgeage, ce qui va déterminer la taille de grain. La température de forgeage agit également sur la précipitation de la phase intergranulaire en lattes qui, elle-même permettra ultérieurement de contrôler la taille de grain.

Le nombre de chaudes est également un paramètre important. Son influence est peu marquée sur les propriétés en traction mais en fluage, on note un gain sur le temps à la rupture lorsque le forgeage est réalisé en une chaude plutôt qu'en deux chaudes. Le nombre de chaudes modifie les propriétés en agissant sur le taux d'écrouissage de la microstructure.

L'influence de la vitesse de trempe en fin de forgeage a également été évaluée. Il est apparu que la trempe la plus rapide (trempe à l'eau) permet d'améliorer les propriétés en fluage, et également les propriétés en traction dans une moindre mesure.

Enfin l'incidence sur les propriétés du type de gamme de traitements thermiques utilisé (*"standard"* ou "*Direct Aging*") a été étudiée. Les essais ont montré que ce paramètre a une grande influence sur les propriétés de l'alliage. Ainsi l'application aux microstructures "brutes de forge" de la gamme *"Direct Aging"* améliore significativement les propriétés en traction et en fluage par rapport aux microstructures traitées avec une gamme *"standard"*, c'est-à-dire une gamme comportant un traitement de remise en solution. La gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* agit sur la microstructure en conservant une bonne partie de l'écrouissage provenant du forgeage et en limitant la précipitation de la phase en lattes.

En termes de résultats, les meilleures propriétés mécaniques en traction ont été obtenues pour les microstructures F_{ATI} et G_{ATI}, correspondant à un forgeage à 985°C en une ou deux chaudes suivies d'une trempe à l'eau, puis traitées avec la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*.

En fluage, les meilleures propriétés ont été obtenues pour la microstructure D_{ATI} du galet forgé à 1040°C en une chaude, puis trempé à l'air et traité avec la gamme de traitements thermiques *"supersolvus"*. En effet, cette gamme de traitement thermomécanique procure à cette microstructure la plus grande taille de grain, paramètre prépondérant pour les propriétés en fluage. Cependant la comparaison des propriétés en fluage des neuf microstructures étudiées, a aussi mis en évidence l'influence positive, sur ces propriétés, de l'utilisation de la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* et de la trempe à l'eau qui permettent d'obtenir une microstructure de dislocations plus dense.

Ces constations rejoignent celles faites par Cao et Kennedy en 2005 **[Cao-2005b]**, et par McDevitt et Bentley en 2009 **[McDevitt-2009]**.

Dans leur étude publiée en 2005, Cao et Kennedy ont étudié l'effet, sur les propriétés en traction et en fluage, de l'utilisation d'une gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*

(788°C x 2h + 650°C x 8h) plutôt que d'une gamme *"standard"* (954°C x 1h + 788°C x 2h + 650°C x 8h) sur l'alliage ATI 718Plus à l'état forgé. Dans leur étude, Cao et Kennedy ont mesuré cet effet en fonction de plusieurs paramètres de forgeage : température de forgeage, taux de déformation, temps de maintien avant déformation, et vitesse de trempe en fin de forgeage.

Ainsi Cao et Kennedy relèvent que la température de forgeage doit être comprise entre 954°C et 1038°C pour que la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"* soit bénéfique pour les propriétés en traction et en fluage, par rapport à la gamme *"standard"*. Le temps de maintien précédant le forgeage est également un paramètre critique. En effet lors d'un maintien long (3 heures), la précipitation de phase intergranulaire se développe fortement et les propriétés mécaniques se dégradent. Enfin, d'après Cao et Kennedy, la vitesse de trempe en fin de forgeage et le taux de déformation imposé n'ont pas une grande influence sur les propriétés en traction et en fluage.

Pour expliquer les différences de propriétés mécaniques en fonction du type de gamme de traitements thermiques utilisé, Cao et Kennedy avancent deux hypothèses. La première est la variation de densité de la microstructure de dislocations en fonction des paramètres de forgeage choisis. La seconde est liée à la fraction de phase intergranulaire précipitée. Selon que cette fraction volumique soit élevée ou basse, il y aura plus ou moins d'éléments γ'-gènes disponibles, et donc le nombre de précipités γ' et la fraction volumique de phase γ' en seront affectés, augmentant ou diminuant ainsi le durcissement structural de l'alliage.

McDevitt et Bentley se sont également intéressés à l'effet, sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus, de l'utilisation de la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*. Dans leur étude, les auteurs ont testé deux températures de forgeage (954°C et 1038°C) et deux vitesses de trempe en fin de forgeage (trempe air et trempe eau).

McDevitt et Bentley notent que les meilleures propriétés en traction sont obtenues avec la température de forgeage la plus basse (954°C), alors qu'en revanche les meilleures propriétés en fluage sont obtenues avec la température de forgeage la plus élevée (1038°C). McDevitt et Bentley confirment également que les microstructures traitées avec la gamme *"Direct Aging"* ont de meilleures propriétés que les microstructures traitées avec la gamme *"standard"*. Afin d'expliquer ces résultats, ils s'appuient sur les deux mêmes hypothèses émises précédemment par Cao et Kennedy :

- la variation de la densité de la microstructure de dislocations,
- la fraction de la phase intergranulaire précipitée.

Finalement sur les neuf gammes de traitements thermomécaniques testées, la gamme présentant le meilleur compromis entre les propriétés en traction et les propriétés en fluage, est la gamme F_{ATI}. Cette gamme est composée d'un forgeage à 985°C en une chaude suivi d'une trempe à l'eau, et d'une séquence de traitements thermiques *"Direct Aging"*, permettant d'obtenir une microstructure ayant une taille de grain de 11 ASTM (8 µm), dans laquelle l'écrouissage résultant du forgeage a été conservé, et présentant une faible fraction volumique de phase en lattes.

Remarque :

Pour terminer, on notera que l'interprétation des résultats des essais mécaniques présentés dans ce chapitre (ainsi d'ailleurs que dans le chapitre suivant) aurait pu être approfondie si nous avions pu disposer d'informations précises concernant les caractéristiques de la distribution des précipités γ' intragranulaires correspondant à chaque gamme de traitements thermomécaniques, puisque c'est cette population de précipités qui assure le durcissement structural de l'alliage. Les observations en MET nécessaires à l'obtention de ces informations n'ont malheureusement pu être réalisées dans les temps impartis. En plus de la détermination des caractéristiques de la distribution des précipités γ' intragranulaires dans les états qui ont été testés en traction et en fluage, l'examen en MET de la microstructure intragranulaire dans l'état brut de forgeage ainsi qu'après remise en solution aurait permis d'évaluer la pertinence des choix des températures de forgeage qui ont été faits pour cette étude ainsi que celle des températures de remise en solution des gammes de traitements thermiques *"subsolvus"* (appliquée aux galets A, B, C et E) et *"supersolvus"* (appliquée au galet D) préconisées par ATI Allvac.

En effet, si le forgeage de la gamme D est réalisé à une température (1040°C) nettement supérieure à la température de solvus de la phase γ', nous n'avons pas les éléments pour affirmer que les forgeages des gammes A, B, E, F, G, H et I à 985°C, et même C, à 940°C, sont réalisés sur des microstructures dans lesquelles une distribution de précipités γ' est encore présente.
Ainsi, la température de solvus de la phase γ' a été déterminée à environ 980-990°C dans l'alliage dénué de phase intergranulaire η. Dans l'alliage où cette phase η s'est développée, celle-ci consommant une part non négligeable du Niobium, du Titane et de l'Aluminium présent dans l'alliage, il est probable que la fraction volumique de la phase γ' soit plus basse et que cette phase soit donc moins riche en Niobium que dans l'alliage dénué de phase η. Ces deux modifications des caractéristiques de la phase γ' se traduisent alors par un abaissement de sa température de solvus qui sera d'autant plus important que la fraction volumique de phase η sera élevée.
On ne peut donc assurer que la température de solvus de γ' est suffisamment basse dans la microstructure en cours de forgeage pour que la distribution de γ' antérieure au forgeage soit entièrement dissoute lors des forgeages réalisés à 985°C ou 940°C.

En ce qui concerne les galets F, G, H et I sur lesquels a été appliquée la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging"*, le fait que la distribution de précipités γ' soit éventuellement partiellement héritée de l'état antérieur au forgeage aurait alors probablement un effet non négligeable sur la distribution de précipités γ' après revenu et sur les propriétés mécaniques, les paramètres de ces revenus n'ayant d'ailleurs pas été optimisés pour cet état brut de forge.

En ce qui concerne la gamme de traitements thermiques *"subsolvus"* appliquée sur les galets A, B, C, et E, la température de remise en solution de 968°C préconisée par ATI Allvac peut également paraître trop basse pour effectivement produire une dissolution totale des précipités γ', qu'ils soient antérieurs au refroidissement en fin de forgeage ou qu'il aient germé au cours de ce refroidissement. Là encore, on peut s'interroger sur la pertinence des paramètres des revenus qui ont été appliqués à un état dont la microstructure présenterait alors une distribution de précipités γ' très différente de ce que l'on attend après une remise en solution totale des précipités γ'.

Le planning de cette étude, en particulier les contraintes imposées par les délais d'acquisition de la barre forgée, puis du forgeage des galets, de l'usinage des éprouvettes de déformation et enfin de la réalisation des très nombreux essais mécaniques et observations microstructurales en MEB ne laissait pas le temps de réaliser les analyses en MET qu'il aurait été utile de réaliser préalablement aux choix, d'abord, des températures de forgeage, ensuite de la température de remise en solution, et même, enfin, des paramètres de revenu.

Chapitre 6
-
Définition et étude des gammes de traitements thermiques optimisées

Chapitre 6 - Définition et étude des gammes de traitements thermiques optimisées

Dans le chapitre précédent nous avons étudié les propriétés mécaniques résultant de diverses gammes de traitements thermomécaniques préconisées par ATI Allvac, et nous avons, à partir de ces résultats, identifié plusieurs paramètres pouvant être améliorés.

Ce chapitre expose dans un premier temps le travail réalisé pour sélectionner plusieurs gammes de forgeage et optimiser plusieurs paramètres des gammes de traitements thermiques, afin de créer trois nouvelles gammes de traitements thermomécaniques permettant d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage.

Dans un second temps les propriétés mécaniques résultant de ces nouvelles gammes ont été testées puis comparées à celles obtenues avec les gammes préconisées par ATI Allvac (testées dans le chapitre précédent).

Sommaire :

6.1 Définition des gammes de traitements thermiques optimisées 117
6.1.1 Axes de développement 117
6.1.2 Choix des gammes de forgeage 117
6.1.3 Choix des gammes de traitements thermiques 118
6.1.4 Gammes de traitements thermomécaniques 119
6.1.5 Optimisation du traitement de revenu 120
6.1.5.1 Revenu ATI Allvac 120
6.1.5.2 Revenu optimisé 121
6.1.6 Gammes de traitements thermomécaniques optimisées 124
6.2 Caractérisation 125
6.2.1 Caractérisation des microstructures 125
6.2.2 Étude des propriétés mécaniques relatives aux gammes de traitements thermiques optimisées 127
6.2.2.1 Gamme Direct Aging : comparaison de F_{OPTI} avec F_{ATI} 127
6.2.2.2 Gamme Remise en Solution : A_{OPTI} vs A_{ATI} 129
6.2.2.3 D_{OPTI} vs D_{ATI} 131
6.2.2.4 Microstructures optimisées : A_{OPTI} - D_{OPTI} - F_{OPTI} 132
6.3 Conclusion 135

6.1 Définition des gammes de traitements thermiques optimisées

Dans le chapitre précédent nous avons étudié les propriétés microstructurales et mécaniques de neuf microstructures, issues chacune d'une gamme de traitements thermomécaniques comprenant une gamme de traitements thermiques préconisée par ATI Allvac.

L'objectif de cette étude était d'identifier les paramètres, des gammes de forgeage et des gammes de traitements thermiques, sur lesquels il est possible d'agir pour améliorer les propriétés de l'alliage. Ainsi, en se basant sur les conclusions de cette étude, plusieurs gammes de traitements thermomécaniques ont été définies en modifiant certains paramètres dans le but d'obtenir des microstructures avec de meilleures propriétés mécaniques.

6.1.1 Axes de développement

Une des conclusions du chapitre précédant, est qu'une fraction volumique importante de phase η dégrade les propriétés mécaniques en fluage. De plus les précipités de phase de type η jouent certainement un rôle dans l'endommagement de l'alliage lors des essais de traction à 700°C. Nous avons donc décidé de développer de nouvelles gammes de traitements thermomécaniques permettant de limiter la précipitation de la phase de type η.

Dans cette optique, deux gammes de forgeage ont été sélectionnées parmi les neuf définies précédemment (voir Chapitre 4), et deux gammes de traitements thermiques ont été définies. La combinaison de ces deux gammes de forgeage et de ces deux gammes de traitements thermiques optimisées, a donné lieu au développement de trois gammes de traitements thermomécaniques optimisées.

6.1.2 Choix des gammes de forgeage

Les gammes de forgeages utilisées pour élaborer les gammes de traitements thermomécaniques optimisées ont été sélectionnées parmi les neuf gammes définies précédemment (Chapitre 4). En effet, nous n'avons pas eu la possibilité, essentiellement pour des raisons de temps, de réaliser de nouvelles gammes de forgeage avec de nouveaux paramètres.

Pour commencer, la gamme de forgeage C (forgeage à 940°C) a été éliminée car les microstructures résultant de cette gamme de forgeage présentent une fraction volumique de phase de type η importante. Les gammes de forgeage en deux chaudes ont également été éliminées sur la base des conclusions des essais mécaniques réalisés (Chapitre 5).

Finalement, **les deux gammes de forgeage qui ont été retenues sont la gamme D et la gamme F (**Tableau 6-1**)**. On rappelle que, la gamme de forgeage D consiste en un forgeage à 1040°C en une chaude suivi d'une trempe à l'air, et la gamme de forgeage F, un forgeage à 985°C en une chaude suivi d'une trempe à l'eau.

La gamme D a été choisie, car la microstructure brute de forge, c'est-à-dire en fin de forgeage, ne présente pas de précipitation de phase η. De plus les essais de traction et de fluage menés sur la microstructure traitée avec la gamme ATI *"supersolvus"*, ont démontré que cette microstructure avait d'assez bonnes propriétés en traction et de très bonnes propriétés en fluage.

La gamme F a, quant à elle, été sélectionnée car, sur les neuf microstructures traitées et testées en traction et en fluage, c'est la microstructure F_{ATI} qui présentait le meilleur compromis entre les propriétés en traction et en fluage. De plus, la microstructure en fin de forgeage présente très peu de phase intergranulaire, et on a vu qu'il était possible de limiter son développement en utilisant une gamme de traitements thermiques de type Direct Aging.

Gamme de forgeage	$T_{forgeage}$	Nombre de chaudes	Trempe
D	1040	1	air
F	985	1	eau

Tableau 6-1 : gammes de forgeage retenues pour l'élaboration des gammes de traitements thermomécaniques optimisées.

6.1.3 Choix des gammes de traitements thermiques

À la suite du forgeage, la gamme de traitements thermiques permettra de modifier la microstructure dont dépendent les propriétés mécaniques de l'alliage. En particulier les différentes étapes de traitements thermiques (remise en solution et revenu) ont une grande influence sur la précipitation de la phase intergranulaire de type η-Ni_3Ti. Les températures de ces traitements devront donc être bien choisies pour permettre d'obtenir des microstructures avec une faible fraction volumique de phase de type η.

Deux gammes de traitements thermiques ont été développées en tenant compte de cette contrainte : une gamme "*Remise en Solution Optimisée*" et une gamme "*Direct Aging Optimisée*" (Tableau 6-2). La gamme "*Remise en Solution Optimisée*" est composée d'un traitement de remise en solution suivi d'un traitement de revenu, tandis que la gamme "*Direct Aging Optimisée*" ne comporte que le traitement de revenu.

Ce traitement de revenu a été optimisé grâce à une étude menée sur différentes microstructures de façon à définir la température de revenu permettant d'obtenir la "meilleure" distribution de précipités de phase γ'. Cette étude est détaillée au paragraphe 6.1.5 du chapitre.

Pour la gamme "*Remise en Solution Optimisée*", le traitement de remise en solution doit être réalisé à une température permettant de dissoudre les précipités de phase γ' formés lors de la trempe en fin de forgeage, et empêchant la précipitation de la phase intergranulaire η. L'étude microstructurale, détaillée dans le Chapitre 3, a montré que, dans l'alliage ATI 718Plus à l'état forgé, la température de solvus de la phase γ' est comprise entre 980°C et 990°C, tandis que celle de la phase intergranulaire η est située autour de 980°C. Ainsi, vu les températures de solvus des deux phases (γ' et η), la dissolution des précipités de phase γ' se fera toujours à une température proche de la température de remise en solution de η. Finalement **la température du traitement de remise en solution, de la gamme "*Remise en Solution Optimisée*", a été fixée à 1000°C pour une durée d'une heure.**

La vitesse de trempe à la fin du traitement de remise en solution a également été fixée. De façon à obtenir le plus grand nombre de germes de phase γ' possible, nous avons choisi de réaliser une trempe rapide : trempe à l'eau. En effet, plus la vitesse de trempe est rapide, plus le nombre de germes sera important. Or, dans un alliage comme l'ATI 718Plus où la fraction

volumique de phase γ' est relativement faible (environ 20%), plus le nombre de précipités de phase γ' est grand, meilleures sont ses propriétés mécaniques. À la suite du traitement de remise en solution et de la trempe à l'eau, un traitement de revenu est appliqué afin de faire croître les germes obtenus lors de la trempe, et ainsi d'obtenir la précipitation de phase γ' souhaitée.

Gamme de traitements thermiques	**Remise en solution**	**Revenu**
"Remise en Solution Optimisée"	1000°C x 1h, trempe eau	à définir
"Direct Aging Optimisée"	-	à définir

Tableau 6-2 : gammes de traitements thermiques optimisées.

6.1.4 Gammes de traitements thermomécaniques

Finalement à partir des deux gammes de forgeage sélectionnées (gammes D et F) et des deux gammes de traitements thermiques optimisées (gamme *"Remise en Solution Optimisée"* et gamme *"Direct Aging Optimisée"*), trois gammes de traitements thermomécaniques ont été définies (Tableau 6-3).

La gamme de forgeage D a été associée à la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging Optimisée"*, pour obtenir une microstructure avec une fraction volumique de phase intergranulaire plus faible que dans la microstructure D_{ATI}. De plus cette gamme de traitements thermiques permet de limiter la restauration de la microstructure de dislocations issue du forgeage, et donc de conserver une partie de l'écrouissage.

La seconde gamme de traitements thermomécaniques associe la gamme de forgeage F avec la gamme *"Direct Aging Optimisée"*. L'objectif est ici d'améliorer les propriétés de la microstructure F_{ATI}, qui présentait le meilleur compromis entre propriétés en traction et propriétés en fluage, en optimisant la gamme de traitements thermiques Direct Aging préconisée par ATI Allvac.

Enfin, la dernière gamme de traitements thermiques associe, la gamme de forgeage F, à la gamme de traitements thermiques *"Remise en Solution Optimisée"*. Cependant la quantité de matériau forgé selon la gamme F ne permettait pas de réaliser les essais pour les deux gammes de traitements thermomécaniques optimisées, la gamme de traitements thermomécaniques avec la gamme de traitements thermiques *"Remise en Solution Optimisée"* a donc été réalisée à partir de la moitié restante du galet A. En effet la gamme de forgeage A est identique à la gamme F, hormis la vitesse de refroidissement à la fin du forgeage. Toutefois cette vitesse de refroidissement n'a pas d'incidence dans le cas d'une gamme de traitements thermiques avec remise en solution, car les précipités de phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, qui auraient précipité lors de la trempe sont dissous lors de la remise en solution et la microstructure de dislocations restaurée.

Gamme de forgeage	$T°_{forgeage}$	Nb de chaudes	Trempe	Gammes de traitements thermiques optimisée
A (≈F)	**985°C**	**1**	**air**	Remise en Solution
D	**1040°C**	**1**	**air**	Direct Aging
F	**985°C**	**1**	**eau**	Direct Aging

Tableau 6-3 : gammes de forgeage retenues et type de gammes de traitements thermiques qui y sont associés.

6.1.5 Optimisation du traitement de revenu

6.1.5.1 Revenu ATI Allvac

Le traitement thermique de revenu préconisé par ATI Allvac est un traitement en deux paliers successifs :

- un premier palier à 788°C pendant huit heures,
- un second palier à 704°C pendant huit heures.

La transition entre ces deux paliers est assurée par un refroidissement contrôlé à 56°C/h.

Ce revenu en deux paliers recommandé par ATI Allvac est directement inspiré du revenu appliqué à l'alliage Inconel 718, traduisant une volonté de ATI Allvac de présenter l'alliage ATI 718Plus comme un alliage qu'il est possible de mettre en oeuvre comme l'Inconel 718 (Tableau 6-4).

Inconel 718	ATI 718Plus
• 720°C x 8h, refroidissement à 50°C/h jusqu'à 620°C ; • 620°C x 8h, refroidissement à l'air.	• 788°C x 8h, refroidissement à 56°C/h jusqu'à 704°C ; • 704°C x 8h, refroidissement à l'air.

Tableau 6-4 : traitements de revenu standard pour l'Inconel 718 et pour le superalliage ATI 718Plus.

L'Inconel 718 est un alliage dont le durcissement structural est essentiellement assuré par la précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb ce qui justifie l'utilisation d'un revenu en deux paliers, avec le premier à plus haute température que le second. En effet, la phase γ''-Ni_3Nb ne précipite pas pendant la trempe à la fin du forgeage, mais précipite lors du premier palier du revenu. Le second palier est ensuite appliqué, pour détensionner la microstructure, c'est-à-dire pour éliminer, au moins partiellement, les contraintes résiduelles dues à la précipitation de la phase γ'' lors du premier palier.

Dans les alliages dont le durcissement structural est assuré par la précipitation de la phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, la précipitation de cette phase a lieu lors du refroidissement précédant le revenu (trempe en fin de forgeage, ou trempe en fin de traitement de remise en solution). Dans ces alliages, le revenu est le plus souvent réalisé en deux paliers avec le second à une température plus élevée que le premier. Durant le premier palier, les γ' tertiaires grossissent, tandis que les γ' secondaires sont peu affectés. Le second palier achève, au moins

partiellement, la migration des éléments "γ'-gènes" vers les précipités γ' (tertiaires et secondaires).

Dans l'alliage ATI 718Plus, la précipitation de la phase γ' ne comporte qu'une seule population de précipités γ'. Ainsi lors du revenu préconisé par ATI Allvac, le premier palier permet de faire croître les précipités de phase γ', et d'homogénéiser la distribution de ces précipités, mais le second palier à une température inférieure à celle du premier palier n'a pas d'utilité avérée.

6.1.5.2 Revenu optimisé

Pour le traitement de revenu optimisé, nous avons donc choisi de mettre au point un revenu avec un seul palier. L'optimisation de ce revenu a été menée sur la température de celui-ci, tandis que le temps de maintien a été fixé à huit heures.

La détermination de la température optimale de revenu a été réalisée sur les galets correspondants aux gammes de forgeage sélectionnées pour constituer les gammes de traitements thermomécaniques optimisées, c'est-à-dire les gammes de forgeage D et F.

Lors du revenu, les précipités de phase γ' qui ont précipité lors de la trempe de fin de forgeage ou de fin de remise en solution, vont croître et leur distribution s'homogénéiser. Cette étape est donc cruciale pour obtenir une taille et une distribution des précipités optimales, qui procureront à l'alliage la limite d'élasticité la plus élevée. À température ambiante, le maximum de la limite d'élasticité se traduit par un maximum de dureté, qu'il est facile de mesurer par des essais de dureté.

Pour s'affranchir de l'effet des précipités de phase η-Ni_3Ti et de l'effet de l'écrouissage résiduel, et se concentrer sur l'optimisation de la précipitation de la phase γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$, chaque échantillon brut de forge a subi un traitement de remise en solution à 1000°C pendant une heure. À la suite de cette remise en solution, un revenu de huit heures est appliqué aux échantillons. Quatre températures de revenu ont été testées : 650°C, 700°C, 750°C et 800°C.

Chaque microstructure ainsi traitée, a été caractérisée grâce à des observations microstructurales réalisées en MEB (Figure 6-1), et des essais de microdureté Vickers réalisés avec une charge de 100g de façon à obtenir des empreintes intragranulaires afin d'éviter les effets de taille de grain.

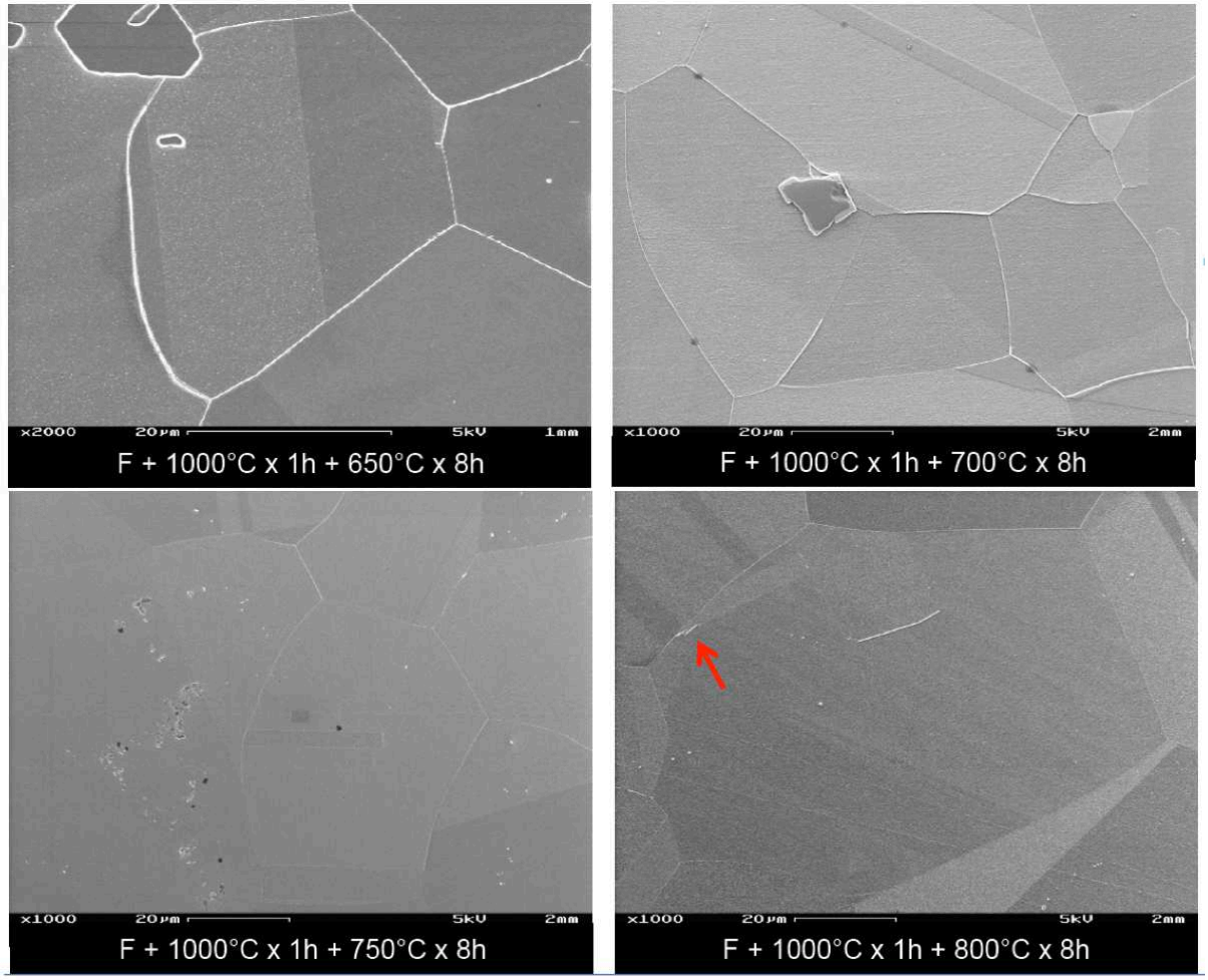


Figure 6-1 : micrographies MEB des microstructures issues de la gamme de forgeage F ayant subi une remise en solution à 1000°C puis un revenu à différentes températures. (La flèche rouge indique la présence de quelques précipités de phase aiguillée après un revenu à 800°C.)

Pour chaque microstructure réalisée, on observe une taille de grain élevée, de l'ordre de 5 ASTM pour les microstructures issues de la gamme de forgeage D, et de l'ordre de 6 ASTM pour les microstructures issues de la gamme de forgeage F. Cette taille de grain importante est due à l'étape de remise en solution à 1000°C pendant une heure, lors de laquelle les précipités de phase intergranulaire qui sont dissous, ne font plus obstacle à la croissance des grains.

De plus les micrographies, présentées Figure 6-1, montrent qu'après une remise en solution et un revenu de huit heures à 650°C, 700°C ou 750°C, aucune précipitation de phase η-Ni_3Ti n'est visible, quelle que soit la microstructure de départ, D ou F. En revanche à la suite d'une remise en solution et d'un revenu de huit heures à 800°C, quelques précipités de phase η-Ni_3Ti apparaissent.

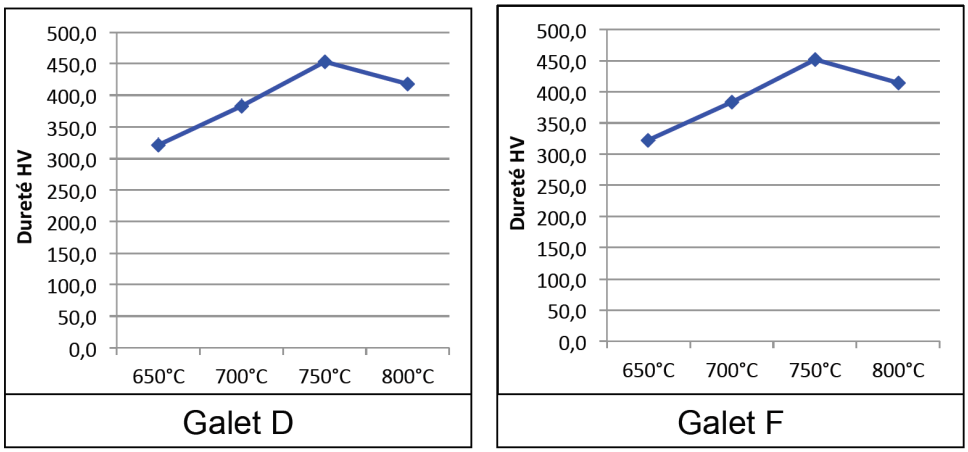


Figure 6-2 : profils des mesures de dureté en fonction de la température de revenu appliquée.

Les tests de microdureté Vickers (Figure 6-2) réalisés sur chaque microstructure, ont permis de mettre en évidence que le maximum de dureté est atteint pour la température de revenu de 750°C, pour les microstructures issues de la gamme de forgeage D comme pour celles issues de la gamme de forgeage F.

Cette détermination de la température optimum de revenu a été réalisée avant qu'il ne soit décidé d'optimiser une gamme de type Direct Aging en plus d'une gamme avec remise en solution. Faute de temps, la détermination de la température de revenu produisant la limite d'élasticité la plus élevée dans une microstructure n'ayant pas subi une remise en solution totale (gamme *"Direct Aging Optimisée"*) n'a pu être réalisée.

En conséquence c'est le même traitement de revenu à 750°C pendant 8 heures qui complète les gammes de traitements thermomécaniques (forgeage et traitements thermiques) optimisées, que celles-ci comprennent un traitement de remise en solution (gamme *"Remise en Solution Optimisée"*) ou se contentent d'un traitement de revenu (gamme *"Direct Aging Optimisée").*

<u>Remarques :</u>

L'étude des revenus que nous avons menée présente quelques limites.

La première vient du fait que les microstructures à l'état brut de forge D et F, ont été traitées avec un traitement de remise en solution. Ce traitement à pour effet de remettre en solution les phases précipitées et de restaurer la microstructure de dislocations, ce qui fait que finalement les deux microstructures initiales, sont identiques après le traitement de remise en solution. On obtient donc naturellement des résultats identiques sur les deux microstructures.

La seconde limite est le nombre de paramètres étudiés. En effet, notre étude tient uniquement compte de la température de revenu pour un temps de maintien fixé à huit heures. Il aurait également été intéressant de faire varier ce temps de maintien pour observer son influence sur la précipitation de la phase γ', mais aussi de la phase η. Cependant le temps imparti à l'étude ne nous a pas permis de travailler sur l'optimisation de ce paramètre temps pour le traitement de revenu.

6.1.6 Gammes de traitements thermomécaniques optimisées

La définition finale des trois gammes de traitements thermomécaniques optimisées est présentée dans le Tableau 6-5.

Gamme de forgeage	$T°_{forgeage}$	Nb de chaudes	Trempe	Traitements thermiques	
				Remise en solution	Revenu
A (≈F)	**985°C**	**1**	**air**	1000°C x 1h, trempe eau	750°C x 8h, trempe air
D	**1040°C**	**1**	**air**	-	750°C x 8h, trempe air
F	**985°C**	**1**	**eau**	-	750°C x 8h, trempe air

Tableau 6-5 : gammes de traitements thermomécaniques optimisées finales.

6.2 Caractérisation

6.2.1 Caractérisation des microstructures

Les microstructures résultant des gammes de traitements thermomécaniques optimisées, c'est-à-dire les microstructure A_{OPTI}, D_{OPTI} et F_{OPTI} sont présentées dans la Figure 6-3.

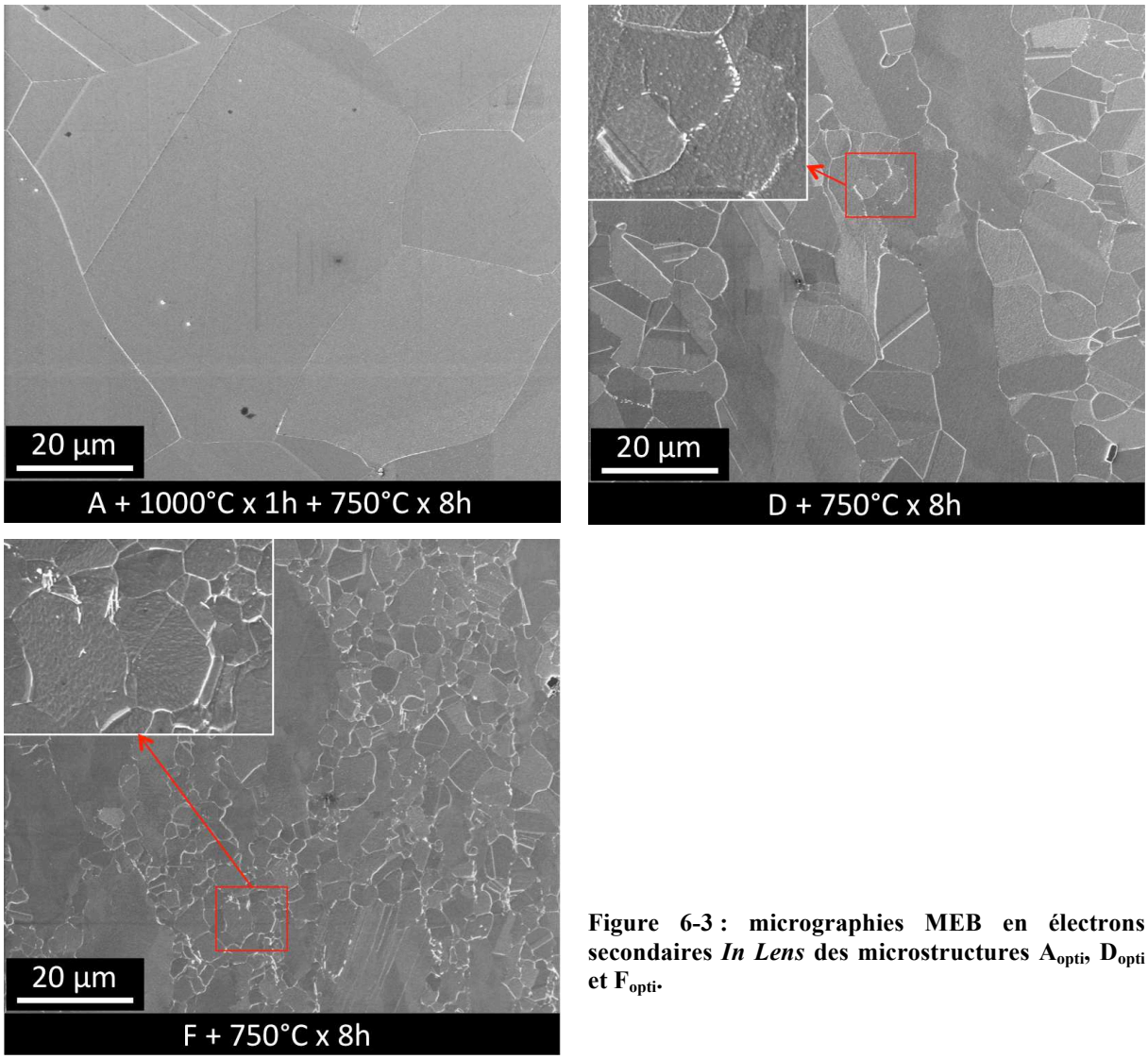


Figure 6-3 : micrographies MEB en électrons secondaires *In Lens* des microstructures A_{opti}, D_{opti} et F_{opti}.

Les observations réalisées en MEB révèlent que la microstructure D_{opti} présente de fins précipités de phase η distribués le long des joints de grains.

Cependant dans l'étude des revenus la microstructure D qui a subi une remise en solution (1000°C x 1h) puis un revenu à 750°C pendant huit heures, ne présente aucune précipitation de phase η. L'absence de précipité de phase η résulte donc de la restauration de la microstructure de dislocations qui a lieu lors du traitement de remise en solution. Ainsi dans la microstructure restaurée, aucune précipitation n'est observée, tandis que dans la microstructure D_{OPTI}, qui n'a pas subi de traitement de remise en solution, et dont la microstructure de dislocations n'est donc pas restaurée, des précipités de phase de type η se sont développés. Cette observation confirme l'hypothèse, développée dans le Chapitre 3,

selon laquelle les défauts d'empilement présents dans la matrice sont des sites privilégiés pour la précipitation de la phase de type η.

Cette même constatation est faite pour la microstructure F_{OPTI} et la microstructure F qui a subi un traitement de remise en solution puis un revenu à 750°C pendant huit heures (voir étude des revenus). On observe également que la fraction volumique de phase de type η est légèrement plus importante dans la microstructure F_{OPTI} que dans la microstructure D_{OPTI} car l'écrouissage induit par la gamme de forgeage F est plus important qu'avec la gamme de forgeage D du fait de la température de forgeage, 985°C pour la gamme F contre 1040°C pour la gamme D.

La comparaison des microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}, dont la seule différence dans l'élaboration est le traitement de revenu, montre que la microstructure F_{ATI} présente une fraction volumique de phase intergranulaire un peu plus élevée, avec des précipités de taille plus importante, que dans la microstructure F_{OPTI}.

Les observations réalisées sur la microstructure A_{OPTI} ont montré l'absence de précipités de phase de type η, et une forte croissance de la taille de grain par rapport à la microstructure à l'état brut de forge : 6 ASTM (45µm) dans la microstructure A_{OPTI} contre11,5 ASTM (7 µm) dans la microstructure brute de forge. Cette forte croissance est la conséquence du traitement de remise en solution à 1000°C pendant une heure. À cette température les précipités intergranulaires sont dissous, et ne peuvent donc plus limiter la croissance de la taille de grain par ancrage des joints de grains. De plus, le traitement de remise en solution entraîne la restauration de la microstructure de dislocations, ce qui a pour effet de ralentir la précipitation de la phase intergranulaire de type η (Chapitre 3), expliquant l'absence de précipités de phase intergranulaire dans la microstructure A_{OPTI}.

6.2.2 Étude des propriétés mécaniques relatives aux gammes de traitements thermiques optimisées

Les résultats des essais de traction et de fluage menés sur les microstructures A_{OPTI}, D_{OPTI} et F_{OPTI} sont reportés dans le Tableau 6-6.

	Traction	20°C	550°C	700°C	Fluage	700°C 500MPa
A_{opti} (RS)	*$Re_{0,2}$ (MPa)*	891	791	793	*t_r (h)*	1115
	R_m (MPa)	1364	1140	956	*A (%)*	32,2
	A (%)	29,4	23,8	5,4	*V_2 ($10^{-9}.s^{-1}$)*	1,2
D_{opti} (DA)	*$Re_{0,2}$ (MPa)*	1100	991	987	*t_r (h)*	1278
	R_m (MPa)	1479	1327	1155	*A (%)*	23,7
	A (%)	23,2	21	4,9	*V_2 ($10^{-9}.s^{-1}$)*	1,9
F_{opti} (DA)	*$Re_{0,2}$ (MPa)*	1282	1108	1092	*t_r (h)*	351
	R_m (MPa)	1583	1464	1254	*A (%)*	40,8
	A (%)	19,5	14,4	5,5	*V_2 ($10^{-9}.s^{-1}$)*	11,3

RS = gamme de traitements thermiques avec une étape de remise en solution.
DA = gamme de traitements thermiques sans étape de remise en solution.
Tableau 6-6 : propriétés mécaniques en traction (limite d'élasticité, contrainte maximale, et allongement à la rupture) et en fluage (temps à la rupture, allongement à la rupture, et vitesse de fluage secondaire) des microstructures correspondant aux gammes de traitements thermomécaniques optimisées.

Dans un premier temps, ces résultats seront comparés avec les résultats obtenus sur les mêmes galets mais traités avec les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac. Cette comparaison permettra de déterminer si les choix réalisés pour les gammes de traitements thermomécaniques optimisées ont permis d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage forgé selon la gamme D ou F (A).

Dans un second temps, les résultats des essais mécaniques menés sur les microstructures optimisées seront comparés entre eux, afin d'identifier quels jeux de paramètres donnent les meilleures propriétés en traction et en fluage.

6.2.2.1 Gamme Direct Aging : comparaison de F_{OPTI} avec F_{ATI}

La comparaison des essais de traction et de fluage réalisés sur les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI} permet d'évaluer l'effet, sur les propriétés mécaniques, de l'utilisation de la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging Optimisée"*, plutôt que de la gamme *"Direct Aging"* préconisée par ATI Allvac. La différence tient dans le fait que le revenu appliqué à F_{ATI} est 788°C x 8h + 704°C x 8h, alors que celui appliqué à F_{OPTI} est 750°C x 8h.

En traction (Figure 6-4), on constate que la limite d'élasticité est équivalente pour les deux microstructures à température ambiante et à 550°C. Cependant à 700°C, la gamme *"Direct Aging Optimisée"* procure à la microstructure un gain d'environ 70 MPa par rapport à la microstructure traitée avec la gamme *"Direct Aging"* recommandée par ATI Allvac.

De plus, on observe que la contrainte maximale est également équivalente pour les deux microstructures à température ambiante, mais à 700°C la microstructure F_{OPTI} présente une

contrainte maximale supérieure d'environ 100 MPa à celle de la microstructure F_{ATI}. À 550°C, la mesure de la contrainte maximale pour la microstructure F_{OPTI} est perturbée par l'apparition de brutales chutes de charge, induisant une différence de contrainte maximale entre les deux microstructures à cette température.

On constate également qu'à température ambiante et à 550°C l'allongement à la rupture est du même ordre de grandeur pour les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}. En revanche à 700°C, l'allongement à la rupture est plus faible pour la microstructure F_{OPTI} (environ 5%) que pour la microstructure F_{ATI} (environ 9%).

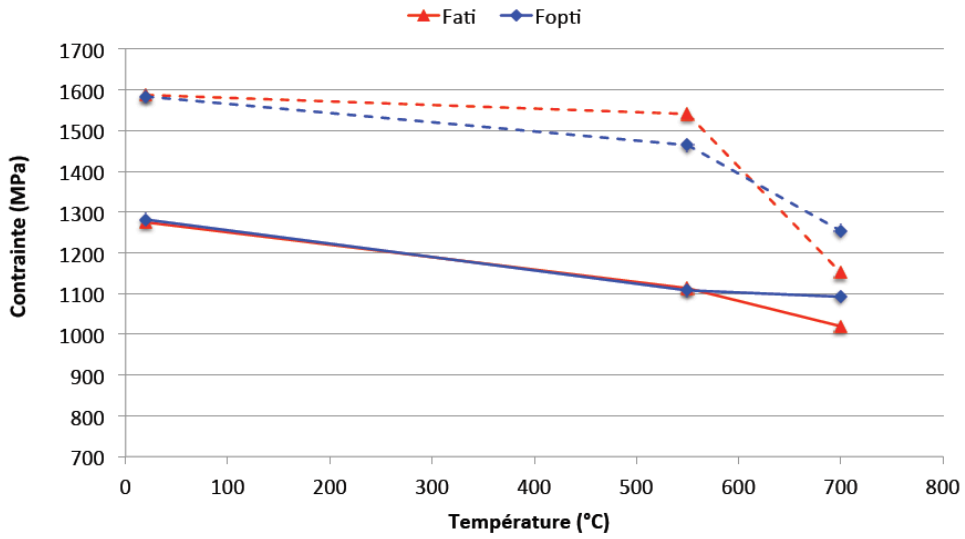


Figure 6-4: évolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale en fonction de la température pour les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}.

Les propriétés en fluage des microstructures F_{ATI} et F_{OPTI} ont également été comparées. Il en ressort que la microstructure F_{ATI} présente un temps à la rupture plus long que la microstructure F_{OPTI} (Figure 6-5).

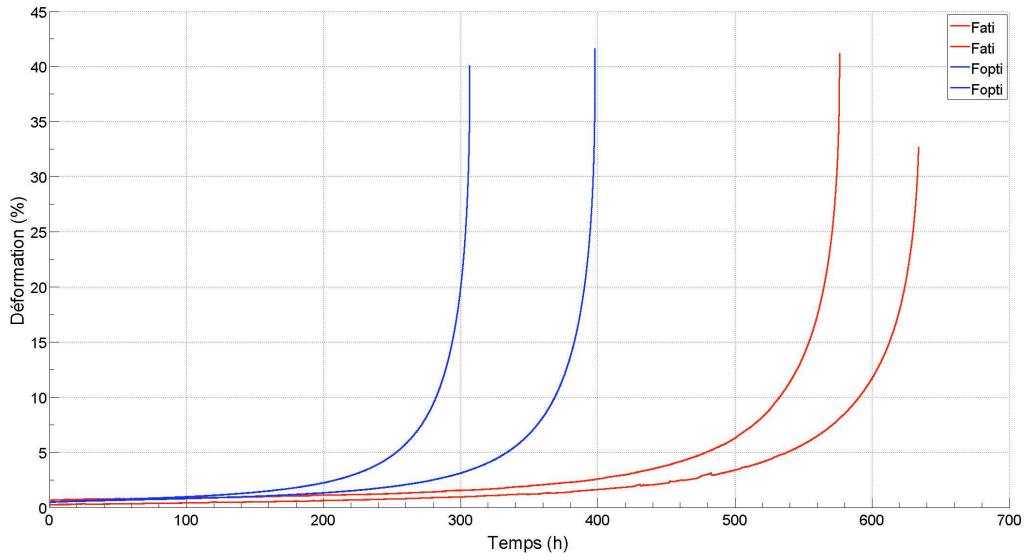


Figure 6-5 : courbes de fluage (700°C/500MPa) enregistrées pour les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}.

Les deux microstructures F_{ATI} et F_{OPTI} ont des tailles de grain identiques et leurs microstructures de dislocations sont également très similaires. Ces caractéristiques ne permettent donc pas d'expliquer la différence entre les deux microstructures vis à vis de leur résistance au fluage.

Cependant, les observations en MEB (Figure 6-6) ont montré que les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}, présentent une précipitation de phase de type η, avec une fraction volumique qui est plus importante dans la microstructure F_{ATI} que dans la microstructure F_{OPTI}. Pour ces deux microstructures, cette précipitation de phase de type η se caractérise par la distribution de fins précipités au niveau des joints de grains, plus ou moins rapprochés en fonction de la fraction volumique de phase de type η précipitée.

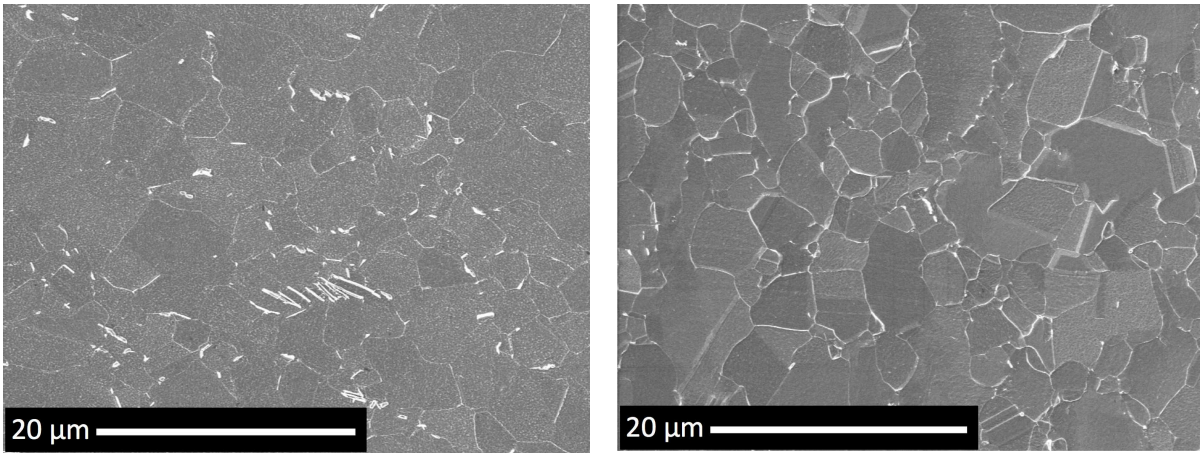


Figure 6-6 : micrographies MEB des microstructures F_{ATI} (à droite) et F_{OPTI} (à gauche).

Cette différence de précipitation au niveau des joints de grains joue certainement un rôle lors de la sollicitation en fluage des deux microstructures. En effet, il semble que le mécanisme de fluage prédominant est le mécanisme de glissement aux joints de grains. Ce mécanisme implique le glissement de dislocations à proximité des joints de grains. Les précipités de phase η distribués sur ces joints de grains agissent alors comme des obstacles au passage des dislocations, renforçant ainsi la tenue en fluage de la microstructure.

Ce phénomène est certainement plus marqué dans la microstructure F_{ATI}, qui a une fraction volumique de phase η plus élevée, que dans la microstructure F_{OPTI}, ce qui explique la résistance en fluage diminuée de moitié de la microstructure F_{OPTI}. Ce résultat suggère qu'il existe une fraction volumique optimum de phase intergranulaire, au dessous de laquelle le fluage aux joints de grains (en particulier dans les microstructures à petits grains) devient plus facile, et au dessus de laquelle les lattes de phase η facilitent l'endommagement.

6.2.2.2 Gamme Remise en Solution : A_{OPTI} vs A_{ATI}

La comparaison des propriétés mécaniques des microstructures A_{OPTI} et A_{ATI} permet de comparer l'influence sur les propriétés mécaniques, de la gamme de traitements thermiques avec remise en solution *"subsolvus"* (c'est-à-dire la gamme de traitements thermiques a appliquer à l'alliage forgé subsolvus de δ) préconisée par ATI Allvac, et de la gamme *"Remise en Solution Optimisée"*.

L'utilisation de la gamme *"Remise en Solution Optimisée"*, plutôt que la gamme avec remise en solution *"subsolvus"* préconisée par ATI Allvac, entraîne une perte très importante au niveau de la limite d'élasticité et la contrainte maximale (Figure 6-7).

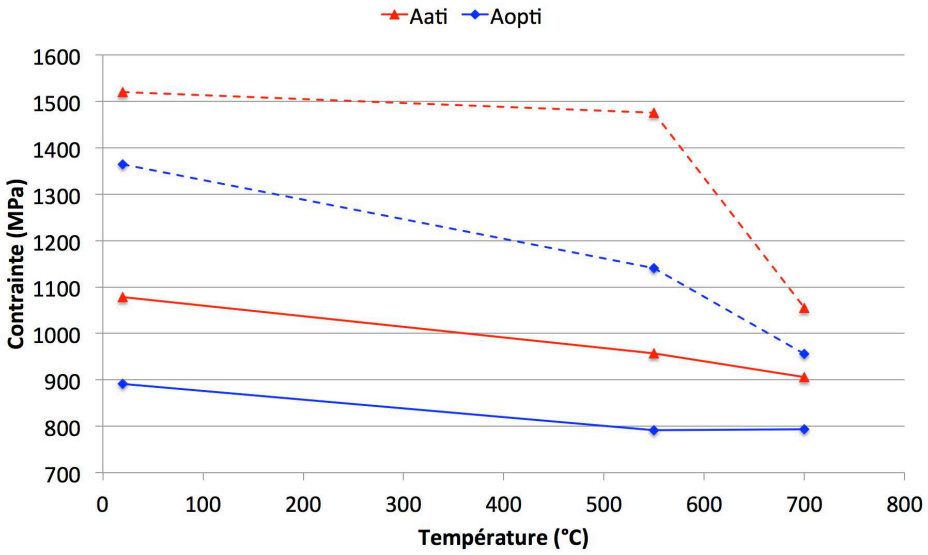


Figure 6-7 : évolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale en fonction de la température pour les microstructures A_{ATI} et A_{OPTI}.

Les essais de fluage ont, en revanche, démontré l'effet bénéfique de la gamme *"Remise en Solution Optimisée"*, puisque la microstructure A_{OPTI} conduit à un temps à la rupture nettement plus long que la microstructure A_{ATI} (Figure 6-8).

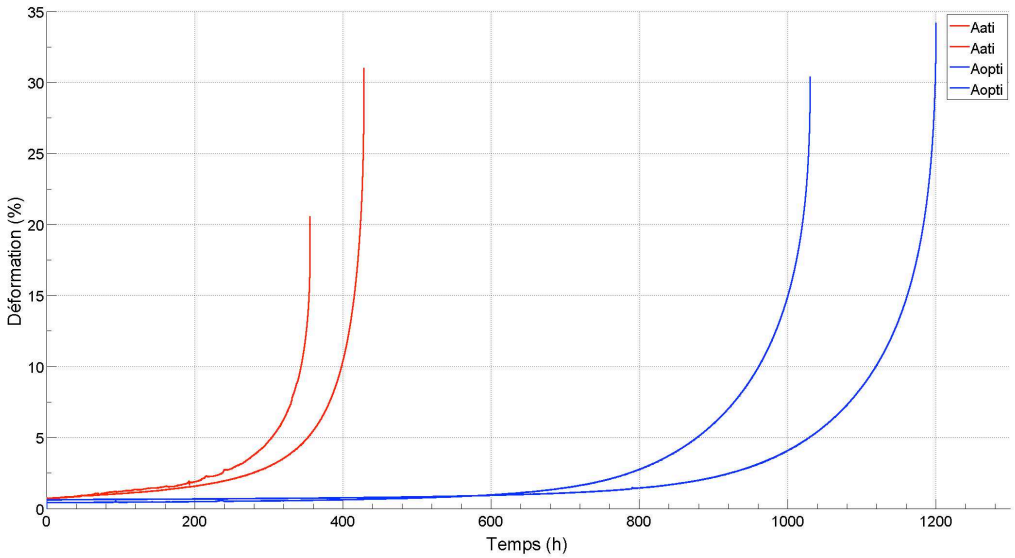


Figure 6-8 : courbes de fluage (700°C/500MPa) enregistrées pour les microstructures A_{ATI} et A_{OPTI}.

Les propriétés très différentes des deux microstructures A_{ATI}, et A_{OPTI}, s'expliquent en grande partie par l'importante différence de taille de grain entre ces deux microstructures. En effet, la taille de grain de la microstructure A_{ATI} est de 11 ASTM (8 µm), tandis que la taille de grain pour la microstructure A_{OPTI} est de 6 ASTM (45 µm). La grande taille de grain de la microstructure A_{OPTI}, dégrade ses propriétés en traction, mais favorise ses propriétés en fluage car, à cette température et sous cette contrainte, le mécanisme de fluage prépondérant est le glissement intergranulaire.

6.2.2.3 DOPTI VS DATI

Les résultats des essais mécaniques menés sur les microstructures D_{OPTI} et D_{ATI} sont comparés afin de vérifier si l'utilisation de la gamme de traitements thermiques optimisée a permis d'améliorer les propriétés mécaniques, par rapport à la microstructure traitée avec la gamme préconisée par ATI Allvac.

La microstructure D_{OPTI} présente une limite d'élasticité supérieure d'environ 50 MPa, à celle mesurée pour la microstructure D_{ATI}, pour les trois températures d'essai testées (Figure 6-9).

En ce qui concerne la contrainte maximale, les deux microstructures sont assez proches, mais on note tout de même, qu'à 700°C la microstructure D_{OPTI} présente une contrainte maximale plus élevée que la microstructure D_{ATI}.

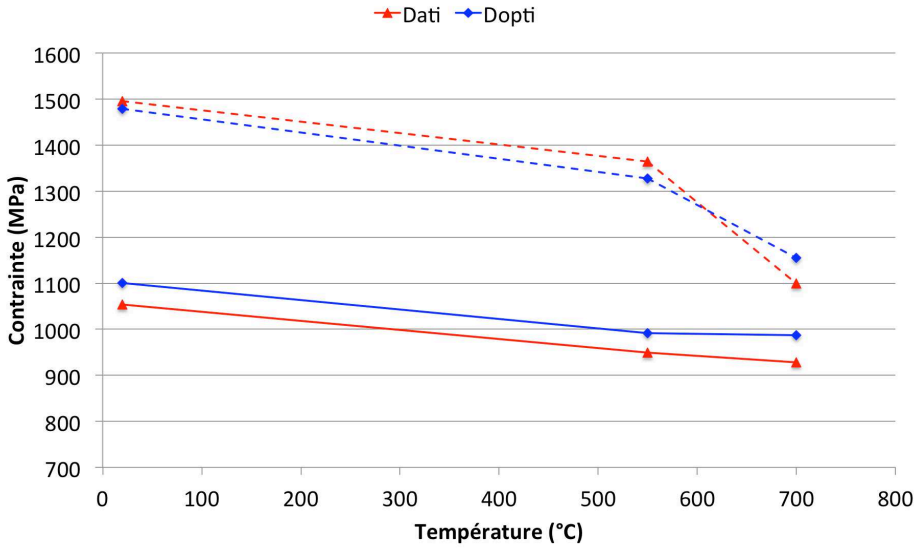


Figure 6-9 : évolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale en fonction de la température pour les microstructures D_{ATI} et D_{OPTI}.

En fluage une augmentation significative du temps à la rupture est observée pour la microstructure D_{OPTI} par rapport à la microstructure D_{ATI}, malgré la dispersion des résultats (Figure 6-10).

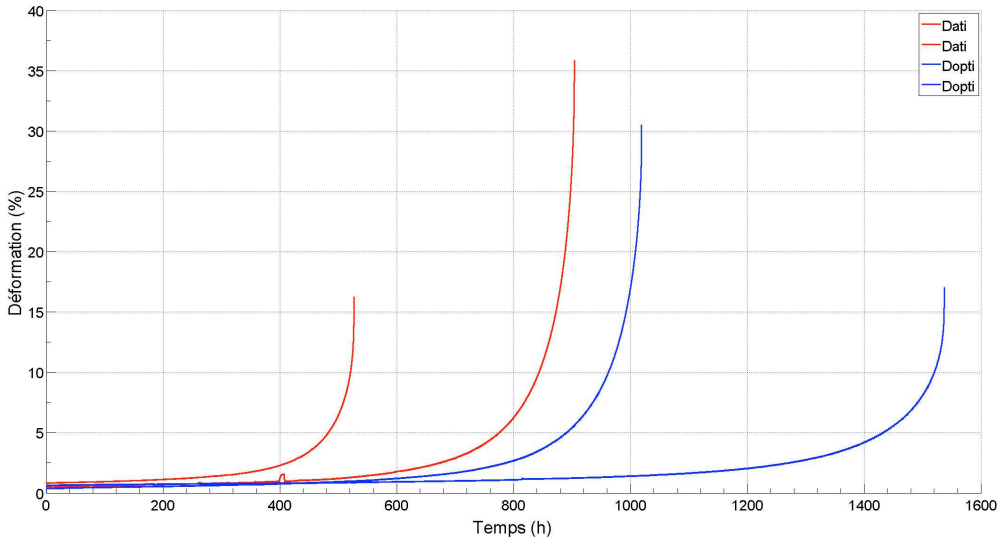


Figure 6-10 : courbes de fluage (700°C/500MPa) enregistrées pour les microstructures F_{ATI} et F_{OPTI}.

La taille de grain étant similaire entre les deux microstructures, ce paramètre ne peut pas expliquer la différence entre leurs propriétés mécaniques, en particulier en fluage.

En revanche le taux d'écrouissage des deux microstructures est différent. En effet, la microstructure D_{OPTI} est plus écrouie que la microstructure D_{ATI}, car la gamme de traitements thermiques optimisée ne comprend pas de traitement de remise en solution permettant de restaurer la microstructure de dislocations, tandis que la gamme *"supersolvus"* préconisée par ATI Allvac comprend ce type de traitement thermique.

Les observations microstructurales ont également montré que la microstructure D_{OPTI} présente une fraction volumique plus faible de précipités de phase de type η. De plus, ces précipités intergranulaires sont plus petits et moins aiguillés dans la microstructure D_{OPTI} que dans la microstructure D_{ATI}.

Comme nous l'avons expliqué précédemment, ces précipités distribués sur les joints de grains agissent comme des points d'ancrage, qui ralentissent le glissement intergranulaire lors de la sollicitation en fluage. Ainsi la microstructure D_{OPTI}, qui présente des précipités de phase de type η plus fins et mieux distribués le long des joints de grains que la microstructure D_{ATI}, a un temps à la rupture en fluage plus long.

6.2.2.4 Microstructures optimisées : A_{OPTI} - D_{OPTI} - F_{OPTI}

Les propriétés des microstructures optimisées ont précédemment été comparées à celles des microstructures obtenues avec les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac. Nous allons à présent comparer les résultats obtenus sur les trois microstructures issues des gammes de traitements thermomécaniques optimisées.

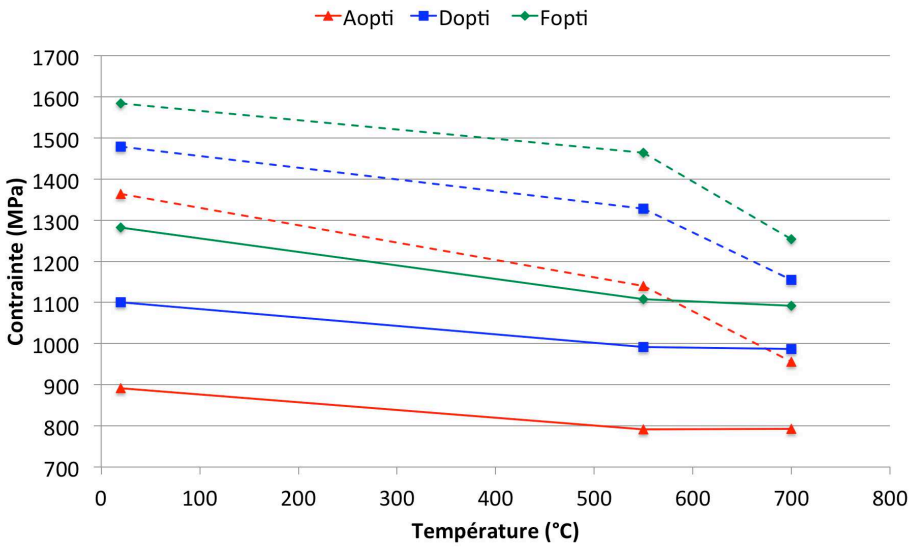


Figure 6-11 : évolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale en fonction de la température pour les microstructures A_{OPTI}, D_{OPTI}, et F_{OPTI}.

En traction, la microstructure présentant la limite d'élasticité et la contrainte maximale la plus élevée est la microstructure F_{OPTI}, tandis la microstructure A_{OPTI} présente la limite d'élasticité et la contrainte maximale les plus faibles (Figure 6-11). La microstructure D_{OPTI} présente des propriétés en traction intermédiaires entre les deux autres microstructures.

En terme d'allongement à la rupture, la microstructure A_{OPTI} présente la déformation la plus grande, et la microstructure F_{OPTI} présente la déformation la plus faible, pour les essais réalisés à température ambiante et à 550°C. Pour les essais réalisées à 700°C, l'allongement à la rupture se situe à environ 5% pour les trois microstructures optimisées.

Les différences observées entre les propriétés en traction des différentes microstructures sont essentiellement la conséquence de la différence de taille de grain qui existe entre ces différentes microstructures.

Les essais de fluage ont mis en évidence la plus faible résistance de la microstructure F_{OPTI} par rapport aux microstructures A_{OPTI} et D_{OPTI}, sous ce type de sollicitation (Figure 6-12). On constate en effet que la microstructure F_{OPTI} présente un temps à la rupture inférieur à 400 heures, alors que les microstructures A_{OPTI} et D_{OPTI} présentent toutes deux un temps à la rupture supérieur à 1000 heures.

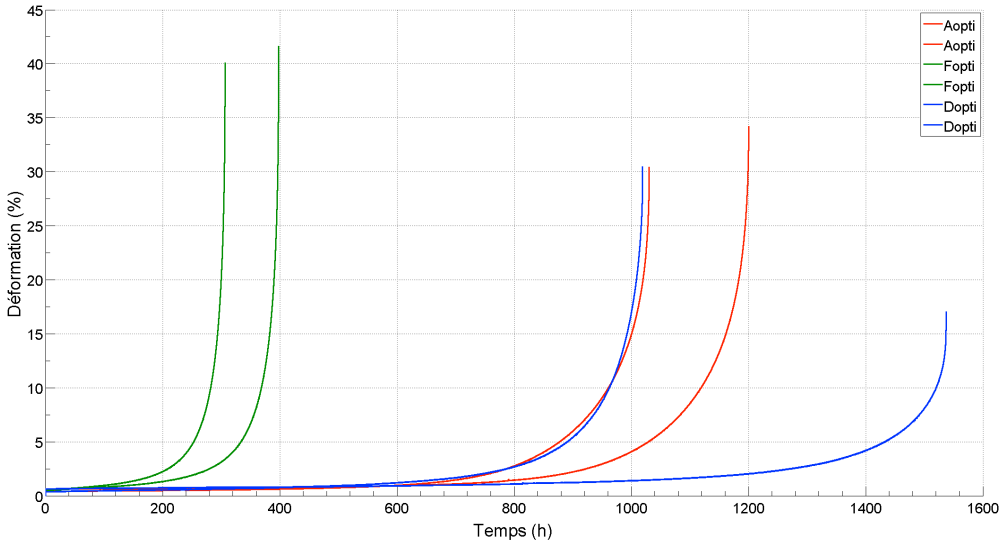


Figure 6-12 : courbes de fluage (700°C/500MPa) enregistrées pour les microstructures A_{OPTI}, D_{OPTI} et F_{OPTI}.

Cette différence de temps à la rupture est cette fois encore due à la différence de taille de grain entre les microstructures. En effet, la taille de grain de la microstructure F_{OPTI} est de 11 ASTM (8 µm), tandis que la microstructure D_{OPTI} a une taille de grain de 9 ASTM (16 µm), et la microstructure A_{OPTI} une taille de grain de 6 ASTM (45 µm).

Ainsi la microstructure possédant la taille de grain la plus petite présente le temps à la rupture le plus court, ce qui suggère que le mécanisme de déformation prédominant est le glissement intergranulaire.

Cependant, si le temps à la rupture était uniquement dépendant de la taille de grain, la microstructure A_{OPTI} devrait présenter un temps à la rupture plus long que la microstructure D_{OPTI} ce qui n'est pas le cas. L'observation en MEB des deux microstructures a montré que la microstructure D_{OPTI} présente des joints de grains sur lesquels sont distribués de fins précipités de phase de type η, tandis que la microstructure A_{OPTI} ne présente aucune précipitation de phase intergranulaire. Cette différence de précipitation au niveau des joints de grains joue certainement un rôle lors de la sollicitation en fluage des deux microstructures. Dans la microstructure D_{OPTI}, les précipités de phase de type η distribués le long des joints de

grains, agissent probablement comme des obstacles au glissement intergranulaire, ralentissant ainsi la déformation lorsque le matériau est sollicité en fluage.

De plus, la microstructure D_{OPTI} est plus écrouie que la microstructure A_{OPTI}. Cette différence résulte des traitements thermiques subis par les deux microstructures. La microstructure A_{OPTI} a, en effet, subi un traitement de remise en solution, contrairement à la microstructure D_{OPTI}.

Ainsi la baisse de la résistance à la rupture de la microstructure D_{OPTI} associée à sa taille de grain plus petite, est compensée par la précipitation de phase de type η, distribuée de façon optimale sur les joints de grains, et à une microstructure de dislocations plus dense.

Remarque :

L'allongement à la rupture observé sur les essais de traction à 700°C pour les microstructures optimisées, est plus faible que l'allongement à la rupture observé pour les microstructures traitées avec les gammes de traitements thermiques préconisées par ATI Allvac (Figure 6-13). Cet allongement plus faible, est à rapprocher de l'allure des courbes. En effet dans le chapitre précédent, on a vu que sur les courbes de traction à 700°C, la contrainte maximale était atteinte très rapidement après la limite d'élasticité, et qu'ensuite, on observait une courbe décroissante témoignant de l'endommagement continu de l'éprouvette. Pour les microstructures optimisées, la contrainte maximale n'apparaît qu'après un certain écrouissage après la limite d'élasticité.

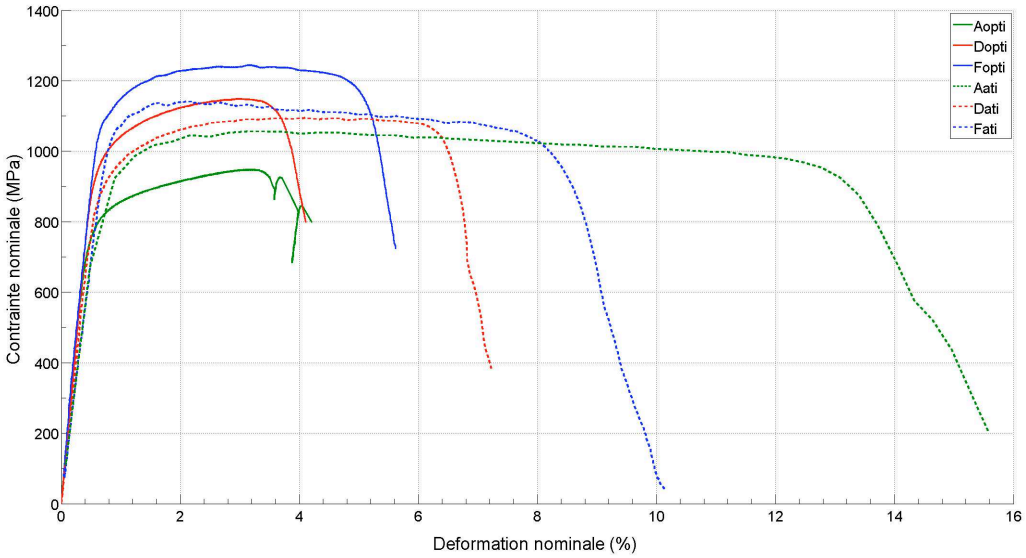


Figure 6-13 : courbes contrainte/déformation obtenues lors des essais de traction à 700°C pour les microstructures A_{ATI}, D_{ATI}, F_{ATI}, A_{OPTI}, D_{OPTI}, et F_{OPTI}.

6.3 Conclusion

L'étude des microstructures et des propriétés mécaniques en traction et en fluage réalisée sur les microstructures optimisées A_{OPTI}, D_{OPTI} et F_{OPTI}, a permis d'identifier les paramètres de traitements thermiques donnant les meilleures propriétés en agissant sur certaines caractéristiques microstructurales comme : la taille de grain, le taux d'écrouissage, la précipitation de la phase γ', ou la précipitation de la phase de type η.

La taille de grain est un paramètre microstructural qui influence fortement les propriétés mécaniques, particulièrement en fluage. Lorsque le matériau est sollicité en traction, une microstructure avec petite taille de grain a une meilleure résistance qu'une microstructure à gros grains. En revanche, lorsque le matériau est sollicité en fluage, une microstructure à gros grains présente un temps à la rupture plus long qu'une microstructure à grains fins.

L'écrouissage de l'alliage influence également les propriétés mécaniques de cet alliage. Cet écrouissage est le résultat de la déformation à chaud. Il se forme alors une microstructure de dislocations qui est plus ou moins dense en fonction de la température de forgeage et du taux de déformation imposé lors du forgeage. Après ce forgeage, la microstructure de dislocations peut-être restaurée à l'aide de traitements thermiques à haute température. Ainsi la microstructure de l'alliage après forgeage et traitements thermiques, présente une microstructure de dislocations plus ou moins dense qui modifie les propriétés de l'alliage, en particulier parce qu'elle va être ancrée par les précipités de phase γ' qui germent au refroidissement après forgeage et croissent au cours du revenu. De plus, cette microstructure de dislocations peut jouer également un rôle important dans la précipitation de la phase η, comme nous l'avons vu dans le Chapitre 3.

La précipitation de la phase γ' procure à l'alliage l'essentiel de ses propriétés mécaniques. Suivant la distribution de ces précipités de phase γ' l'alliage peut montrer une résistance plus grande au déplacement des dislocations lors de la déformation (durcissement structural).

La précipitation de la phase de type η a également des conséquences sur les propriétés mécaniques de l'alliage. En effet, les essais de fluage ont montré que la phase η augmente ou dégrade les propriétés de l'alliage en fonction des caractéristiques de sa précipitation. Lorsque la phase η, précipite sous forme de lattes assez longues qui pénètrent profondément à l'intérieur des grains, le temps à la rupture en fluage est fortement réduit. Au contraire, lorsque la phase η est bien distribuée le long des joints de grains sous forme de petits précipités, ceux-ci agissent comme des points d'ancrage qui font obstacle à la déformation par glissement intergranulaire.

Afin d'agir sur ces paramètres microstructuraux, deux gammes de traitements thermiques optimisées (*"Remise en Solution Optimisée"* et *"Direct Aging Optimisée"*) ont été mises au point.

Les essais mécaniques ont montré que la microstructure A_{OPTI}, traitée avec la gamme *"Remise en Solution Optimisée"*, présente des propriétés en traction très inférieures à celles observées pour la microstructure A_{ATI}, traitée avec la gamme *"subsolvus"* préconisée par ATI Allvac. En revanche, en fluage la microstructure A_{OPTI} présente une résistance bien supérieure à celle de la microstructure A_{ATI}. Les écarts entre les propriétés des microstructures A_{ATI} et A_{OPTI}, sont en grande partie dus à l'importante différence de taille de grain entre les deux microstructures, et à la différence de précipitation de la phase de type η. Ces différences microstructurales sont

la conséquence du traitement de remise en solution utilisé dans la gamme *"Remise en Solution Optimisée"*. En effet, la température élevée (1000°C) choisie pour ce traitement a pour effet de dissoudre l'ensemble des précipités γ' et η, de faire croître la taille de grain, et de restaurer la microstructure de dislocations, rendant difficile la précipitation de la phase intergranulaire lors du revenu. Il semble donc, à la vue des différents résultats, qu'il ne soit pas souhaitable de choisir une température de remise en solution aussi élevée, mais qu'il faille plutôt choisir une température à laquelle la croissance de grain soit moins prononcée, ou utiliser un temps de traitement plus court.

La comparaison des propriétés mécaniques et des caractéristiques microstructurales de la microstructure F_{ATI} , traitée avec la gamme "Direct Aging" préconisée par ATI Allvac, à la microstructure F_{OPTI}, traitée avec la gamme *"Direct Aging Optimisée"*, a montré que les différences entre ces deux microstructures sont faibles. Toutefois, les essais de fluage ont montré que la microstructure F_{OPTI} conduit à un temps à la rupture plus court que la microstructure F_{ATI}. Cet écart est dû à la différence de précipitation de la phase intergranulaire dans les deux microstructures. En effet, la microstructure F_{OPTI} présente une fraction volumique de phase intergranulaire plus faible que la microstructure F_{ATI}. Cependant on a noté le rôle positif de la précipitation de la phase intergranulaire lorsqu'elle est bien distribuée le long des joints de grains. Ainsi pour améliorer les propriétés de la microstructure F_{OPTI}, il serait avantageux d'augmenter légèrement la fraction volumique de phase intergranulaire, en allongeant le temps du revenu défini dans la gamme *"Direct Aging Optimisée"*. Toutefois il faudra rester attentif à l'effet, sur la précipitation de la phase γ', de l'augmentation du temps du revenu.

De plus, l'utilisation de la gamme *"Direct Aging Optimisée"* a permis d'obtenir une microstructure ayant des propriétés mécaniques proches de celles de la microstructure traitée avec la gamme *"Direct Aging"* recommandée par ATI Allvac, tout en économisant un traitement thermique de huit heures et une étape de refroidissement contrôlé, ce qui industriellement représente un gain non négligeable.

Dans le cadre de notre étude, l'ensemble des essais réalisés a montré que les **meilleures propriétés en traction ont été obtenues pour la microstructure F_{OPTI}**, qui a subi un forgeage en une chaude à 985°C suivi d'une trempe à l'eau, puis traitée avec la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging Optimisée"*, et que les **meilleures propriétés en fluage ont été obtenues pour la microstructure D_{OPTI}**, forgée à 1040°C en une chaude suivie d'une trempe à l'air, et traitée avec la gamme de traitements thermiques *"Direct Aging Optimisée"*. Et sur l'ensemble des microstructures testées, celle qui présente **le meilleur compromis entre ses propriétés en traction et en fluage est la microstructure D_{OPTI}.**

Ainsi les meilleures propriétés mécaniques ont été obtenues pour des microstructures traitées avec une gamme de type Direct Aging, qui permet de conserver l'écrouissage issu du forgeage, de conserver la taille de grain obtenue en fin de forgeage, et d'obtenir une précipitation de phase de type η avec une fraction volumique relativement faible, précipitant sous forme de fins précipités distribués aux joints de grains.

Chapitre 7

-

Analyse des phénomènes affectant la plasticité de l'alliage

Chapitre 7 - Analyse des phénomènes affectant la plasticité de l'alliage

Dans les chapitres 5 et 6 nous avons étudié les données issues des essais de traction de façon comparative pour identifier les paramètres microstructuraux qui procurent à l'alliage ATI 718Plus les meilleures propriétés mécaniques, ceci dans le but de définir plusieurs gammes de traitements thermomécaniques optimisées. Toutefois nous avons laissé de côté différents phénomènes particuliers se produisant lors des essais de traction. Dans ce chapitre nous allons nous pencher sur ces phénomènes, dont le premier est le phénomène de vieillissement dynamique de Portevin – Le Chatelier et le second est un phénomène d'oxydation rencontré lors des essais à haute température.

Sommaire :

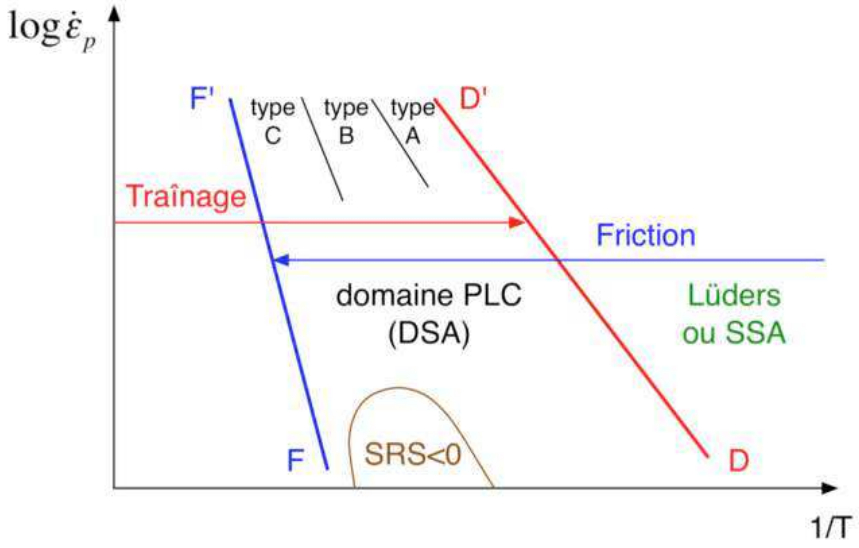
7.1 Analyse des instabilités relatives au phénomène de Portevin - Le Chatelier 141
7.1.1 Description théorique 141
7.1.2 Représentation graphique 144
7.1.3 Phénomène Portevin - Le Chatelier dans le superalliage ATI 718Plus 145
7.1.3.1 Observations générales 145
7.1.3.2 Instabilités PLC à température ambiante 149
7.1.3.3 Instabilités PLC à 550°C 151
7.1.3.4 Instabilités PLC à 700°C 155
7.1.3.5 Effet de la vitesse de déformation 157
7.2 Phénomène d'oxydation sous contrainte 159
7.3 Conclusion 162

7.1 Analyse des instabilités relatives au phénomène de Portevin - Le Chatelier

7.1.1 Description théorique

Le phénomène de "Portevin- Le Chatelier" (PLC) se manifeste au cours des essais de traction par des instabilités visibles sur la courbe contrainte-déformation. Jousset **[Jousset-2008]**, dont on reprend ici une partie de sa présentation du phénomène PLC, décrit celui-ci et écrit que ces instabilités sont liées au vieillissement dynamique de l'alliage lors de la sollicitation mécanique. Dans le domaine de température et de vitesse de déformation PLC, les dislocations se déplacent soit selon le **mode traînage,** soit selon le **mode friction** (Figure 7-1).

Le **mode traînage** correspond au mouvement des dislocations coins traînant des atmosphères de solutés, tandis qu'en **mode friction**, les dislocations se déplacent rapidement, les atomes de solutés restant quasi immobiles et ne jouant qu'un rôle de durcissement de solution solide.



SSA : Static Strain Aging / DSA : Dynamic Strain Aging / SRS : Strain Rate Sensitivity

Figure 7-1 : Schématisation du domaine d'existence du phénomène PLC dans le diagramme log($\dot{\varepsilon}_p$) en fonction de 1/T [Jousset-2008].

La capacité que possèdent les dislocations de se déplacer selon ces deux modes, traînage ou friction, dans le domaine PLC, peut entraîner de brusques changements de comportement tant à l'échelle microscopique par l'effet de "désancrage" de dislocations isolées en des lieux de concentration de contrainte, qu'à l'échelle macroscopique. Cela résulte des phénomènes d'avalanche dans lesquels les dislocations rapides rattrapent et "désancrent" de nombreuses dislocations lentes formant ainsi des bandes de glissement très intenses et localisées à diverses échelles selon, d'une part, la température et la vitesse de sollicitation et, d'autre part, le matériau et ses microstructures. Par exemple dans les alliages Al-Mg entre 25°C et 100°C elles se regroupent sous forme de bandes de cisaillement inclinées sur l'axe de sollicitation et traversant plusieurs grains, ce qui provoque les instabilités sur les courbes de traction.

Les instabilités macroscopiques liées au phénomène PLC, observées sur les courbes contrainte-déformation, obtenues sur une machine "dure" (à faible compliance), pour une même vitesse de déformation imposée, sont de trois types (Figure 7-2). Aux plus basses

températures, se manifestent les instabilités de **type A**. Elles se caractérisent par une augmentation soudaine de la contrainte suivie d'une chute brutale avant de remonter à une valeur moyenne. Cette manifestation correspond à l'initiation de la bande de déformation dans un congé (comme l'initiation d'une bande de Lüders dans le cas du vieillissement statique), et à la propagation de celle-ci d'un congé à l'autre de l'éprouvette à une vitesse relativement lente. Lorsque la température augmente les instabilités de **type B** apparaissent. Ces instabilités se caractérisent par des oscillations de la contrainte autour d'une valeur moyenne, qui croît avec la déformation, assez fréquentes et dont l'amplitude est importante par rapport au type A. Aux plus hautes températures les instabilités de **type C** se produisent. Celles-ci se présentent sous la forme de décrochements quasi périodiques de la contrainte en-dessous de la valeur moyenne de la contrainte. Dans ce cas les bandes de déformation s'initient et disparaissent de façon aléatoire en divers points du corps de l'éprouvette.

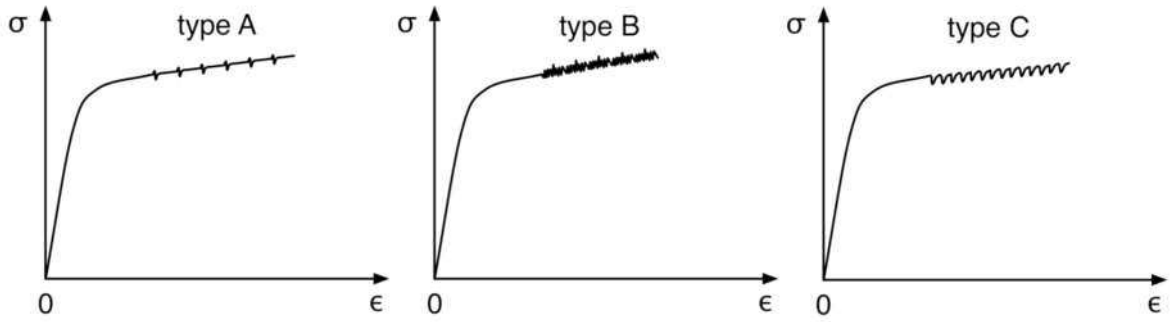


Figure 7-2 : les trois types de décrochement du phénomène PLC [Jousset-2008].

Le phénomène de PLC est également défini par Kubin et Estrin **[Kubin-1984]** comme étant un domaine dans lequel la sensibilité (*SRS : Strain Rate Sensitivity*) de la contrainte découlement par rapport à la vitesse de déformation devient négative. McCormick **[McCormick-1978]** établit ainsi l'expression :

$$SRS = \left[\frac{\partial \sigma}{\partial ln\dot{\varepsilon}}\right]_{T,\mu S}$$

où T est la température et μS l'état microstructural du matériau.

Cette sensibilité négative se manifeste de façon macroscopique seulement sur une partie du domaine PLC (Figure 7-1), mais localement la sensibilité négative de la contrainte d'écoulement vis-à-vis de la vitesse de déformation est vérifiée dans tout le domaine PLC.

Ainsi, dans la partie du domaine PLC où la manifestation de la sensibilité négative est macroscopique, lorsque la vitesse de déformation augmente, la contrainte d'écoulement mesurée lors d'un essai de traction diminue (Figure 7-3).

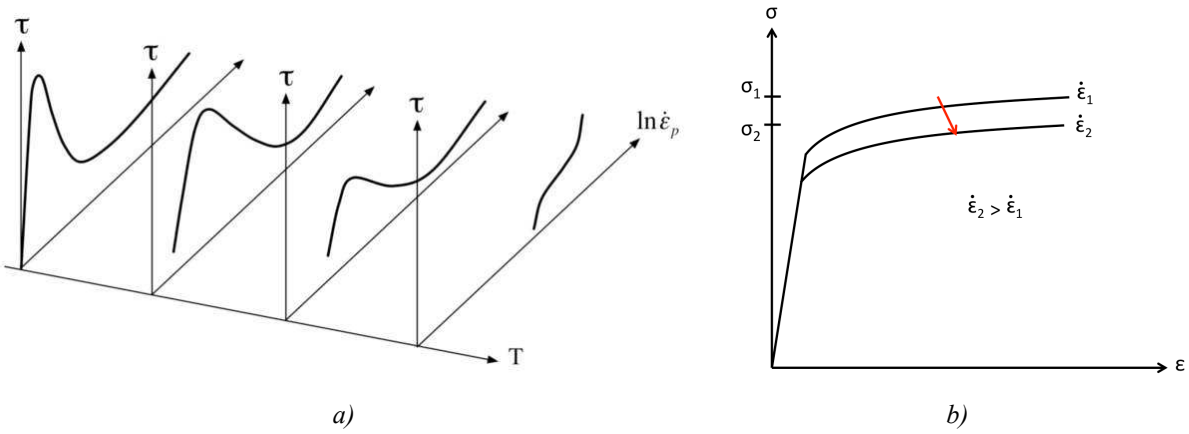


Figure 7-3 : *a)* Évolution avec la température, au travers du domaine PLC, de la courbe force-vitesse vue par une population de dislocations [Jousset-2008], *b)* représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation. La flèche indique le sens d'augmentation de la vitesse de déformation imposée [Bouabdallah-2006].

Lorsqu'on incorpore l'effet de sensibilité à la vitesse de sollicitation dans la représentation du domaine PLC de la Figure 7-1, il faut y ajouter un troisième axe représentant la contrainte d'écoulement. On obtient alors une représentation avec deux nappes possédant une zone de recouvrement (Figure 7-4). La nappe bleue correspondant au mode friction qui commence aux basses températures et qui s'incline fortement lorsque la température augmente, passant ainsi sous la nappe rouge qui correspond au mode traînage.

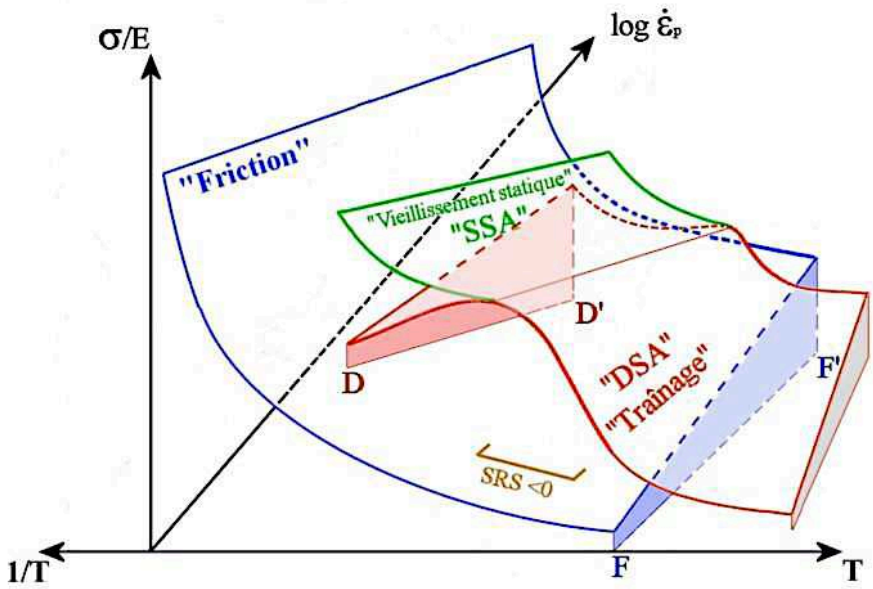


Figure 7-4 : schéma d'interprétation représentant les trois nappes correspondant à chacun des comportements plastiques rencontrés [Jousset-2008].

Vers le fond du diagramme, c'est-à-dire lorsque la vitesse de déformation augmente, les contraintes d'écoulement augmentent également : c'est l'effet de vitesse conventionnel qui s'applique aux deux modes. Toutefois sur une partie de la nappe "traînage" la contrainte d'écoulement diminue lorsque la vitesse de déformation augmente : c'est la zone de sensibilité négative. Si on projette la zone de recouvrement des deux nappes selon l'axe

vertical, on retrouve le schéma de la Figure 7-1, où les limites des domaines sont désignées par DD' pour le trainage et FF' pour la friction.

7.1.2 Représentation graphique

Les instabilités liées au phénomène PLC sont des évènements très rapides que la machine d'essai ne peut pas anticiper ou contrôler. En effet ces instabilités sont liées au passage d'une bande de déformation, qui entraîne une brusque augmentation de la déformation au-delà de la déformation programmée par la machine. Dans un premier temps, le phénomène étant très rapide, la machine ne réagit pas puis dans un deuxième temps elle cherche à ramener la déformation sur la consigne prévue en déchargeant l'éprouvette.

La machine réagit donc sur le chargement de l'éprouvette (objet macroscopique) à des phénomènes localisés à l'échelle microscopique, et cela, de plus, avec un temps de retard. Ceci provoque constamment des interactions entre la machine et le matériau qui interdisent d'interpréter les résultats en termes de comportement mécanique du matériau. En revanche, l'équation donnant la répartition des vitesses de déformation reste valable :

$$\dot{\varepsilon}_t(t) = \dot{\varepsilon}_e(t) + \dot{\varepsilon}_p(t)$$

De façon à mieux discerner les interactions entre le matériau et la machine nous avons tracé les courbes $\dot{\varepsilon} = f(\sigma($ en utilisant les données enregistrées lors des essais par la cellule de charge d'une part, et par l'extensomètre d'autre part. Dans cette représentation nous avons choisi de présenter la vitesse d'adaptation de la contrainte et la vitesse de déformation plastique expérimentale en fonction de la contrainte appliquée.

La vitesse d'adaptation de la contrainte à la plasticité du matériau est définie par :

$$\dot{\varepsilon}_{ac}(t) = \dot{\varepsilon}_{ch}(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E}$$

où $\dot{\varepsilon}_{ch})t($ est la vitesse de déformation choisie et le second terme est obtenu par dérivation par rapport au temps du signal du capteur de charge. Cette variable $\dot{\varepsilon}_{ac}(t)$ traduit les tentatives du dispositif expérimental pour piloter l'essai compte tenu du comportement de l'éprouvette. Pour un matériau dont l'écrouissage est monotone et la plasticité homogène, ce n'est autre que la vitesse de déformation plastique macroscopique.

La vitesse de déformation plastique expérimentale est définie par :

$$\dot{\varepsilon}_p(t) = \dot{\varepsilon}_t(t) - \dot{\varepsilon}_e(t) = \dot{\varepsilon}_t(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E}$$

et provient essentiellement de l'extensomètre, mais corrigée des variations de la contrainte appliquée de façon à minimiser l'effet de la réaction de la machine. Cette variable $\dot{\varepsilon}_p(t)$ traduit assez directement les modes plastiques propres, très particuliers, dont le matériau est le siège.

<u>Remarque :</u> l'utilisation d'une machine de traction "dure" a tendance à mettre en évidence les instabilités en augmentant l'amplitude de celles-ci par rapport à une machine "molle".

7.1.3 Phénomène Portevin - Le Chatelier dans le superalliage ATI 718Plus

7.1.3.1 Observations générales

Dans le cadre des essais de traction réalisés lors de cette étude sur le superalliage ATI 718Plus des instabilités liés au phénomène PLC ont été relevées pour certaines températures d'essai et pour certaines microstructures. L'ensemble des conditions dans lesquelles ont été observées des instabilités de type PLC sont résumées dans le Tableau 7-1.

Microstructures	20°C	550°C	700°C
A_{ATI}	-	-	-
B_{ATI}	-	-	-
C_{ATI}	-	-	-
D_{ATI}	A	390-370	-
E_{ATI}	-	-	-
F_{ATI}	A	400-790	-
G_{ATI}	A	870	-
H_{ATI}	-	-	-
I_{ATI}	A	690-930	-
A_{OPTI}	B	180-180	100-240
D_{OPTI}	B	330-330	-
F_{OPTI}	B	440-630	-

bleu = type A / rouge = type B / vert = type C

Tableau 7-1 : type d'instabilités rencontrées et amplitude maximale des décharges de type C (en MPa) relevée sur chacun des deux essais pour chaque microstructure et pour chaque température d'essai. (À 20°C les amplitudes des instabilités sont inférieures à 40 MPa.)

Sur l'ensemble des microstructures testées, quelques unes sont affectées par le phénomène PLC, tandis que d'autres ne le sont pas, ce qui illustre la sensibilité de ce phénomène à la microstructure rencontrée. On remarque ainsi que les microstructures présentant des instabilités sont soit des microstructures à gros grains (D_{ATI}, A_{OPTI}, D_{OPTI}), soit des microstructures ayant subi une gamme de traitements thermiques Direct Aging (F_{ATI}, G_{ATI}, I_{ATI}, D_{OPTI}, F_{OPTI}). À l'inverse, on remarque que les microstructures ayant une taille de grain assez fine (10-12 ASTM) et ayant subi une gamme de traitements thermiques avec un traitement de remise en solution (microstructures A_{ATI}, B_{ATI}, C_{ATI}, et E_{ATI},) ne présentent pas de décrochements macroscopiques liés au phénomène PLC.

On remarque également que les instabilités observées sont de type A et B pour les essais réalisés à température ambiante, tandis qu'à 550°C les instabilités observées sont de type C, ce qui correspond à l'évolution des types d'instabilité en fonction de la température décrite dans le schéma de la Figure 7-1. Ces instabilités de type C se caractérisent par des décrochements soudains de la contrainte, qui s'accompagnent d'un claquement sonore, également entendu par Hale et al. **[Hale-2001]**, Fournier et al. **[Fournier-2001]**, et Garat et al. **[Garat-2008]**. Chaque décrochement est suivi d'un rechargement puis d'un nouveau

déchargement jusqu'à rupture de l'éprouvette. À 700°C des instabilités de type C ont été observées uniquement sur la microstructure A_{OPTI}, tandis que sur les onze autres microstructures aucune instabilité n'a été observée.

<u>Remarque :</u> les essais réalisés à 550°C ont tous été réalisés sur la même machine et avec la même vitesse de déformation, $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}, ce qui nous permet de comparer la réponse des différentes microstructures vis-à-vis du phénomène PLC. Toutefois les valeurs en contrainte des amplitudes des décrochements dépendent de la vitesse de réaction de la machine et de sa "dureté" et ne sont donc pas significatives.

Il existe également des disparités entre les microstructures présentant des décrochements liés au phénomène PLC. En effet selon les microstructures l'amplitude de ces décrochements varie ainsi que le nombre de décrochements apparaissant avant la rupture de l'éprouvette. D'ailleurs il apparaît que plus l'amplitude des décrochements est importante, plus le nombre de décrochements apparaissant avant la rupture est faible (Figure 7-5).

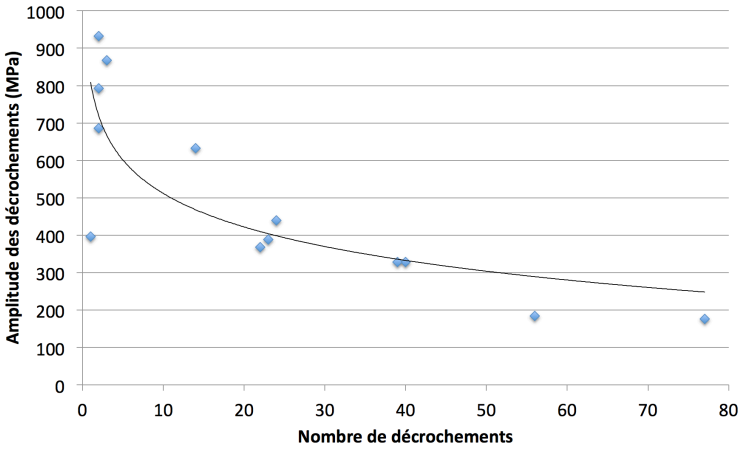


Figure 7-5 : évolution de l'amplitude en contrainte des décrochements en fonction du nombre de décrochements.

Ainsi pour la microstructure I_{ATI} (gamme de traitements thermiques Direct Aging, avec une taille de grain de 11 ASTM - 8 µm) sur laquelle l'amplitude d'instabilité la plus grande a été relevée, l'éprouvette rompt après deux cycles déchargement-rechargement, alors que pour la microstructure A_{OPTI} (gamme de traitements thermiques avec une remise en solution, avec une taille de grain de 6 ASTM - 45 µm) dont les instabilités ont une amplitude beaucoup plus faible, l'éprouvette subit plus de cinquante cycles déchargement-rechargement avant de rompre (Figure 7-6).

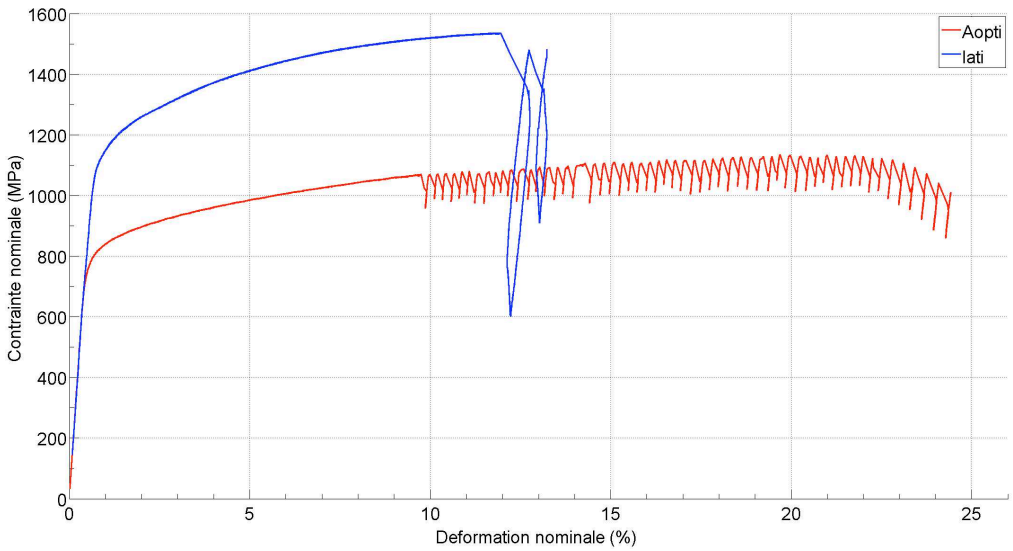


Figure 7-6 : courbes contrainte déformation à 550°C des microstructures I_{ATI} et A_{OPTI}.

Il apparaît donc que certaines microstructures atténuent le phénomène PLC quand d'autres ont tendance à l'exacerber. Plusieurs paramètres microstructuraux jouent un rôle dans la sensibilisation de l'alliage au phénomène PLC. Les deux paramètres microstructuraux principaux sont la densité de la microstructure de dislocations et la taille de grain.

Ainsi lorsque le matériau est sollicité en traction, la contrainte, appliquée macroscopiquement de manière uniforme, se localise inégalement au sein de la microstructure en fonction de l'orientation des grains. Cette localisation de la contrainte dans certains grains orientés favorablement, entraîne la formation de bandes de glissement dans ces grains. Les bandes de glissement se déplacent ainsi dans les grains qui les ont vu naître, jusqu'au bord du grain, c'est-à-dire le joint de grains. Dans un petit grain le nombre de dislocations susceptibles de se désancrer selon une direction de glissement donnée au passage d'une avalanche de dislocations mobiles sera plus faible que dans un gros grain, et donc la bande de glissement susceptible d'être crée par le glissement de ces dislocations désancrées correspondra à un cisaillement global plus faible. Ainsi une microstructure à petits grains présentera un cisaillement global plus faible, et donc est moins sensible au phénomène PLC qu'une microstructure à gros grains.

Les microstructures traitées avec la gamme de traitements thermiques Direct Aging présentent une microstructure de dislocations préexistante plus dense que les microstructures traitées avec une gamme de traitements thermiques avec un traitement de remise en solution. De plus ces dislocations préexistantes ont été soumises à un vieillissement statique lors du traitement de revenu, ce qui a provoqué l'ancrage des dislocations. Ainsi dans les microstructures traitées avec une gamme Direct Aging, le "nombre" de dislocations susceptibles de se désancrer au passage d'une avalanche de dislocations mobiles sera plus élevé que dans les microstructures traitées avec un traitement de remise en solution, et donc la bande de glissement susceptible d'être créée par le glissement de ces dislocations désancrées correspondra à un cisaillement global plus important.

Il semble également que la rupture des éprouvettes se produise pour une déformation globale donnée. Cette déformation globale peut-être atteinte en quelques décrochements de grande amplitude qui vont chacun provoquer une déformation importante et localisée, ou par un grand nombre de décrochements de faible amplitude qui vont, chacun, provoquer une petite déformation.

Remarques :

- On observe une corrélation entre l'amplitude des décrochements et la résistance maximale mesurée sur la microstructure lors de la traction. En effet plus la résistance maximale est élevée plus l'amplitude des instabilités l'est, et plus le nombre d'instabilités est restreint (Figure 7-7).

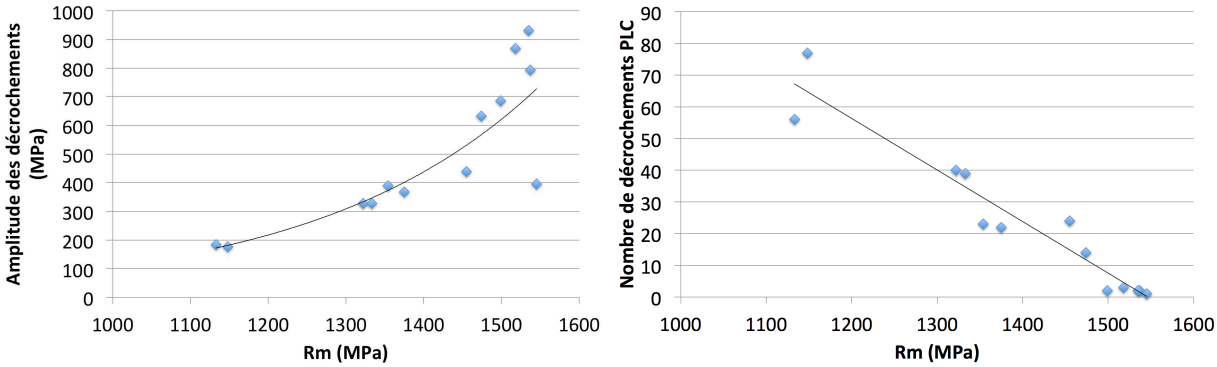


Figure 7-7 : évolution de l'amplitude des instabilités et du nombre d'instabilités avec la résistance maximale.

La résistance maximale est le reflet de la déformation plastique de l'alliage (de son écrouissage), et donc plus celle-ci est élevée, plus la densité de dislocations l'est également. Ainsi lorsqu'une bande de déformation localisée se forme entraînant un phénomène d'avalanche, un plus grand nombre de dislocations sera désancré dans les microstructures dont la densité de dislocations est plus grande, entraînant une décharge plus importante, par rapport aux microstructures dont la densité de dislocations est plus faible

- De plus, à cause de la procédure expérimentale utilisée (machine asservie sur une vitesse de déformation constante), la machine décharge puis recharge, donc l'éprouvette est soumise à un cycle chargement-déchargement qui, à la suite des décrochements successifs, peut être assimilé à de la fatigue.

7.1.3.2 Instabilités PLC à température ambiante

À température ambiante des instabilités de type A et B ont été observées. Ces instabilités sont particulièrement visibles sur la courbe de traction de la microstructure F_{OPTI} présentée dans la Figure 7-8.

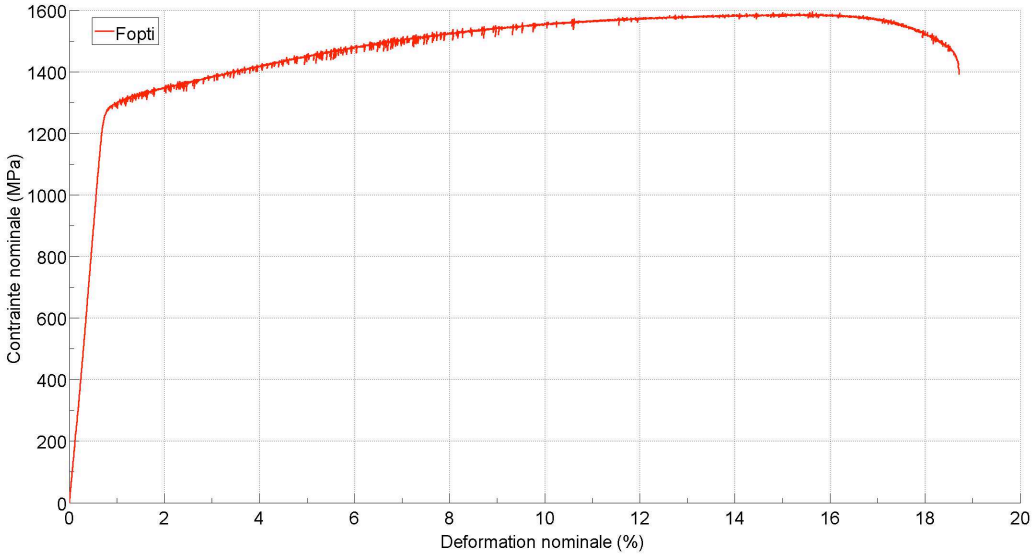


Figure 7-8 : courbe contrainte-déformation de l'essai de traction réalisé à température ambiante avec une vitesse de déformation de $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1} sur la microstructure F_{opti}.

Les faciès de rupture des éprouvettes sur lesquelles apparaissent des instabilités lors des essais de traction ont été analysés. Sur ces faciès de rupture on repère une zone centrale de rupture ductile, et des lèvres de cisaillement qui suivent des plans obliques par rapport à l'axe de l'éprouvette sur les bords (Figure 7-9). Ce faciès de rupture mêle donc l'aspect de rupture classique "cup-cone" observé dans les ruptures ductiles, à l'aspect de rupture en biseau caractéristique d'un cisaillement suivant les bandes de glissements du phénomène PLC.

Figure 7-9 : faciès de rupture de l'éprouvette FM01 (microstructure F_{OPTI}) testée à température ambiante.

Cette combinaison des deux aspects couplée aux instabilités observées sur la courbe de traction contrainte-déformation prouve la présence du phénomène PLC dans l'alliage ATI 718Plus à température ambiante.

Rappelons que les instabilités liées au phénomène PLC sont dues au déplacement des dislocations qui, à température ambiante, s'opère principalement en mode friction mais le mode traînage est également actif.

Ce mode traînage nécessite que des solutés diffusent au voisinage du cœur des dislocations. Toutefois pour que ces solutés diffusent il est nécessaire de leur apporter une énergie qui varie en fonction des éléments. Hors, à température ambiante, l'énergie disponible est faible et il faut donc des solutés avec une énergie d'activation de la diffusion basse, c'est-à-dire des éléments légers.

Ainsi Hale et al. **[Hale-2001]** ont calculé l'énergie d'activation nécessaire dans le cas d'instabilités observées sur les courbes de tractions réalisées à 230°C sur l'alliage Inconel 718SPF. D'après leurs calculs l'élément le plus lourd dont les atmosphères de solutés peuvent être composées est le Carbone. Ainsi il faut déjà atteindre une température d'environ 200°C pour que le Carbone puisse diffuser vers les dislocations. À température ambiante seul un élément plus léger que le Carbone peut donc diffuser au cœur des dislocations, et il pourrait donc s'agir de l'Hydrogène.

En effet, Wilcox et Smith **[Wilcox-1964]** et Girardin **[Girardin-2004]** ont montré dans leurs travaux que l'Hydrogène peut causer des instabilités de type PLC à des températures très basses, respectivement à -80°C dans du Nickel pur et à -100°C dans un alliage binaire à base de Nickel contenant 16% massique de Chrome.

7.1.3.3 Instabilités PLC à 550°C

Deux types de décrochements de type C ont été observés lors des essais réalisés à 550°C. En effet, l'étude détaillée des décrochements montre que pour les décrochements dont l'amplitude en contrainte est relativement faible, seul un comportement élastique est observé. En revanche pour les décrochements présentant une amplitude en contrainte plus élevée, on observe un comportant de rétractation par plasticité inverse.

La Figure 7-10-a présente la courbe de traction réalisée sur la microstructure A_{OPTI}, la Figure 7-10-b présente un agrandissement de cette courbe sur un cycle déchargement-rechargement, et la Figure 7-10-c représente les vitesses de déformation plastique et d'adaptation de la contrainte lors du cycle déchargement-rechargement présenté au-dessus.

Dans la première phase (1) l'éprouvette subit localement une forte accélération de la déformation due au désancrage des dislocations, puis la propagation des avalanches de plasticité (2) et (3) provoque une forte déformation qui décharge l'éprouvette.

La déformation mesurée par l'extensomètre est de 0,15% car elle est rapportée à l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette, soit 25mm.

Hors cette déformation se produit dans un volume de matière très restreint par rapport au volume total de la zone utile de l'éprouvette, et on peut supposer que cette zone mesure moins de 1 mm de hauteur. La déformation dans ce volume d'éprouvette de 1 mm d'épaisseur est alors de 3,75% dans un temps très court (moins de 200 ms). Cette estimation de la déformation locale est certainement sous estimée mais elle montre bien la forte intensité de la déformation locale qui se produit. La vitesse de déformation plastique locale effective est alors très importante. Elle passe ainsi de la valeur de consigne, $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}, à presque 12.10^{-3} s^{-1}, ce qui représente une augmentation d'un facteur 150 pendant (1).

Lors de la quatrième phase, la machine réagit en constatant que la déformation se situe au-delà de la consigne qui lui est imposée (4). Pour revenir sur la consigne la machine décharge l'éprouvette qui "rend" la composante élastique de sa déformation.

Dans un cinquième temps, la machine constate que la déformation mesurée est revenue sur la valeur de consigne, et elle reprend le programme de vitesse de déformation prévu en déformant élastiquement l'éprouvette jusqu'à atteindre sa limite d'élasticité actualisée et provoquer à nouveau la plasticité (6).

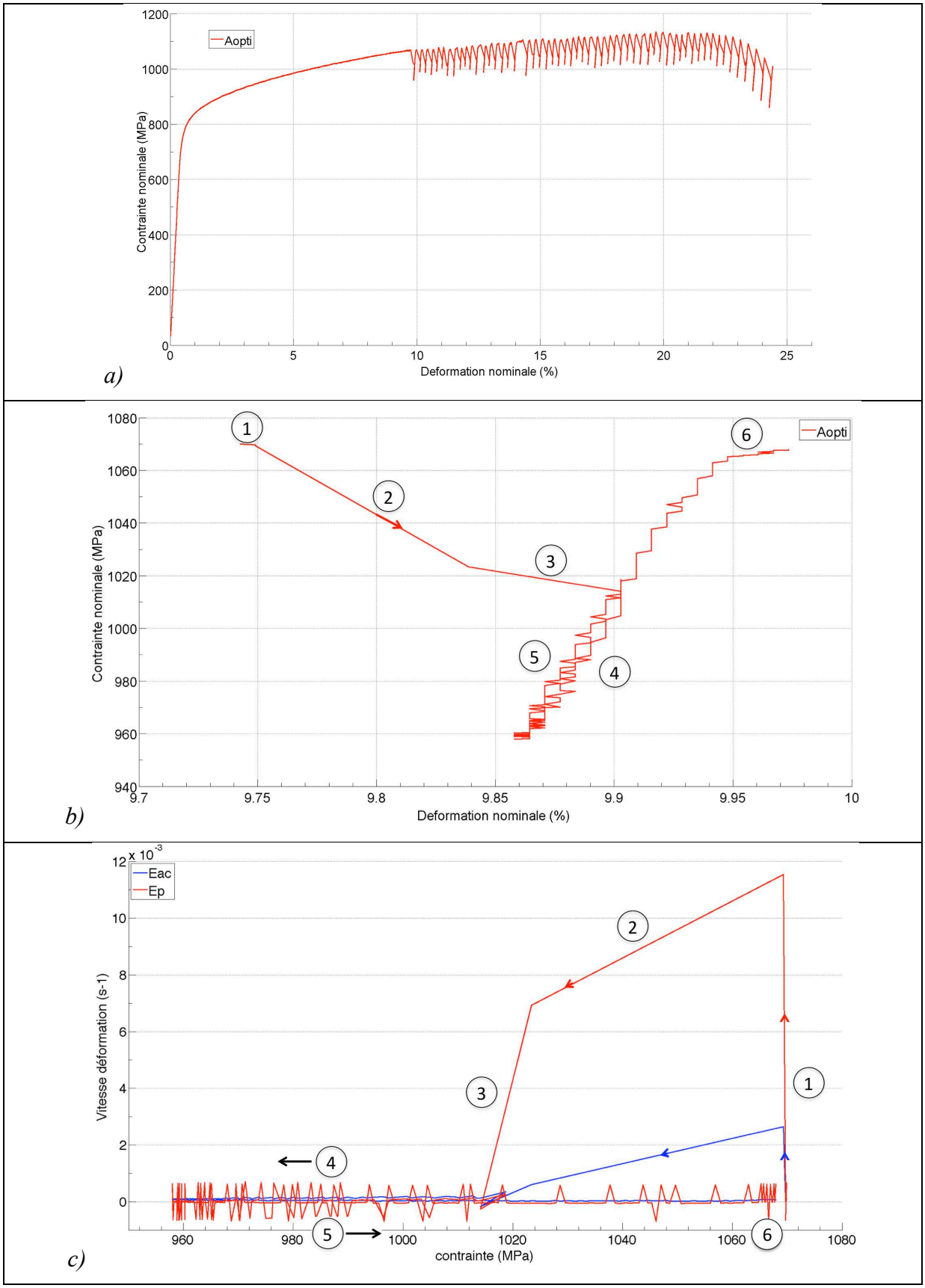


Figure 7-10 : a) courbe de traction obtenue sur la microstructure A_{OPTI}, b) grandissement sur une serration de cette courbe de traction, c) représentation des vitesses de déformation plastique ($\dot{\varepsilon}_{ac}$ en bleu et $\dot{\varepsilon}_p$ en rouge) calculées sur la serration présentée en b) (dérivée calculée sur 2 points et attribuée au premier).

Lorsque les décrochements atteignent des amplitudes élevées, comme dans la microstructure G_{ATI} (Figure 7-11-a), le cycle de déchargement-rechargement n'est plus uniquement élastique mais comporte également une composante plastique.

Dans la première phase du cycle une déformation importante intervient provoquée par le désancrage par avalanches de dislocations. Ici la déformation rapportée à la totalité de longueur utile de l'éprouvette est de 0,35%, ce qui représente une déformation de 8,75% si l'on considère que celle-ci est localisée dans une bande de 1 mm. La vitesse de déformation plastique lors de cet événement s'élève alors à environ 4.10^{-2} s^{-1}, soit une augmentation d'un facteur 500 par rapport à la vitesse de consigne ($8,3.10^{-5}$ s^{-1}).

Dans la seconde phase, la machine réagit à cet excès de déformation par rapport à la consigne, et elle décharge progressivement l'éprouvette. Toutefois dans un premier temps la contrainte est toujours suffisamment importante pour que la déformation continue d'augmenter (4).

Arrivée à une certaine contrainte, celle-ci n'est plus suffisante pour continuer à déformer l'éprouvette, et l'éprouvette se rétracte (5). Cette rétractation se déroule avec une pente supérieure à celle du module d'élasticité du matériau, suggérant que la déformation inverse observée n'est pas uniquement élastique, mais qu'il y a également de la plasticité inverse. En effet la forte localisation de la déformation entraîne des excès de plasticité, "strain burst" ("bouffée de déformation plastique"), qui provoquent des champs de contraintes importants capables d'engendrer cette plasticité inverse.

La déformation diminue alors jusqu'à rattraper la valeur de la consigne. La machine reprend alors le chargement de l'éprouvette (6). La déformation inverse se poursuit jusqu'à ce que la contrainte locale soit suffisamment élevée pour l'inhiber.

Lors de la phase suivante la contrainte est redevenue suffisamment élevée pour déformer positivement l'éprouvette, qui se redéforme alors élastiquement en suivant une pente pratiquement égale au module d'élasticité (7).

Enfin dans la huitième phase (8) la limite d'élasticité actualisée est atteinte et la déformation plastique de l'éprouvette reprend (9).

<u>Remarque :</u> le fait que le rechargement s'opère en suivant une pente égale au module d'élasticité montre qu'il n'y a pas eu de fissuration.

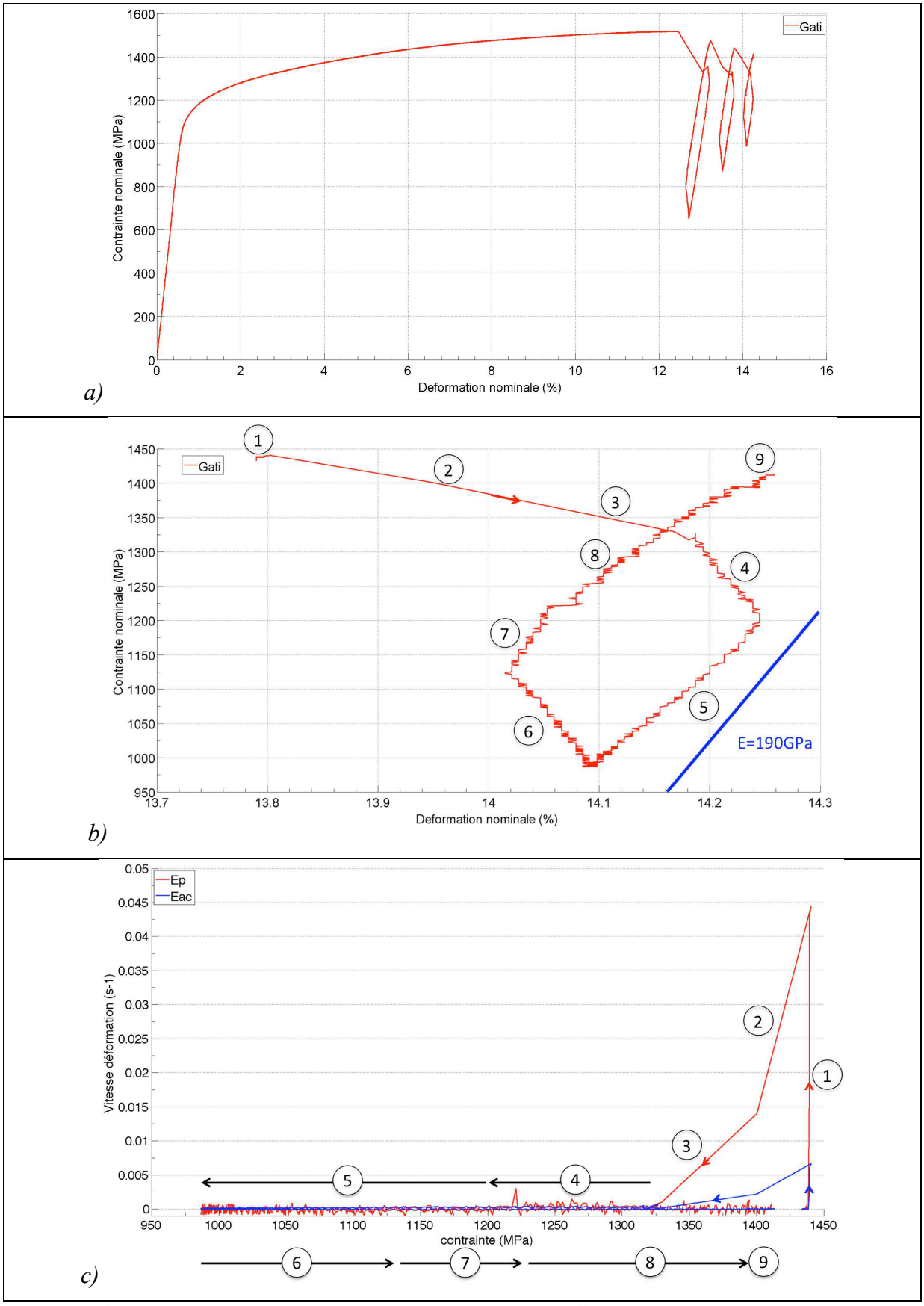


Figure 7-11 : a) courbe de traction obtenue sur la microstructure G_{ATI}, b) grandissement sur une serration de cette courbe de traction, c) représentation des vitesses de déformation plastique ($\dot{\varepsilon}_{ac}$ en bleu et $\dot{\varepsilon}_p$ en rouge) calculées sur la serration présentée en b) (dérivée calculée sur 4 points et attribué au premier).

L'étude des faciès de rupture des éprouvettes rompues à 550°C a montré que toutes les éprouvettes testées à cette température, quelle que soit la microstructure, présentent une rupture en forme de biseau avec un angle global égal à 45° par rapport à l'axe de sollicitation en traction (Figure 7-12). Toutefois, le faciès de rupture présente plusieurs plans ayant des inclinaisons différentes dont certains sont proches de 56°. L'inclinaison à 45° correspond au plan de scission maximale, alors que l'inclinaison à 56° d'un plan de cisaillement unique correspond à l'inclinaison des bandes PLC qui se caractérisent par un mécanisme de déformation plane **[Knowles]**.

Wang **[Wang-2011]** et Mazière **[Maziere-2007]** observent également ce type de rupture en biseau, respectivement dans un acier au Carbone-Manganèse (TU48C) et dans le superalliage Udimet 720 lorsque ces alliages sont sollicités dans leur domaine PLC. Korbel et al. **[Korbel-1981]** observent quant à eux, dans un alliage Aluminium-Magnésium, des bandes PLC se propageant dans une éprouvette avec un angle proche de 60° par rapport à l'axe de sollicitation en traction.

Il apparaît donc que cette rupture en biseau respecte la géométrie des bandes PLC et est la conséquence du passage de ces bandes de déformation.

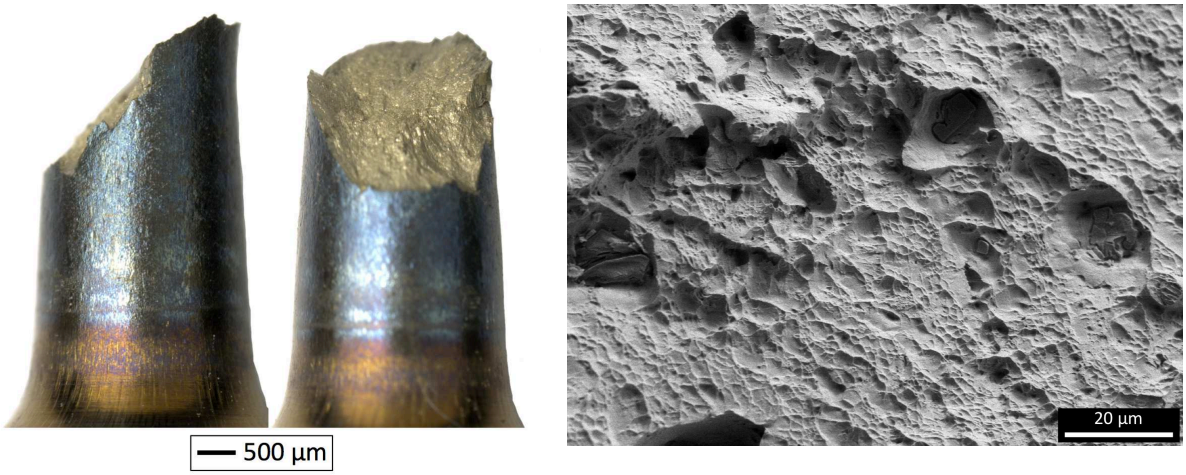


Figure 7-12 : faciès de rupture de l'éprouvette DR07 (microstructure D_{ATI}) testée à 550°C.

L'observation en MEB du faciès de rupture a mis en évidence des cupules circulaires et des cupules allongées. Ces observations montrent que la rupture de cette éprouvette est due à la germination, la croissance et la coalescence de cavités se formant par cavitation autour, par exemple, des carbures sur l'ensemble du faciès de rupture.

7.1.3.4 Instabilités PLC à 700°C

À 700°C des instabilités de type C ont été observées uniquement sur la courbe de traction de la microstructure A_{OPTI} (Figure 7-13).

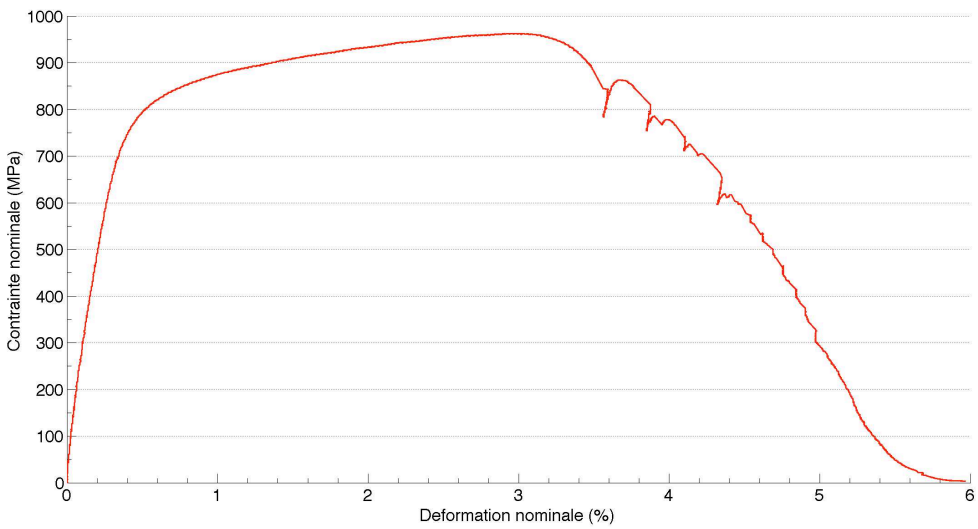


Figure 7-13 : courbe contrainte-déformation mesurée sur la microstructure A_{OPTI} à 700°C avec une vitesse de déformation de $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}.

Ces instabilités apparaissent une fois que la striction est installée. En effet avant cette striction, la courbe ne présente pas d'instabilité visible macroscopiquement ce qui montre que nous nous situons dans la partie haute (en température) du domaine PLC (Figure 7-14). Dans ces conditions, les avalanches de dislocations sont fortement facilitées, ce qui conduit à une multitude d'avalanches de dislocations de faible intensité, qui se produisent en tout point de l'éprouvette. Ce fourmillement d'instabilités de faible intensité distribuées de façon homogène sur toute l'éprouvette ne provoque donc pas d'événement macroscopique susceptible d'être visible sur la courbe de traction.

Lorsque la striction se produit, la déformation se localise donc dans une petite partie de l'éprouvette, provoquant ainsi une augmentation de la vitesse de déformation locale. Cette augmentation de la vitesse de déformation fait que l'on repasse dans le domaine PLC où la sensibilité à la vitesse de déformation est négative. Ainsi les conditions sont de nouveau réunies pour que puissent apparaître des instabilités macroscopiques.

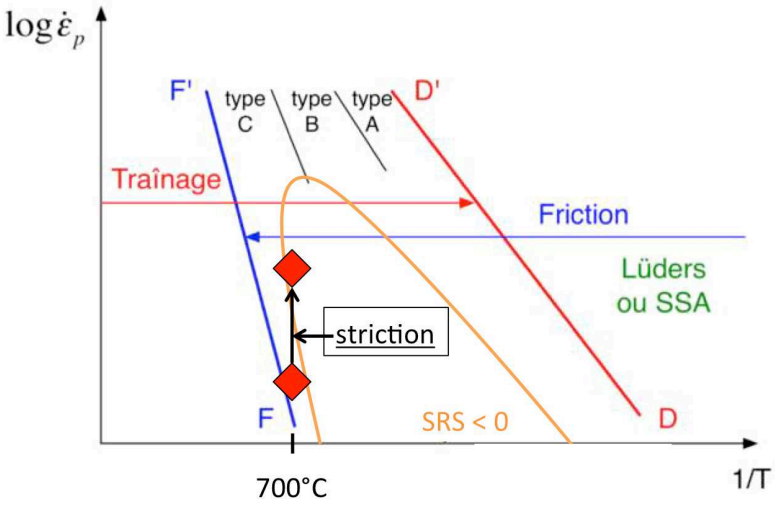


Figure 7-14 : représentation de l'essai de traction à 700°C sur la microstructure A_{OPTI} dans le schéma du domaine d'existence du phénomène PLC.

Par ailleurs, la courbe de traction présente une importante déconsolidation. On verra dans le paragraphe 7.2 que cette déconsolidation résulte de l'endommagement progressif de l'éprouvette par oxydation. À cette température les instabilités correspondant au phénomène PLC ne sont pas responsables de la rupture de l'éprouvette.

7.1.3.5 Effet de la vitesse de déformation

Deux essais complémentaires ont été réalisés pour analyser l'influence de la vitesse de déformation. Ainsi deux essais de traction ont été menés à 550°C avec deux vitesses de déformation différentes. La première vitesse de déformation est celle utilisée pour les autres essais de l'étude, à savoir $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}, et la seconde vitesse choisie est inférieure d'un facteur 100 par rapport à la première, soit $8{,}1.10^{-7}.s^{-1}$. Pour ces essais, la microstructure A_{OPTI} a été choisie car, pour cette microstructure, le phénomène PLC est très marqué à cette température d'essai. Les courbes contrainte-déformation obtenues lors de ces deux essais de traction sont présentées dans la Figure 7-15.

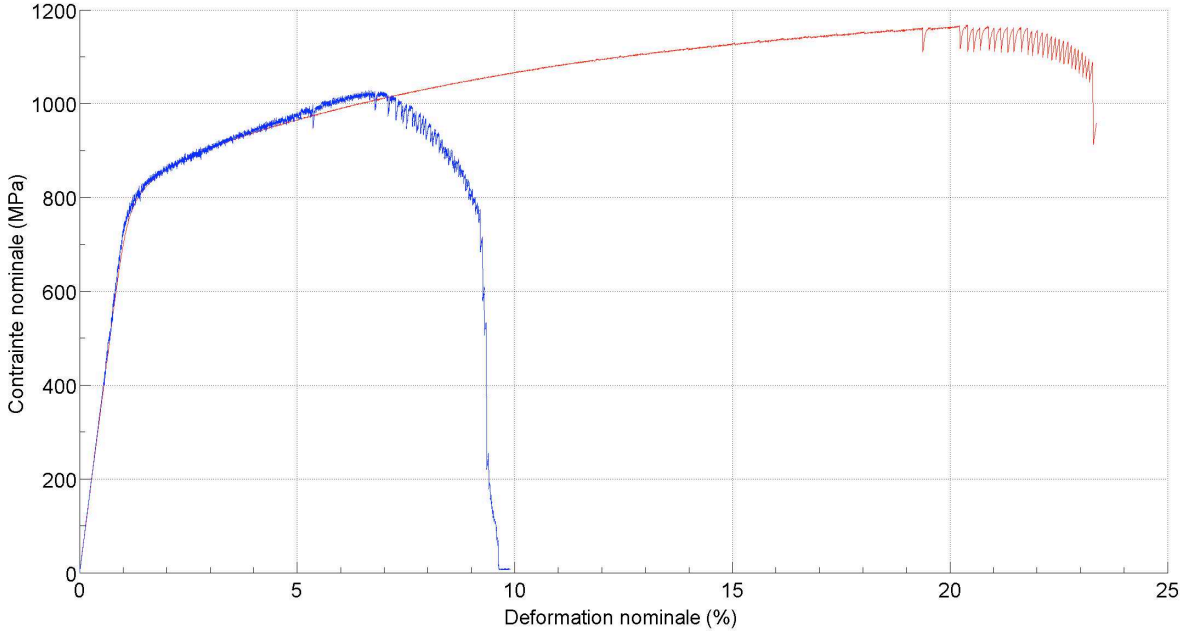


Figure 7-15 : courbes contrainte-déformation enregistrées lors des essais de traction réalisés à 550°C avec une vitesse de déformation de $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1} (en rouge) et de $8{,}1.10^{-7}.s^{-1}$ (en bleu) sur la microstructure A_{OPTI}.

Les deux courbes contrainte-déformation correspondant aux deux vitesses de déformation testées sont presque superposées. La limite d'élasticité relevée lors de l'essai réalisé à la vitesse de déformation la plus lente est de 798 MPa, tandis que la limite d'élasticité mesurée lors de l'essai réalisé à la vitesse de déformation la plus rapide est de 792 MPa. La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est donc légèrement négative (SRS=-1,3 MPa.s) pour une variation de vitesse de déformation de deux ordres de grandeur à 550°C.

Cette sensibilité négative même si elle est proche de zéro montre qu'à cette température l'alliage a un comportement qui ne suit pas l'effet de vitesse conventionnel, c'est-à-dire que la contrainte d'écoulement n'augmente pas lorsque la vitesse de déformation augmente. Au contraire la contrainte d'écoulement diminue légèrement lorsque la vitesse de déformation augmente, ce qui est une anomalie typique du phénomène PLC.

L'adoucissement local du matériau (strain softening) par désancrage provoque la localisation de la plasticité et n'est compensé par un durcissement d'écrouissage qu'aux plus basses températures (ou aux plus fortes vitesses de déformation).

Au centre du domaine PLC la localisation d'une intense plasticité, ne provoquant qu'un écrouissage insuffisant, conduit donc à la ruine rapide de la structure sous de faibles élongations.

Il a été clairement établi par Hale et al. **[Hale-2001]** pour l'Inconel 718 que cette chute de la ductilité associée au phénomène PLC est située dans la partie haute température (basse vitesse) du domaine : les courbes de traction à 550°C (Figure 7-15) en sont une illustration. En effet à température constante, lorsque la vitesse de déformation diminue la restauration devient plus importante. L'écrouissage créé par la déformation et, qui doit redurcir la partie adoucie, est alors restauré de façon plus importante, affaiblissant d'autant plus cette zone. La déformation se concentre alors dans cette zone adoucie, ce qui conduit à une réduction de la ductilité globale de l'éprouvette. On constate ainsi que la diminution d'un facteur 100 de la vitesse de déformation entraîne une réduction d'un facteur 3 de l'allongement homogène (avant la striction).

7.2 Phénomène d'oxydation sous contrainte

Les éprouvettes rompues lors des essais à 700°C présentent des faciès de rupture avec des zones plus ou moins oxydées qui traduisent une rupture qui n'est pas franche, mais qui s'opère par la rupture progressive de ligaments (Figure 7-16-a). De plus ces éprouvettes présentent de nombreuses fissures en surface sur tout le long de la zone utile (Figure 7-16-b). Ces fissures de surfaces sont également présentes sur le fût des éprouvettes rompues à 550°C, sans que l'on observe une oxydation particulière sur les faciès de rupture.

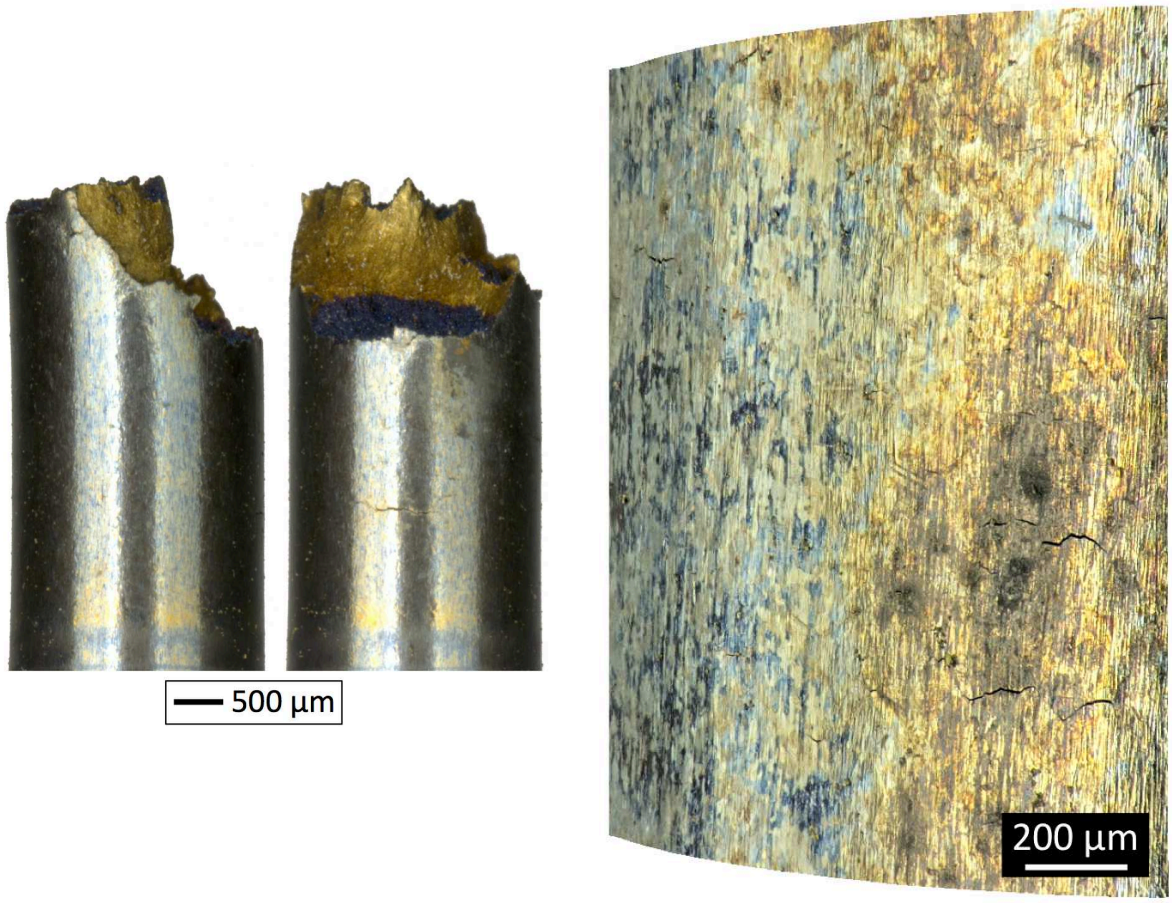
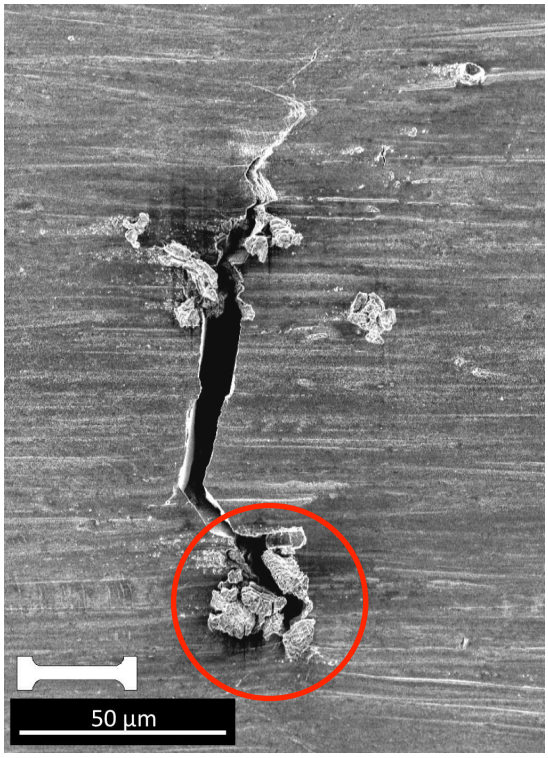
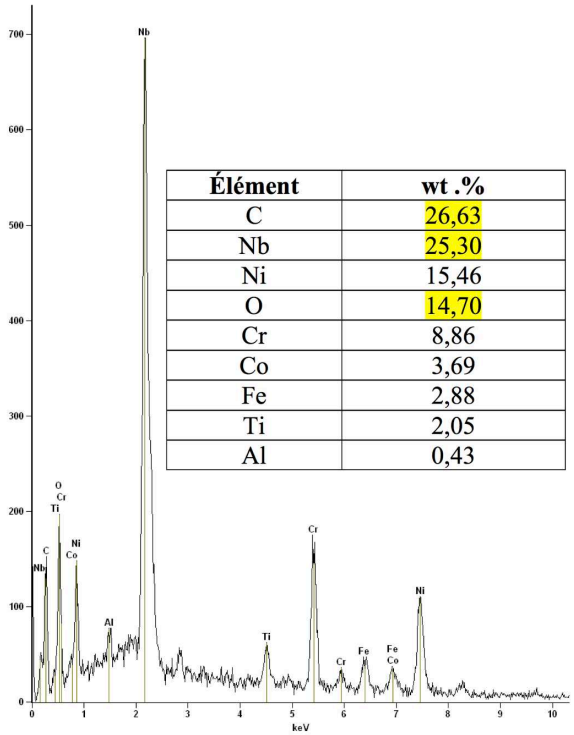


Figure 7-16 : micrographie optique du faciès de rupture de l'éprouvette DR03 (microstructure D_{ATI}) rompue à 700°C (à gauche), et de la zone utile de l'éprouvette AM09 (microstructure A_{OPTI}) rompue à 550°C présentant de nombreuses fissures (à droite).

Les observations réalisées en MEB sur la zone utile des éprouvettes montrent la présence de particules aux abords de ces fissures (Figure 7-17). Une analyse par EDS de la composition chimique de ces particules a révélé que ces particules présentent une composition riche en Niobium.



Micrographie MEB (électrons secondaires In-Lens)



Élément	wt .%
C	26,63
Nb	25,30
Ni	15,46
O	14,70
Cr	8,86
Co	3,69
Fe	2,88
Ti	2,05
Al	0,43

Analyse EDS des particules

Figure 7-17 : émergence de particules, provenant de l'oxydation d'un carbure NbC, autour d'une fissure de surface sur l'éprouvette AM09 (essai de traction à 550°C).

Ce type de fissures en surface des éprouvettes, corrélé à la présence sur leur trajet d'une particule riche en Niobium, a également été observé par Connolley et al. **[Connolley-2003]** et Fournier et al. **[Fournier-2001]** dans l'alliage Inconel 718. Connolley et al. expliquent que ces fissures sont le résultat de l'oxydation des carbures de Niobium NbC situés à la surface ou suffisamment proches de la surface pour être oxydés (Figure 7-18). L'oxydation de ces carbures entraîne une expansion volumique de ceux-ci, avec un facteur d'expansion (rapport entre volume initial et final après oxydation) supérieur à 2. Cette expansion des carbures oxydés provoque finalement l'apparition de fissures à la surface des éprouvettes.

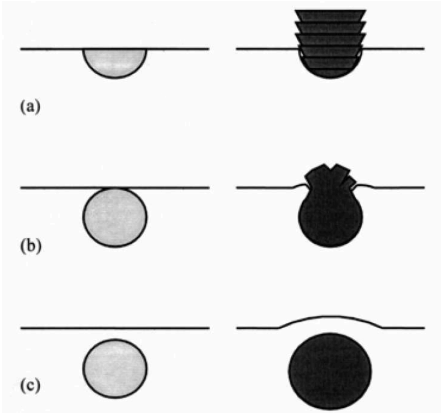


Figure 7-18 : présentation des différentes configurations de formation, d'oxyde de niobium Nb_2O_5 à partir de carbure de niobium NbC en fonction de la position du carbure par rapport à la surface [Alexandre-2004].

Dans leurs travaux Fournier et al. **[Fournier-2001]** montrent également que l'oxydation qui se produit lors d'un essai de traction à 600°C sous air provoque une diminution de la ductilité de l'alliage Inconel 718 par rapport au même essai réalisé sous vide (Figure 7-19).

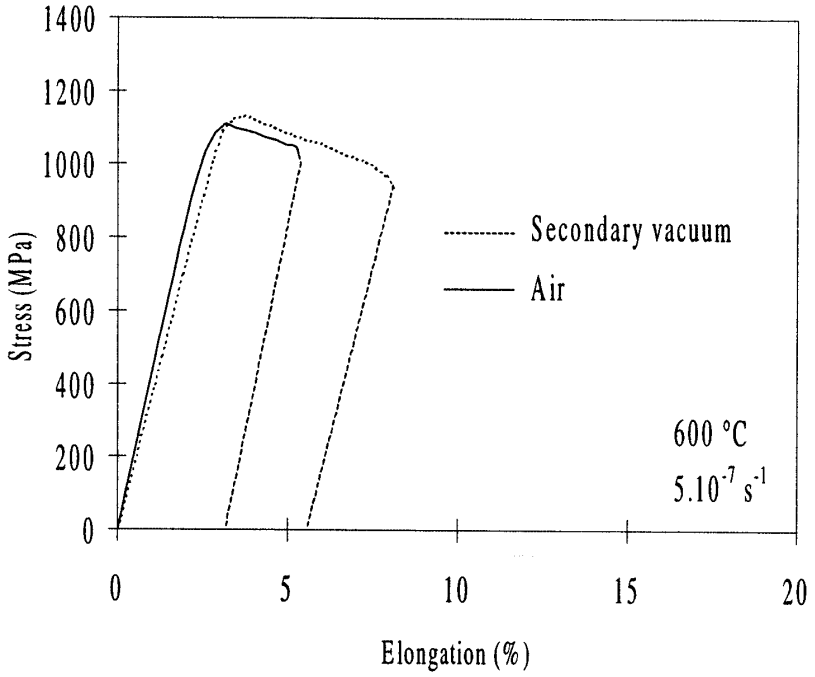


Figure 7-19 : courbes contrainte-déformation des essais de traction conduits à une vitesse de déformation de 5.10^{-7} s^{-1} sous air et sous vide à 600°C sur l'alliage Inconel 718 [Fournier-2001].

Finalement, l'apparition, lors des essais de traction à 550°C et à 700°C, de ces fissures en surface dues à l'oxydation des carbures de Niobium proches de la surface, met en évidence l'importance de l'environnement sur le comportement de l'alliage ATI 718Plus à haute température.

7.3 Conclusion

Cette étude a permis de démontrer l'intervention du phénomène PLC au cours de la déformation du superalliage ATI 718Plus, par l'analyse détaillée des serrations observées sur les courbes de traction, par la démonstration de la présence d'un domaine de sensibilité négative de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, et par l'observation des faciès de rupture présentant des géométries caractéristiques de ruptures liées au phénomène PLC (rupture plane en biseau).

L'amplitude du domaine température-vitesse de déformation dans lequel se produit le phénomène de PLC dans le superalliage ATI 718Plus n'a toutefois pas pu être entièrement explorée, car cela demande une étude très volumineuse qu'il n'a pas été possible de réaliser par manque de temps et de matière.

Toutefois en se basant sur les essais dont nous disposons, il est avéré que l'alliage **ATI 718Plus est sujet au phénomène PLC sur un large domaine de température allant au moins de la température ambiante jusqu'à 700°C**.

De plus cette étude a permis de montrer la sensibilité de ce phénomène à la microstructure. En effet plusieurs paramètres microstructuraux jouent un rôle dans cette manifestation de la plasticité, notamment la **taille de grain et la densité de la microstructure de dislocations**.

Le phénomène PLC entraîne une forte localisation de la déformation qui entraîne des excès de plasticité très localisés appelés "*bouffées de déformation plastique*" ou "*strain burst*".

Cette localisation de la plasticité est liée à un adoucissement local du matériau ("*strain softening*") qui n'est compensé par un durcissement d'écrouissage qu'aux plus basses températures. La déformation se poursuivant, elle se concentre sur cette partie adoucie et provoque l'endommagement rapide de l'éprouvette dans cette zone.

L'effet de l'environnement à haute température est également important. En effet **à 550°C et à 700°C l'oxydation sous contrainte des carbures de type NbC situés proche de la surface est à l'origine des initiations de fissures.** À 550°C ces fissures sont visibles sur le fût des éprouvettes mais elles n'entraînent pas de déconsolidation de l'éprouvette. À 700°C en revanche, la rupture des éprouvettes n'est pas franche mais s'opère par la rupture progressive de ligaments. Cette rupture s'initie très probablement à partir des fissures créées par l'oxydation des carbures proches de la surface. À 700°C l'effet d'environnement semble donc prépondérant sur l'effet PLC.

Toutefois, cette étude a atteint les limites expérimentales autorisées par les machines de déformation. En effet, il est très difficile d'analyser plus en détail le phénomène PLC car celui-ci se caractérise par une déformation extrêmement rapide et par une très forte localisation. Cela pose donc des problèmes au niveau de la vitesse d'acquisition du signal avec des fréquences échantillonnages qui sont trop faibles par rapport au temps extrêmement court dans lequel se produit la plasticité ("*strain burst*"). De plus les instruments de mesures que nous avons utilisés (extensomètre et cellule de charge) n'enregistrent pas seulement le comportement du matériau testé mais également la réponse de la machine, et il est donc impossible d'isoler un signal correspondant à l'unique réponse du matériau dans la zone où s'est localisée la déformation.

Chapitre 8

-

Étude de l'évolution microstructurale de l'alliage au cours de vieillissements de longue durée à haute température

Chapitre 8 - Étude de l'évolution microstructurale de l'alliage au cours de vieillissements de longue durée à haute température

Dans ce chapitre sont présentées les observations que nous avons réalisées afin d'analyser l'évolution microstructurale qui se produit lorsque l'alliage est exposé à haute température sur une longue durée. Pour cela plusieurs microstructures ont été vieillies et caractérisées en MEB et en MET dans leur état initial et dans leur état vieilli.

Sommaire :

8.1 Microstructures initiales 167
8.2 Microstructures vieillies 168
8.2.1 Précipitation Intergranulaire 169
8.2.2 Précipitation Intragranulaire 171
8.3 Discussion 175

Des traitements de vieillissement ont été réalisés sur différentes microstructures initiales dans le but d'analyser les évolutions microstructurales que ces expositions de longues durées à haute température engendrent, et, en particulier, d'examiner les modifications des précipitations intergranulaires et intragranulaires.

Deux microstructures initiales ont été choisies afin de subir un vieillissement de 3000 heures à 650°C ou à 700°C. Ces deux microstructures étudiées sont les microstructures D, et H_{ATI}. La première microstructure est la microstructure brute de forge issue de la gamme de forgeage D (forgeage à 1040°C). La seconde microstructure testée a été forgée selon la gamme de forgeage H (forgeage à 985°C), et a été traitée avec la gamme de traitements thermiques "Direct Aging" préconisée par ATI Allvac (788°C x 8h + 704°C x 8h).

La microstructure D a été choisie pour observer le vieillissement d'une microstructure qui a été forgée à une température supérieure aux températures de solvus des phases précipitant dans l'alliage, résultant ainsi en une microstructure vide de précipitation intergranulaire.

L'étude s'est également intéressée à la microstructure H_{ATI} de façon à observer le vieillissement d'une microstructure ayant subi une gamme de traitements thermiques "Direct Aging" et présentant donc une microstructure avec un certain écrouissage.

8.1 Microstructures initiales

La microstructure initiale D, ne présente pas de précipitation de phase intergranulaire et présente une taille de grain d'environ 9 ASTM (16 µm). La précipitation intragranulaire de cette microstructure est composée de précipités de phase γ' qui se sont formés lors de la trempe de fin de forgeage.

La microstructure H_{ATI} présente, quant à elle, une taille de grain d'environ 11 ASTM (8 µm), et une précipitation de phase intergranulaire en faible quantité distribuée sous forme de petits précipités dispersés le long des joints de grains. Cette précipitation intergranulaire a été développée par le traitement de revenu en deux paliers à partir d'une "légère" précipitation déjà existante dans la microstructure issue du forgeage.

Les microstructures initiales et les microstructures vieillies sont présentées dans la Figure 8-1.

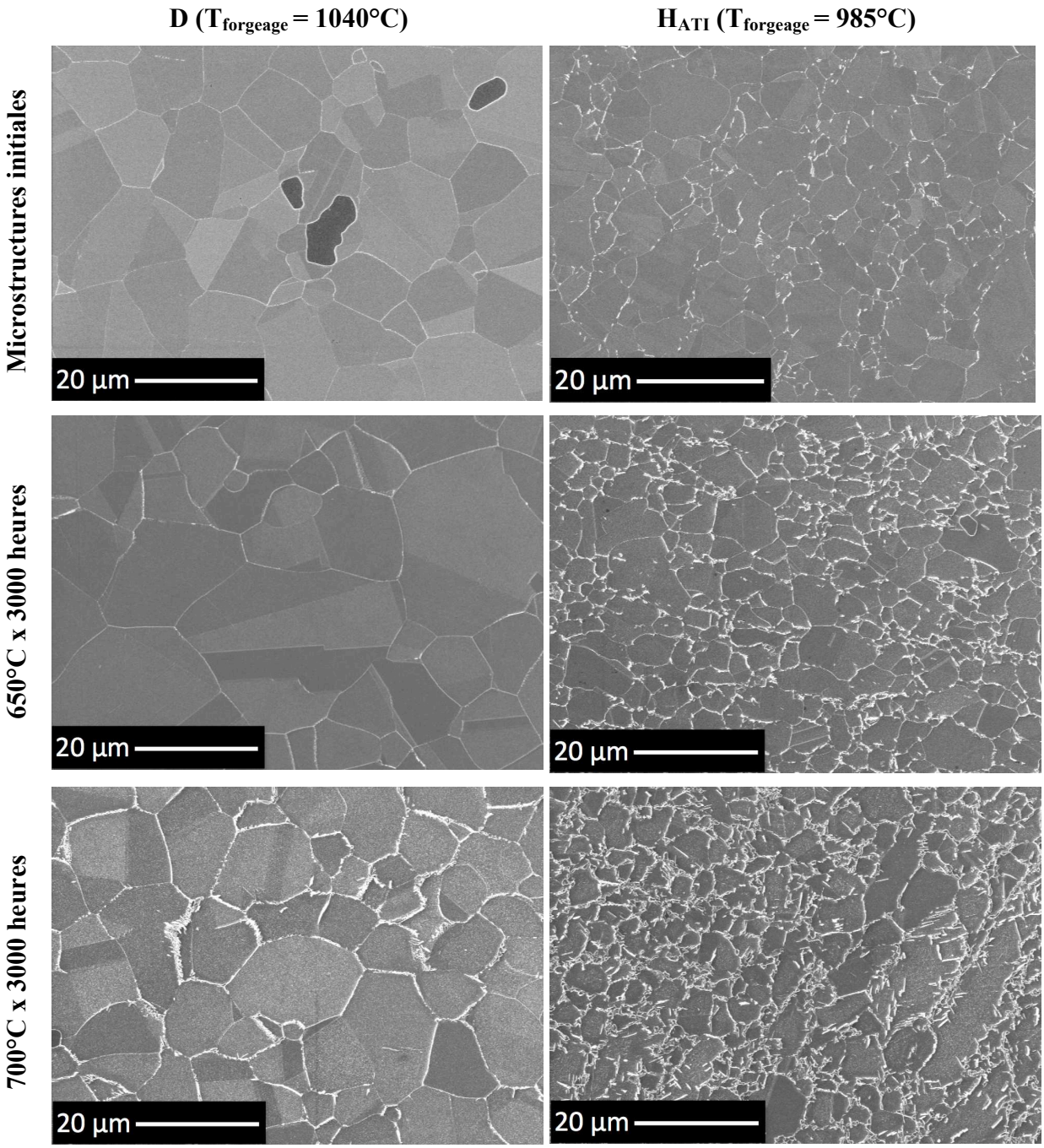


Figure 8-1 : micrographies en MEB en électrons secondaires *In-Lens* des microstructures non-vieillies, et après vieillissement de 3000 heures à 650°C et 700°C.

8.2 Microstructures vieillies

Dans les analyses que nous avons réalisées des différentes microstructures vieillies nous avons différencié l'analyse de l'évolution des précipitations intergranulaires et des précipitations intragranulaires.

8.2.1 Précipitation Intergranulaire

Après une exposition à 650°C durant 3000 heures, la précipitation intergranulaire dans la microstructure D s'est peu développée, seul quelques joints de grains sont décorés par des précipités très fins ayant une morphologie en plaquettes relativement massives et dont la plus grande dimension est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres (Figure 8-2).

Après 3000 heures à 700°C, la fraction volumique de phase intergranulaire est plus importante qu'à 650°C, et les précipités présentent, pour certains, une morphologie en plaquettes un peu plus aiguillées que celle observées à 650°C.

La taille des précipités observés dans cette microstructure est également plus grande et est proche du micromètre.

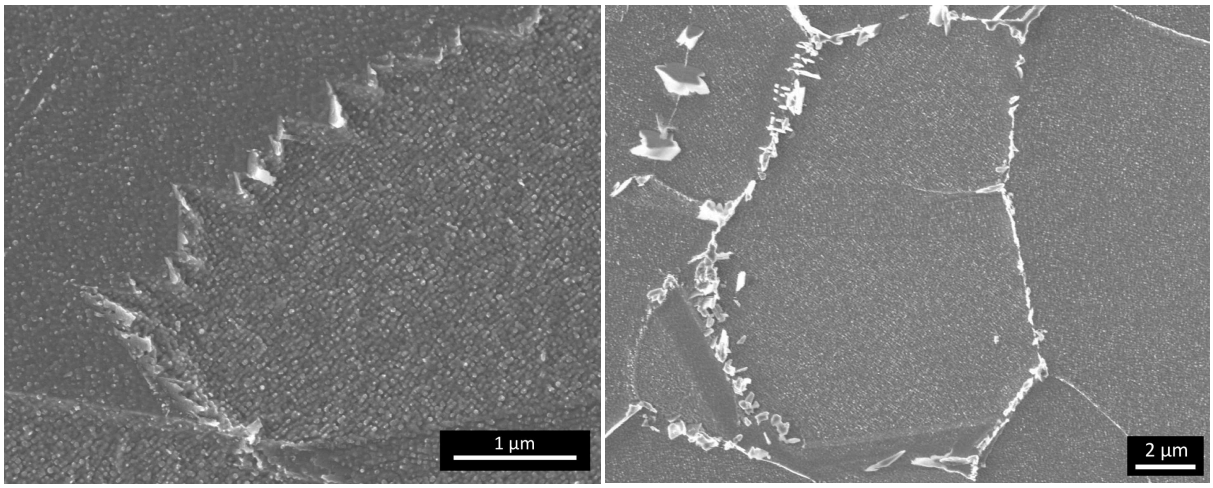


Figure 8-2 : micrographies MEB en électrons secondaires *In-Lens* des précipités de phase intergranulaire dans la microstructure D vieillie 3000 heures à 650°C (à gauche) et à 700°C (à droite).

Dans la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 650°C la précipitation intergranulaire est bien développée avec une majorité de joints de grains décorés (Figure 8-3). Les précipités présentent une morphologie en plaquettes dont la plus grande dimension est inférieure à un micromètre.

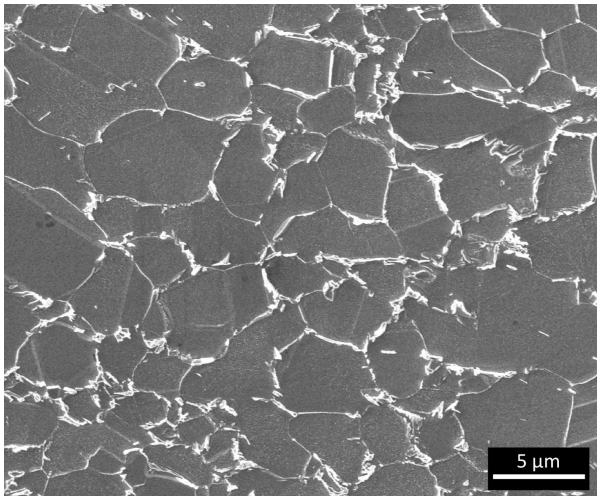


Figure 8-3 : micrographie MEB en électrons secondaires *In-Lens* des précipités de phase intergranulaire dans la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 650°C.

Après 3000 heures à 700°C, la fraction volumique de phase intergranulaire précipitée est plus grande qu'à la suite du vieillissement à 650°C (Figure 8-4). Dans la microstructure vieillie à 700°C, on observe des précipités intergranulaires avec une morphologie en plaquettes aiguillées dont la longueur peut atteindre 2 à 3 µm, et des précipités intergranulaires avec une morphologie en plaquettes plus massives ayant des dimensions inférieures à 1 µm. De plus la croissance de ces deux types de précipités s'oriente différemment. Ainsi les précipités aiguillés semblent croître facilement vers l'intérieur du grain, tandis que ce n'est pas le cas des plaquettes dont la croissance ne semble se produire que dans les directions proches de celles du joint de grains.

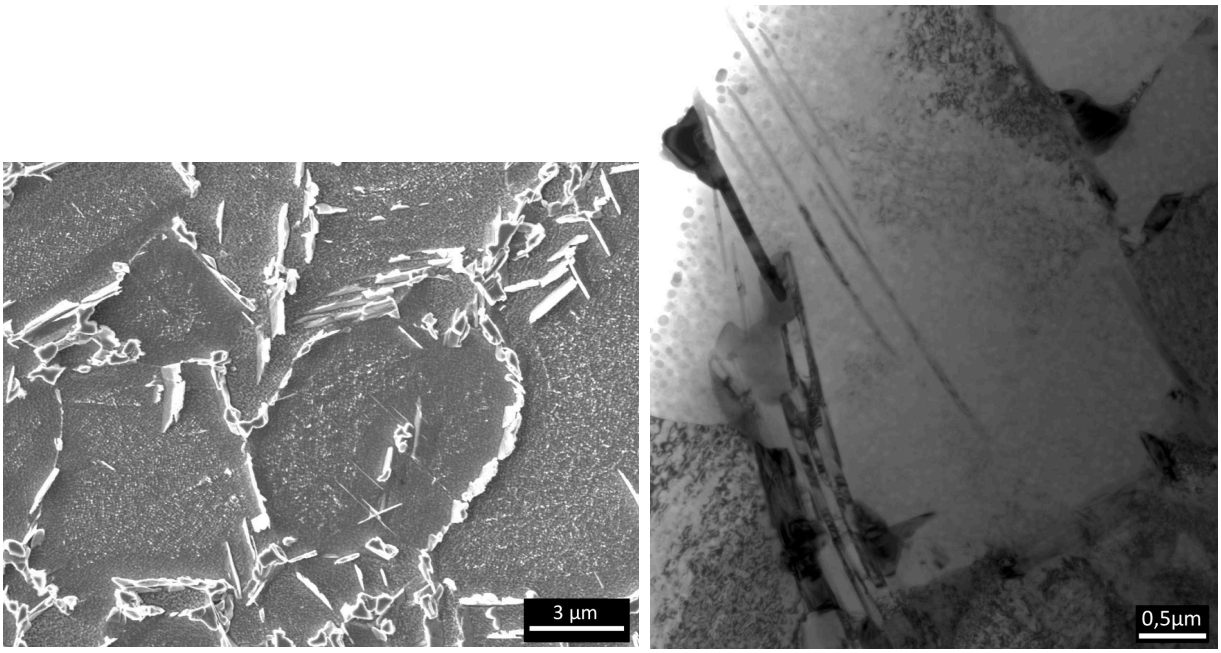


Figure 8-4 : micrographie MEB en électrons secondaires *In-Lens* (à gauche) et micrographie MET en champ clair (à droite) des précipités de phase intergranulaire dans la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 700°C.

Les modes de croissance et les morphologies observées pour ces différents précipités laissent supposer que les précipités aiguillés sont des précipités de phase η. Quant aux précipités en plaquettes, cette morphologie peut évoquer la précipitation de δ, de σ, de M_6C, voire de phases de Laves.

Les analyses en diffraction électronique en aire sélectionnée ont permis de vérifier que les précipités possédant une morphologie aiguillée, ont la structure de la phase η-Ni_3(Al,Ti,Nb) déjà présente dans l'alliage non vieilli.

Les précipités présentant la morphologie de plaquettes plus massives ont également fait l'objet d'une analyse soigneuse en diffraction électronique en aire sélectionnée en MET : plusieurs clichés de diffraction obtenus d'un même précipité ont permis de reconstruire la projection stéréographique du réseau réciproque de la structure, et les mesures des distances entre taches de diffraction ont permis de déterminer des distances interréticulaires. L'ensemble de ces dépouillements a permis d'identifier la phase topologiquement compacte σ, de structure quadratique de paramètre a_σ = 8,90 Å et c_σ = 4,65 Å.

Cette phase est couramment rencontré dans divers superalliages (Inconel 718, N18, …) soumis à un vieillissement de longue durée à haute température **[Sims-1987]**, **[Augustins-Lecallier-2011]**.

Cette phase σ semble se développer ici dans la matrice γ, au contact des lattes de phase η, en respectant les relations cristallographiques suivantes :

$$(001)_\sigma // (0001)_\eta // \{111\}_\gamma \quad \text{et} \quad <110]_\sigma // <12\bar{1}0]_\eta // <110>_\gamma$$

Il n'y a pas de relations simples entre les paramètres de σ et de γ (ni de η).

La composition chimique de la phase σ n'a pas été déterminée et la littérature est peu claire à ce sujet. Sur la base de cette littérature (**[Sims-1987]** p117**)**, on peut cependant suggérer que la composition de cette solution solide ordonnée correspond à une formule de type $M_xM'_y$ avec :

- M = Fe, Ni et en plus faible concentration Co
- M' = Cr, Mo et peu-être W
- et x et y deux entiers compris entre 1 et 7.

La différence de distribution de la précipitation de phase intergranulaire entre les microstructures vieillies D et H_{ATI} est la conséquence de leurs histoires thermomécaniques respectives. Ainsi la microstructure initiale H_{ATI} présente une précipitation de phase intergranulaire déjà existante et un certain écrouissage dû à la température de forgeage (985°C) et à la gamme de traitements thermiques "Direct Aging" utilisées. Ces éléments ont favorisé un développement plus rapide de la précipitation intergranulaire dans cette microstructure initiale H_{ATI} par rapport à la microstructure D. De plus la taille de grain de la microstructure H_{ATI} étant plus petite que celle de la microstructure D, la microstructure H_{ATI} présente donc plus de joints de grains sur les lesquels peut se développer la précipitation intergranulaire.

Finalement, l'observation des précipitations intergranulaires dans les microstructures vieillies à 650°C et 700°C a montré que ces expositions de longue durée à hautes températures provoquent une croissance de précipités de phase aiguillée η, et permet le développement de précipités de phase σ adoptant une morphologie en plaquettes relativement massives.

8.2.2 Précipitation Intragranulaire

La précipitation intragranulaire a été examinée sur les microstructures H_{ATI} vieillies à 650°C et à 700°C car elles présentent une précipitation plus développée que les microstructures D vieillies. Rappelons que dans la microstructure initiale H_{ATI} la précipitation intragranulaire est uniquement composée de précipités de phase γ' qui sont apparus lors de la trempe de fin de forgeage et qui ont ensuite subi un traitement de revenu en deux paliers (788°C x 8h + 704°C x 8h).

Dans la microstructure H_{ATI} vieillie à 700°C pendant 3000 heures, la précipitation intragranulaire est composée de précipités assurant le durcissement structural de l'alliage mais également de précipités ayant une morphologie en fines lattes très aiguillées (Figure 8-5). Ces précipités sont très certainement des précipités de phase η-Ni_3Ti et font plusieurs micromètres de longueur et quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur.

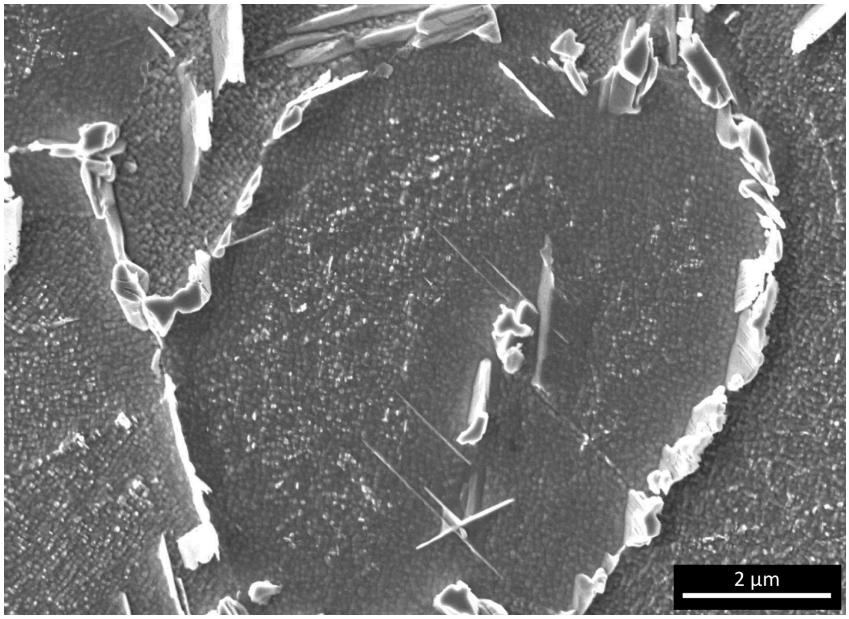


Figure 8-5 : micrographie MEB en électrons secondaires *In-Lens* des précipités de phase intergranulaire et intragranulaire dans la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 700°C.

La précipitation intragranulaire produisant le durcissement structural de l'alliage a été analysée en MET sur les microstructures H_{ATI} vieillies à 650°C et à 700°C. Les clichés de diffraction réalisés sur ces microstructures ont permis d'identifier la phase **γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb)** déjà existante à l'état non-vieilli, et d'identifier l'apparition de la précipitation de la phase **γ''-Ni_3Nb** (Figure 8-6).

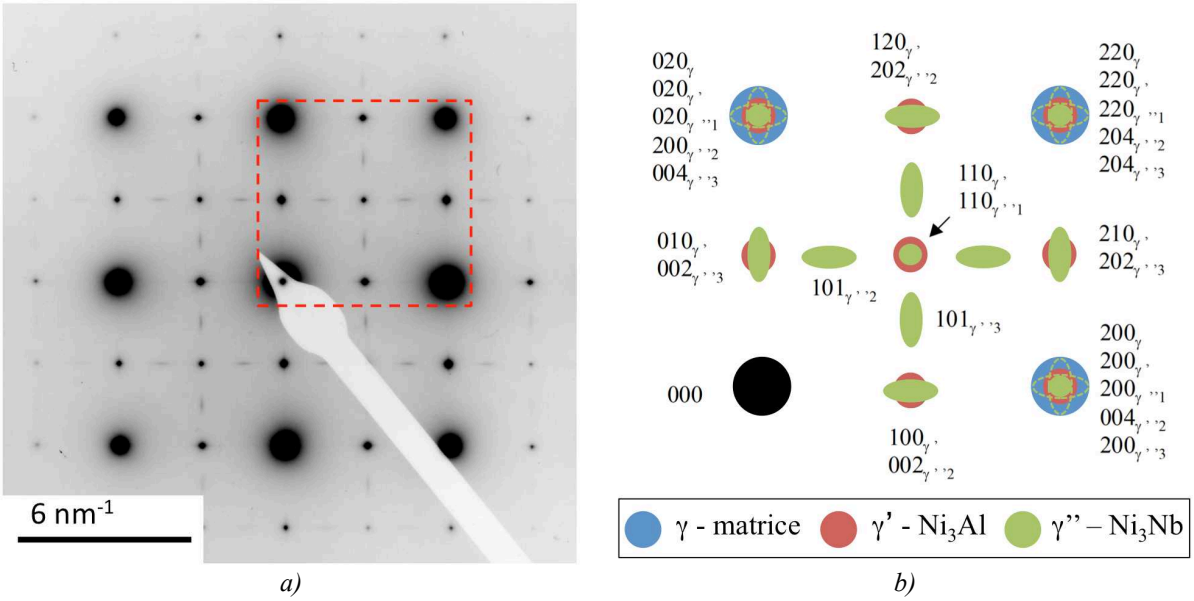


Figure 8-6 : *a)* cliché de diffraction électronique en MET réalisé sur la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 650°C selon l'axe de zone $[001]_\gamma$, *b)* indexation de la partie encadrée du cliché de diffraction.

L'observation en MET en champ sombre de la précipitation de la phase γ'' (Figure 8-7) montre que la distribution de ces précipités n'est pas homogène mais se concentre sur les

écheveaux de dislocations encore présents dans la microstructure. Cette microstructure de dislocations, qui résulte du forgeage n'a pas été entièrement restaurée par la gamme de traitements thermiques "Direct Aging".

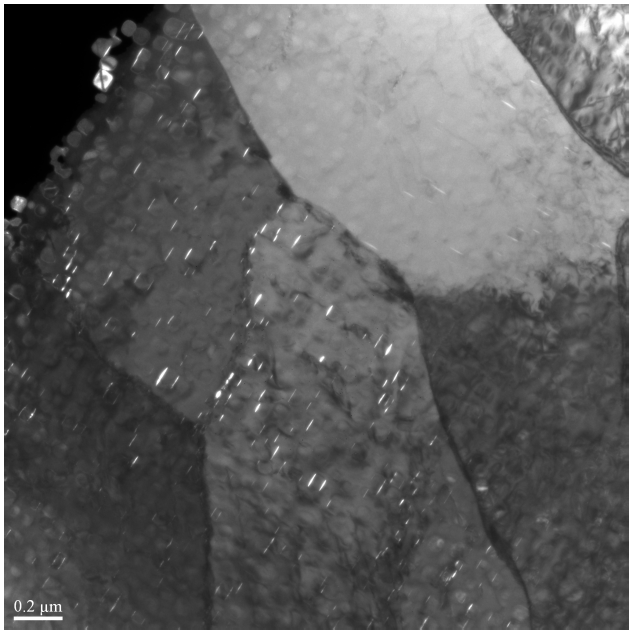


Figure 8-7 : cliché en champ sombre, réalisé sur la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 700°C, des précipités de phase γ'' orientés selon un variant avec l'axe du disque dans le plan de l'image.

En effet comme le paramètre $c_{\gamma''}$ présente un écart paramétrique positif avec $2a_{\gamma}$ (a_{γ} étant le paramètre de la matrice), la précipitation de la phase γ'' est plus facile sur le cœur des dislocations coins (ou mixtes).

On remarque d'ailleurs que la précipitation de γ'' se développe à proximité immédiate des précipités de phase γ' (Figure 8-8) pour faire apparaître l'arrangement des précipités γ'-γ'' nommé "morphologie compacte". Cozar **[Cozar-1973]** a également observé cet arrangement des précipités γ'-γ'' dans l'alliage Inconel 718, et a établi que celui-ci apparaît dans les alliages dont le rapport (Al+Ti)/Nb (exprimé en pourcentage atomique) est supérieure à une valeur critique d'environ 1,05. Dans l'alliage ATI 718Plus, ce rapport est égal à (0,9+3,1)/3,4=1,18, ce qui est donc en cohérence avec les observations réalisées par Cozar.

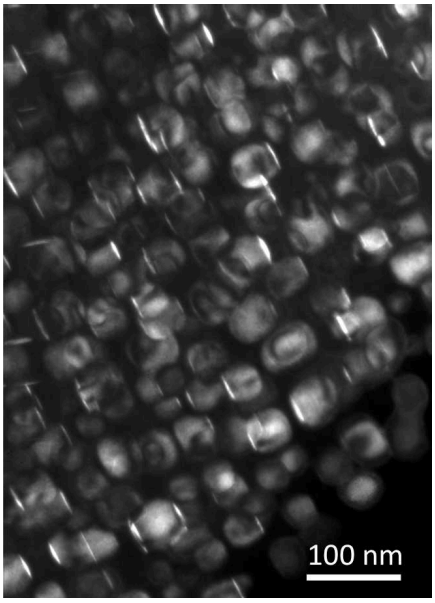


Figure 8-8 : cliché en champ sombre, réalisé sur la microstructure H_{ATI} vieillie 3000 heures à 650°C, des précipités de phase γ' et des précipités de phase γ'' orientés selon un variant avec l'axe du disque dans le plan de l'image et selon le variant avec l'axe du disque perpendiculaire au plan de l'image.

Par ailleurs, les observations réalisées en MEB sur la distribution des précipités de phase γ'' révèlent la présence de zones dénudées de précipitation γ'' autour des précipités de phase σ et η (Figure 8-9). En revanche aucune zone dénudée de précipitation de phase γ' n'est observée.

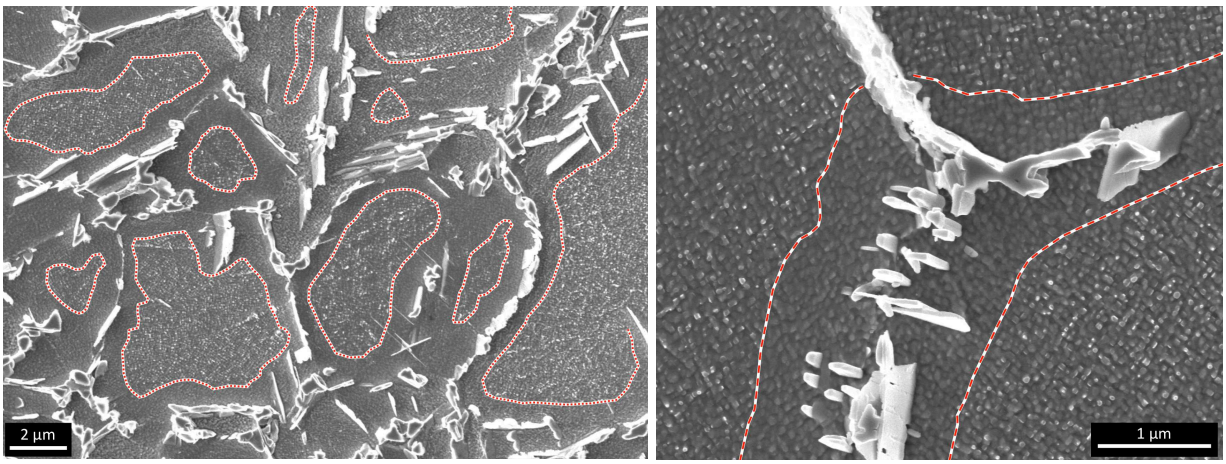


Figure 8-9 : micrographies MEB en électrons secondaires *In-Lens* illustrant les zones dénudées de précipités de phase γ'' dans la microstructure H_{ATI} vieillie à 700°C (à gauche) et dans la microstructure D vieillie à 700°C (à droite).

Cette appauvrissement en précipités de phase γ'' autour des précipités de phase σ et/ou η est probablement dû à un appauvrissement en Niobium, nécessaire à la précipitation de γ'', qui a été capté par la précipitation de la phase η.

8.3 Discussion

Les analyses menées sur les différentes microstructures vieillies à 650°C et à 700°C pendant 3000 heures ont montré que ces traitements thermiques de longue durée peuvent provoquer la précipitation de nouvelles phases :

- la phase γ''-Ni_3Nb, qui cristallise dans les grains, préférentiellement, semble-t-il sur les "reliques" de la structure de dislocations héritée du forgeage, sous forme de disques accolés à des précipités γ'-$Ni_3(Al,Nb,Ti)$;

- la phase σ, qui cristallise dans les joints de grains, semble-t-il au contact de lattes de phase η-$Ni_3(Nb,Al,Ti)$.

De plus, la phase η-$Ni_3(Nb,Al,Ti)$, dont la présence était limitée aux joints de grains dans l'état initial, est apparue à l'intérieur des grains, après ces traitements de longues durée, sous forme de longues lattes.

Cette évolution de la microstructure de précipitation présente la particularité de faire apparaître la phase γ''-Ni_3Nb dont la présence est éventuellement, suggérée sinon détectée, toujours dans l'état initial "standard" de l'alliage, par quelques auteurs **[ATI Allvac-2010]**, **[Cao-2005a]**, **[Unocic-2010]**.

Cette précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb se produit par mise en ordre selon la structure $D0_{22}$ des atomes de Niobium et de Nickel sur les sites de la structure cubique à faces centrées de la matrice γ. Alors que dans les alliages γ-γ', la germination des précipités intragranulaires de γ'-$Ni_3(Al,Nb,Ti)$ se produit au cours de la trempe qui suit la remise en solution, et qu'il faut atteindre des vitesses de refroidissement élevées pour l'éviter, dans les alliages dont la composition permet la génération d'une distribution intragranulaire de précipités de phase γ''-Ni_3Nb (Inconel 718, Inconel 706, Inconel 625), il faut attendre que la première étape de revenu ait débuté pour que se produise la germination de cette phase. Dans le cas des vieillissements examinés ici, l'apparition de précipités de γ''-Ni_3Nb a sans doute réclamé la redistribution du Niobium entre la matrice γ, les précipités de γ'-$Ni_3(Al,Ti,Nb)$ et la phase γ''-Ni_3Nb. La germination de la phase γ''-Ni_3Nb a d'ailleurs été facilitée par la présence de défauts de réseau permettant partiellement l'accommodation du désaccord paramétrique avec la matrice γ. Le positionnement des disques de γ''-Ni_3Nb à proximité immédiate des précipités de γ'-$Ni_3(Al,Nb,Ti)$ suggère d'ailleurs, le fait que la majeure partie du Niobium utilisé pour développer γ''-Ni_3Nb provient de ces précipités de γ'-$Ni_3(Al,Nb,Ti)$. Par contre, on a noté l'absence de précipité de γ''-Ni_3Nb à proximité des joints de grains, ce qui laisse supposer que le Niobium initialement disponible dans ces zones a été utilisé pour développer la phase intergranulaire η.

Considérant que la précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb au cours d'un vieillissement de longue durée pouvait traduire un retard à la germination de cette phase à la température de revenu, l'hypothèse de la lenteur de la diffusion du Niobium dans la matrice avait été émise pour justifier ce "retard". Cependant, les données qui ont pu être recueillies dans la littérature sur la diffusion du Niobium, de l'Aluminium et du Titane dans le Nickel montrent que le coefficient de diffusion du Niobium est plus élevé d'un ordre de grandeur que ceux de l'Aluminium et du Titane. Bien que ces données correspondent à des mesures réalisées dans des alliages binaires et non dans un alliage contenant une large proportion d'éléments d'alliage, on peut supposer raisonnablement que le coefficient de diffusion de Nb n'est pas si faible que nous l'avions suggéré et que la vitesse de diffusion du Niobium n'est pas plus basse que celle de l'Aluminium ou du Titane.

Si la vitesse de diffusion du Niobium dans l'alliage aux températures de revenu ne peut être tenue pour responsable de l'absence de la phase γ''-Ni_3Nb dans l'alliage forgé et revenu, il faut considérer que les phases η-Ni_3(Nb,Al,Ti) et γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) sont thermodynamiquement plus faciles à développer à la température du premier revenu (788°C) ou du second revenu (704°C), tout en substituant largement le Niobium au Titane ou à l'Aluminium. La concentration de Niobium dans la matrice se trouve alors réduite à un niveau insuffisant pour justifier la précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb. Un vieillissement de longue durée à 650°C ou 700°C semble nécessaire pour rétablir au moins partiellement l'équilibre thermodynamique de l'alliage et redistribuer le Niobium entre les phases qui sont stables à ces températures.

De manière analogue à la précipitation de la phase γ''-Ni_3Nb, la précipitation de la phase η-Ni_3Ti sous forme de longues lattes intragranulaire a probablement nécessité une redistribution du Titane entre la matrice γ, les précipités de γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) et la phase η-Ni_3Ti. La structure de la phase η-Ni_3Ti étant basée sur les sites atomiques d'un empilement compact de type …ABABAB…, sa germination dans la structure cubique à faces centrées, dont les sites atomiques forment un empilement compact de type …ABCABC…, est peut-être facilitée par la présence des "reliques" de la structure de dislocations héritée du forgeage. Le développement de la phase η-Ni_3Ti dans les superalliages à base de Nickel et de Fer, durcis par précipitation de γ', est souvent considéré comme résultant de la transformation de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) (**[Sims-1987]** p178). Cependant cette transformation réclame une importante modification de l'organisation des sites atomiques (Figure 3-17) et une remise en ordre des atomes de Titane (éventuellement substitués par des atomes de Niobium et d'Aluminium) sur ces sites. Si cette transformation peut être produite par une séquence bien déterminée de cisaillements entre différentes paires de plans {111} de la structure de γ' **[Xu-2011b]**, **[Heo-2009]**, la formation de la structure de η à partir de la structure cubique à faces centrées désordonnée de la matrice γ par germination - éventuellement sur un défaut de réseau - et croissance est sans doute tout aussi probable. On peut donc en fait considérer que la phase η-Ni_3Ti se développe non pas par transformation de γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb), mais plutôt "au détriment" de la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) car, pour se développer η-Ni_3Ti nécessite de mobiliser les atomes de Titane qui, dans l'état initial de l'alliages se trouvent essentiellement dans la phase γ'-Ni_3(Al,Ti,Nb) en substitution de l'Aluminium.

Au final, les analyses réalisées sur les échantillons vieillis 3000 heures à 700°C montrent la coexistence des trois phases η, γ', et γ''. Les compositions de ces phases n'ont pas été déterminées dans ces échantillons vieillis et les limites à la substitution des éléments de base des phases binaires correspondantes, c'est-à-dire respectivement η-Ni_3Ti, γ'-Ni_3Al et γ''-Ni_3Nb sont inconnues. On peut cependant énoncer quelques déductions logiques et émettre des hypothèses sur l'effet du vieillissement étudié sur les propriétés mécaniques de l'alliage ainsi que sur son évolution microstructurale ultérieure à 650°C ou 700°C, ces températures se situant dans la gamme de température de fonctionnement des applications envisagées pour le superalliage ATI 718Plus.

La précipitation de la phase intergranulaire η semble absorber une grande partie du Niobium disponible dans le voisinage des joints de grains car ces zones sont dénudées de précipités γ'' après vieillissement. Si les zones situées dans le voisinage des joints de grains sont dénudées de précipités γ'' après vieillissement, les précipités γ' présents dans cette zone doivent avoir une composition faible en Niobium. De même, plus à l'intérieur des grains, la précipitation de γ'' et de η a nécessairement appauvri en Niobium et en Titane la phase γ' initialement présente. Globalement cet appauvrissement en Niobium et en Titane de la phase γ' provoque, en principe, d'une part une diminution de la fraction volumique de cette phase puisque que la

quantité d'atomes susceptibles de participer à sa constitution a diminué, d'autre part à une diminution de son durcissement de solution solide qui était assuré par la substitution de l'Aluminium par le Titane et le Niobium. Ces deux modifications touchant la phase γ' produisent, en principe une diminution du durcissement de l'alliage relatif à la distribution en taille et en fraction volumique des précipités de phase γ'. A ces deux effets, on peut d'ailleurs éventuellement ajouter la modification de l'écart paramétrique entre la matrice γ et la phase γ', ainsi que l'éventuel grossissement des précipités provoqué par "murissement d'Oswald" au cours du vieillissement.

En ce qui concerne la participation des précipités de phase γ''-Ni_3Nb au durcissement de l'alliage, un certain nombre de remarques s'imposent. Les vieillissements de 3000 heures à 650°C et 700°C produisent effectivement une distribution de précipités de phase γ''-Ni_3Nb dont les dimensions de l'ordre de 20nm de diamètre pour environ 5nm d'épaisseur (Figure 8-8) correspondent aux dimensions des précipités assurant le durcissement de l'Inconel 718 **[Devaux-2007]**. Cependant cette précipitation, qui semble avoir essentiellement germé sur les reliquats de la microstructure de dislocations héritée du forgeage, comme dans l'Inconel 718 traité DA ("Direct Aging"), correspond à une fraction volumique visiblement faible (Figure 8-7). De plus cette précipitation est inexistante dans les zones du grain situées à moins de 1µm d'un joint de grains (Figure 8-9). La part de durcissement que pourrait apporter une telle distribution de précipités γ'' ne peut donc être que relativement faible et ne compense probablement pas la part de durcissement perdu du fait des modifications intervenues sur la distribution des précipités γ'. Notons enfin que se pose la question de la stabilité à 700°C de cette distribution de précipités γ''. Dans les alliages durcis par précipitation de la phase γ'', l'évolution de cette précipitation à partir de 650°C se traduit par le grossissement de ces précipités par murissement d'Oswald qui mène à la perte de cohérence cristallographique entre les précipités et la matrice, voire éventuellement à la transformation de la phase γ''-Ni_3Nb en δ-Ni_3Nb. La fraction volumique de phase γ'' que représente la distribution de précipités observée dans l'alliage est faible, et rien ne permet de prévoir si un vieillissement prolongé au delà des 3000 heures ferait s'accroître cette fraction volumique et éventuellement provoquer le grossissement des précipités et la perte de leur cohérence ou si, au contraire, ce vieillissement prolongé se traduirait par la re-dissolution de ces précipités du fait d'une ré-homogénéisation de la concentration en Niobium dans le volume total du grain. La stabilité de la phase γ''-Ni_3Nb dans l'alliage ATI 718Plus vieilli à température de fonctionnement reste très hypothétique car le seul autre point dont nous disposons correspond à un traitement de 720 heures à 720°C sur l'alliage à l'état brut de forgeage à 985°C (la gamme de forgeage complète est décrite au paragraphe 3.1.2) qui n'a pas produit la précipitation de cette phase.

L'effet du développement intragranulaire de lattes de η-Ni_3Ti, au cours des vieillissements de longue durée, sur les propriétés mécaniques de l'alliage peut être raisonnablement prédit en faisant référence aux travaux réalisés sur l'A286 (**[Sims-1987]** p179) qui concluent sur une perte en limite à la rupture et en ductilité attribuée à la présence de ces lattes. A noter que la croissance de lattes intergranulaires de η-Ni_3Ti (ou η-$Ni_3(Nb,Al,Ti)$) vers l'intérieur des grains aura le même effet sur les propriétés mécaniques que celui de ces lattes intragranulaires.

La phase σ est suspectée d'être un site privilégié d'amorçage de fissure et/ou de faciliter la propagation de fissure intergranulaire, en particulier lorsqu'elle apparaît en grande quantité le long des joints de grains, ce qui est le cas dans l'alliage ATI 718Plus vieilli 3000 heures à 650°C ou 700°C. On peut donc, à juste titre, s'inquiéter du rôle combiné des lattes de η et des "pavés" de σ sur les propriétés mécaniques de l'alliage vieilli 3000 heures à 650°C ou 700°C.

Pour terminer cette discussion sur l'effet de vieillissements de 3000 heures à 650 °C et 700°C, nous signalerons que nous n'avons pas observé la précipitation d'autres phases telles que les phases G, μ ou Laves au cours de ces vieillissements, comme cela a été identifié dans d'autres superalliages à base de Nickel et de Fer (**[Sims-1987]** p182).

Enfin nous rappelons que nous n'avons pas analysé en détail le rôle de la microstructure initiale dans l'effet des vieillissements étudiés sur le superalliage ATI 718Plus. Ainsi, par exemple, seule la microstructure initiale du galet H traité Direct Aging a fait l'objet d'analyses en MET après vieillissement de 3000 heures à 650 et 700°C.

Chapitre 9
-
Conclusions générales et perspectives

Chapitre 9 - Conclusions générales et perspectives

Sommaire :

9.1 Corrélation entre traitements thermiques et microstructures 183
9.2 Corrélation entre microstructures et propriétés mécaniques 184
9.3 Comportement de l'alliage 185
9.4 Gamme de traitements thermomécaniques retenue 185
9.5 Perspectives 186

L'étude engagée sur le superalliage ATI 718Plus par Snecma, Turbomeca, Aubert & Duval, et Mines ParisTech a permis d'explorer les possibilités offertes par ce nouveau superalliage à base de Nickel.

Le premier axe de l'étude a été d'observer et d'analyser finement la microstructure de ce nouvel alliage en s'attardant particulièrement sur l'analyse des différentes phases précipitées.

Le second axe de l'étude a permis d'évaluer les propriétés mécaniques en traction et en fluage de l'alliage pour différentes microstructures obtenues pour différentes gammes de forgeage et différentes gammes de traitements thermiques. La détermination des propriétés mécaniques couplée à l'analyse des microstructures en connaissance de l'historique thermomécanique de chacune d'entre elles, nous a permis d'identifier les caractéristiques microstructurales procurant à l'alliage les meilleures propriétés en traction et en fluage et donc de définir une gamme de traitements thermomécaniques permettant d'obtenir une microstructure ayant ces caractéristiques.

9.1 Corrélation entre traitements thermiques et microstructures

L'étude microstructurale du superalliage ATI 718Plus a permis de mieux appréhender la métallurgie de cet alliage, en identifiant les différentes phases qui y précipitent et en mettant en évidence les interactions complexes qui existent entre ces phases.

Pour cela un grand nombre de traitements thermiques ont été réalisés à différentes températures (de 650°C à 1040°C) et pour différents temps de maintien (de quelques minutes à plusieurs milliers d'heures). L'observation, en MEB et en MET, des microstructures obtenues a permis d'identifier certaines phases décrites dans la littérature, mais aussi d'identifier des phases dont la précipitation dans cet alliage n'était pas connue ou n'avait pas été vérifiée.

Deux phases intragranulaires ont ainsi été identifiées. La première est la phase γ' qui est la phase intragranulaire prédominante. La seconde phase intragranulaire identifiée est la phase γ'', dont la présence a été décelée dans les microstructures ayant subi un traitement thermique de longue durée, 3000 heures, à 650°C ou 700°C. Dans ces microstructures vieillies les deux phases intragranulaires γ' et γ'' coexistent. Toutefois les cinétiques de précipitation et les domaines de précipitation temps-température des phases γ' et γ'' sont très différents. Ainsi la phase γ' précipite dès la trempe de fin de forgeage, sous forme de précipités sphériques dont le diamètre varie en fonction de la vitesse de trempe, mais qui est globalement compris entre 10 et 100 nanomètres. La phase γ'' précipite beaucoup plus lentement. En effet cette phase ne précipite pas lors de la trempe de fin de forgeage mais nécessite un traitement de revenu avec un très long temps de maintien à une température proche des températures d'utilisation envisagées. La température de solvus de la phase γ' a été située entre 980°C et 990°C.

Plusieurs phases intergranulaires ont également été identifiées avec, là encore, une précipitation différente après des traitements thermiques courts (quelques heures) et après des traitements thermiques longs (plusieurs milliers d'heures).

Ainsi la phase intergranulaire observée après des traitements thermiques courts a été identifiée à la phase η avec une structure hexagonale. Cette phase précipite en formant des précipités en lattes qui germent aux joints de grains et qui croissent vers l'intérieur des grains. Par ailleurs la température de solvus de la phase η a été identifiée aux environs de 980°C. Dans la littérature cette phase a le plus souvent été incorrectement identifiée à la phase orthorhombique δ, qui précipite dans l'Inconel 718.

Dans les microstructures ayant subi des traitements thermiques longs, la phase intergranulaire σ a été identifiée. Cette phase précipite en formant des courtes plaquettes distribuées le long des joints de grains.

Les observations microstructurales ont donc mis en évidence des différences de précipitation entre les microstructures ayant subi des traitements thermiques courts et les microstructures ayant subi des traitements thermiques très longs.

Ces différences sont le résultat des interactions qui existent entre les phases précipitées dans l'alliage qui sont notamment causées par la forte teneur en Niobium de l'alliage. En effet cet élément peut entrer dans la composition chimique des différentes phases. Une compétition s'installe donc entre ces phases consommatrices de Niobium lorsqu'elles précipitent. Ainsi la précipitation de la phase γ'' intervient alors qu'une grande partie du Niobium présent dans la matrice a déjà été consommée par la précipitation des phases γ' et η qui sont déjà présentes dans l'alliage. La précipitation de la phase γ'' est donc ralentie car pour précipiter cette phase doit "récupérer" une partie du Niobium déjà capté par les autres phases.

La mise en place d'une précipitation stable à une température donnée dans le superalliage ATI 718Plus est donc lente du fait des interactions complexes entre les phases dont les cinétiques de précipitation sont très différentes.

Les investigations menées sur les microstructures issues des différentes gammes de forgeage ont également permis de mettre en évidence que l'écrouissage est un facteur favorisant la précipitation de la phase η. Ainsi, les diagrammes TTT de la précipitation de la phase η ont été définis pour une microstructure non-écrouie et pour une microstructure écrouie.

9.2 Corrélation entre microstructures et propriétés mécaniques

Les essais mécaniques de traction et de fluage réalisés sur différentes microstructures, elles-mêmes caractérisées en microscopie électronique, ont permis d'établir des corrélations entre les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques.

En premier lieu la taille de grain doit être ajustée en fonction du type de sollicitation imposée à la microstructure. Dans le cas d'une sollicitation en fluage, une microstructure avec une grande taille de grain est préférée, tandis que pour une sollicitation en traction une microstructure avec une petite taille de grain offrira de meilleures propriétés. Cette taille de grain est d'abord contrôlée par les conditions de forgeage, et ensuite, lors des traitements thermiques, par la précipitation de phase intergranulaire.

La précipitation de la phase intergranulaire η tient également un rôle important dans les propriétés de l'alliage. Ainsi lorsque cette phase précipite dans l'alliage sous forme de

longues lattes aiguillées qui rentrent profondément à l'intérieur des grains, voire qui les traversent, elle abaisse le temps de durée de vie de l'alliage en fluage. Toutefois lorsque cette même phase est présente dans la microstructure sous forme de petits précipités bien répartis le long des joints de grains, on note un effet bénéfique sur la durée de vie en fluage. En effet ces précipités agissent comme des points d'ancrage des joints de grains, ralentissant le mécanisme de fluage par glissement aux joints de grains. En traction, la précipitation de la phase η n'a pas montré d'influence particulière sur les propriétés mesurées, quelles que soient la taille et la distribution des précipités.

La microstructure de dislocations est le troisième paramètre important à prendre en compte pour établir une microstructure avec les meilleures propriétés mécaniques possibles. En effet les microstructures avec une microstructure de dislocations dense (microstructures traitées avec une gamme de traitements thermiques de type Direct Aging) présentent des propriétés en traction et en fluage meilleures que les microstructures ayant une microstructure de dislocations peu dense (microstructures traitées avec une gamme de traitements thermiques avec un traitement de remise en solution).

9.3 Comportement de l'alliage

L'analyse du comportement en traction du superalliage ATI 718Plus a révélé la sensibilité de l'alliage au phénomène de plasticité localisée de Portevin – Le Chatelier et à l'oxydation à haute température.

En effet l'analyse des courbes de traction a démontré la sensibilité de l'alliage au phénomène de vieillissement dynamique et de plasticité localisée de Portevin – Le Chatelier sur un large domaine de température allant, selon les microstructures, de la température ambiante jusqu'à 700°C. De plus grâce au grand nombre de microstructures testées, plusieurs paramètres microstructuraux favorisant l'apparition de ce phénomène ont été identifiés. Ainsi les essais ont révélé que les microstructures les plus sensibles au phénomène de Portevin – Le Chatelier sont les microstructures à gros grains et les microstructures ayant les microstructures de dislocations les plus denses (microstructures ayant été traitées avec les gammes de traitements thermiques de type Direct Aging).

Par ailleurs, l'expertise des fûts et des faciès de rupture des éprouvettes rompues lors des essais de traction a mis en évidence la sensibilité de l'alliage à l'environnement à 550°C et surtout à 700°C. En effet les éprouvettes rompues à ces températures présentent de nombreuses fissures sur toute la surface de la zone utile de l'éprouvette. Ces fissures ont été initiées par l'oxydation de carbures de Niobium NbC affleurant à la surface. En effet, à haute température ces carbures s'oxydent, ce qui augmente leur volume, et entraîne l'apparition de contraintes à l'origine de l'ouverture des fissures. L'apparition de ces fissures entraîne alors une perte de ductilité de l'alliage. Ce phénomène devra donc être pris en compte, car il peut entraîner une ruine prématurée du matériau.

9.4 Gamme de traitements thermomécaniques retenue

Dans le cadre de l'étude menée, nous avons testé 12 gammes de traitements thermomécaniques différentes. Sur l'ensemble de ces gammes, la gamme qui présente le

meilleur compromis entre les propriétés en traction et les propriétés en fluage est la gamme D_{OPTI} dont les paramètres sont les suivants :

- forgeage à 1040°C en une chaude, suivi d'une trempe à l'air ;
- revenu à 750°C pendant 8 heures, suivi d'une trempe à l'air.

Le forgeage à 1040°C, c'est-à-dire à une température à laquelle toutes les phases sont remises en solution, permet d'obtenir une microstructure brute de forgeage complètement recristallisée et sans précipitation de phase intergranulaire. La gamme de traitements thermiques de type Direct Aging ensuite appliquée permet de développer une précipitation de phase intergranulaire fine et bien distribuée le long des joints de grains. Cette gamme de traitements thermiques permet également de conserver la taille de grain obtenue lors du forgeage.

De plus cette gamme de traitements thermomécaniques permet d'obtenir une microstructure avec une taille de grain relativement grande (9 ASTM - 16 µm) ce qui convient à une application de type carter de moteur comme l'envisagent les partenaires industriels de cette étude. En effet les carters sont des pièces qui sont principalement sollicitées en fluage, pour lesquelles on préfèrera donc une microstructure à gros grains.

9.5 Perspectives

a) Microstructure

L'étude microstructurale a permis d'identifier les phases précipitant dans l'alliage ATI 718Plus cependant il reste encore de nombreux points à étudier. En effet la précipitation complexe de cet alliage nécessite des études supplémentaires afin de déterminer précisément les domaines de précipitation des phases γ'' et éventuellement δ, et afin de comprendre les interactions complexes qui interviennent entre les différentes phases.

b) Propriétés mécaniques

Dans cette étude les propriétés mécaniques en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus ont été caractérisées à température ambiante, à 550°C et à 700°C. Les résultats obtenus ont montré une dégradation des propriétés entre les deux températures les plus chaudes. Cet écart significatif des propriétés montre que des changements s'opèrent au niveau de la microstructure et des mécanismes de déformation de l'alliage entre ces deux températures. Ainsi on a observé que lors des essais de traction à 550°C l'alliage est très sensible au phénomène de Portevin – Le Chatelier et peu sensible à l'environnement (oxydation), alors que lors des essais à 700°C l'effet de l'environnement devient important et le phénomène de Portevin – Le Chevalier a quasiment disparu. Afin de comprendre ces changements, il serait nécessaire de réaliser des essais complémentaires entre 550°C et 700°C.

Il serait également intéressant de mieux définir les bornes du domaine température-vitesse de déformation dans lequel se manifeste le phénomène de Portevin – Le Chatelier et d'en préciser l'origine. En effet notre étude a permis de démontrer la manifestation de ce phénomène à température ambiante dans l'alliage ATI 718Plus, mais nous n'avons pas pu

déterminer quels éléments, diffusant à cette température, causent l'apparition de ce phénomène.

Dans notre étude nous ne nous sommes pas intéressés aux propriétés en fatigue et en propagation de fissure du superalliage ATI 718Plus par manque de temps. Toutefois ces propriétés sont une caractéristique très importante de l'alliage à laquelle il sera crucial d'accorder une étude. En effet la précipitation de la phase η dans l'alliage nous amène a être prudent vis-à-vis des propriétés en fatigue et en propagation de fissure car il a été démontré dans d'autres superalliages à base de Nickel que la précipitation de cette phase peut avoir un effet néfaste sur ces propriétés.

c) Pistes d'amélioration de la gamme de traitements thermomécaniques

Nos travaux ont permis de déduire une gamme de traitements thermomécaniques donnant de bons résultats en termes de propriétés en traction et en fluage, cependant quelques améliorations peuvent y être apportées.

Ainsi, nous avons travaillé avec une seule température de forgeage supersolvus de 1040°C. Cette température est 50°C plus élevée que les températures de solvus des phases γ' et η (environ 980-990°C) ce qui entraîne une croissance de grain assez importante. Il serait donc nécessaire de tester une température de forgeage un peu plus basse aux alentours de 1000-1010°C afin de conserver les atouts d'un forgeage supersolvus (recristallisation complète, pas de précipitation de la phase intergranulaire η dans la microstructure brute de forgeage) tout en limitant la croissance de la taille de grain. De plus à cette température de forgeage, la phase η, qui risque de croître dans les grains, ne précipite pas (sa température de solvus est proche de 980°C), mais par contre, peut-être serait-il possible de faire précipiter la phase δ, dont la température de solvus dans l'Inconel 718 se situe à environ 1030°C, et qui présente les avantages connus dans l'Inconel 718. Il s'agirait ensuite de déterminer avec précision la température d'un traitement de revenu lors duquel on optimiserait la distribution de la précipitation de la phase γ' tout en évitant le développement de la précipitation de la phase η.

Bibliographie

Bibliographie

[Alexandre-2004] F. ALEXANDRE
Aspects probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage Inconel 718.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2004)

[Andrews-1971] K.W. ANDREWS, D.J. DYSON, S.R. KEOWN
Interpretation of electron diffraction patterns (second edition). London, Adam Hilger LTD (1971)

[ASTM E112] Norme ASTM E112 - 12
Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

[ATI Allvac-2010] ATI Allvac
ATI 718Plus Alloy Data Sourcebook version 1.1. (2010)

[Augustins-Lecallier-2011] I. Augustins-Lecallier
Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disque de turbines.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2011)

[Bond-2005] B.J. BOND, R.L. KENNEDY
Evaluation of Allvac 718Plus alloy in the cold worked and heat treated condition.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 203-211 (2005)

[Bouabdallah-2006] K. BOUABDALLAH
Caractérisation de l'effet Portevin-Le Chatelier dans les alliages aluminium magnésium. Apport des techniques d'analyse d'images.
Thèse de Doctorat, Université Ferhat Abbas – Setif Ufas (Algérie) (2006)

[Bouse-1996] G.K. BOUSE
Eta and platelet phases in investment cast superalloys.
In : Superalloys 1996. Ed par R.D. Kissinger et al., p 163-172 (1996)

[Cao-1996] W.D. CAO, R.L. KENNEDY
Phosphorus - Boron interaction in Nickel-base superalloys
In : Superalloys 1996. Ed par R.D. Kissinger et al, p 589-597 (1996)

[Cao-2005a] W.D. CAO
Solidification and solid state phase transformation of Allvac 718Plus alloy.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 165-177 (2005)

[Cao-2005b] W.D CAO, R.L. KENNEDY
Application of Direct Aging to Allvac 718Plus alloy for improved performance.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 213-222 (2005)

[**Cao-2006] W.D. CAO, R.L. KENNEDY**
Recommendations for heat treating Allvac 718Plus alloy parts. (2006)

[Connolley-2003] T. CONNOLLEY, P.A.S. REED, M.J. STARINK
Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel 718.
Materials Science and Engineering A, 340, p 139-154 (2003)

[Coste-2003] S. COSTE
Détermination des lois d'évolution microstructurale de l'alliage 718 lors du matriçage.
Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (2003)

[Cozar-1973] R. COZAR
Étude de la précipitation des phases gamma prime et gamma seconde dans les aciers austénitiques Fe-Ni-(Co)-Ta et des superalliages dérivés de l'Inconel 718.
Thèse de Doctorat, Université de Nancy 1 (1973)

[Del Genovese-2005] D. DEL GENOVESE, P. STRUNZ, D. MUKHERJI, R. GILLES, J. RÖSLER
Microstructural characterization of a Modified 706-Type Ni-Fe Superalloy by Small-Angle Scattering and Electron Microscopy.
Metallurgical and Materials Transactions A, 36A, p 3439-3450 (2005)

[Devaux-2007] A. DEVAUX
Étude de l'influence des traitements thermomécaniques et thermiques sur la microstructure et la tenue en fluage de l'Alliage 718.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2007)

[Ding-2010] R. DING
Grain boundary segregation in Ni-base (718 plus) superalloy.
Materials Science and Technology, 26, p 36-40 (2010)

[Fournier-2001] L. FOURNIER, D. DELAFOSSE, T. MAGNIN
Oxidation induced intergranular cracking and Portevin-Le Chatelier effect in nickel base superalloy 718.
Materials Science and Engineering A, 316, p 166-173 (2001)

[Gao-1996] M. GAO, S. CHEN, D.G. HARLOW, R.P. WEI,
Preferential coarsening of gamma second precipitates in INCONEL 718 during creep.
Metallurgical and Materials Tansactions A, 27 A, p 3391-3398 (1996)

[Garat-2008] Garat V, Cloue J.M., Poquillon D., Andrieu E.
Influence of Portevin - Le Chatelier effect on rupture mode of alloy 718 specimens.
Journal of Nuclear Materials, 375, p 95-101 (2008)

[Girardin-2004] G. GIRARDIN
Interaction Hydrogène - plasticité dans le Nickel et ses alliages.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Université Jean Monnet de Saint-Etienne (2004)

[Grosdidier-1998] T. GROSDIDIER, A. HAZOTTE, A. SIMON
Precipitation and dissolution processes in gamma/gamma prime single crystal nickel-based superalloys.
Materials Science and Engineering A, 256, p 183-196 (1998)

[Hale-2001] C.L. HALE, W.S. ROLLINGS, M.L. WEAVER
Activation energy calculations for discontinuous yielding in Inconel 718SPF.
Materials Science and Engineering A, 300, p 153-164 (2001)

[Hall-1951] E.O. HALL
The deformation and ageing of mild steel : discussion and results.
Proceedings of the Physical Society, 64 (section B), p 747-753 (1951)

[Heo-2009] Y.U. HEO, M. TAKEGUCHI, K. FURUYA, H.C. LEE,
Transformation of D024 eta-Ni3Ti to face-centered cubic austenite during isothermal aging of an Fe-Ni-Ti alloy.
Acta Materiala, 57, p 1176-1187 (2009)

[Hong-2009] H.U. HONG, I. KIM, B.G. CHOI, M.Y. KIM, C.Y. JO
The effect of grain boundary serration on creep resistance in a wrought nickel-based superalloy.
Materials Science and Engineering A, 517, p 125-131 (2009)

[Jackman-1994] L.A. JACKMAN, G.E. MAURER, S. WIDGE
White spots in superalloy.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Various Derivatives. Ed par E.A. Loria, p 153-166 (1994)

[Jousset-2008] H. JOUSSET
Viscoplasticité et microstructures d'un alliage Titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2008)

[Kearsey-2012] R.M. KEARSEY, J. TSANG, S. OPPENHEIMER, E. McDEVITT
Microstructural effects on the mechanical properties of ATI 718Plus Alloy.
Journal of Metals, 64 (n°2), p 241-251 (2012)

[Kitaguchi-2012] H. KITAGUCHI
Chapter 2 : Microstructure-Property relationship in advanced Ni-based superalloys.
Dans *Metallurgy – Advanced in materials and processes*. Ed par Yogiraj Pardhi

[Knowles] K. KNOWLES
Plane stress.
University of Cambridge : www.doitpoms.ac.uk/tlplib/metal-forming-3/plane_stress.php

[Korbel-1981] A. KORBEL, A. DYBIEC
The problem of the negative strain-rate sensitivity of metals under the Portevin-LeChatelier deformation conditions.
Acta Metallurgica, 29, p 89-93 (1981)

[Kubin-1984] L.P. KUBIN, Y. ESTRIN
Low-temperature Plastic Deformation of Metals and the Bifurcation Theory.
Res Mechanica, 10, p 25-38 (1984)

[Liu-2004] X. LIU, S. RANGARARAN, E. BARBERO, K.M. CHANG, W.D. CAO, R. KENNEDY, T. CARNEIRO
Fatigue crack propagation behaviors of new developed Allvac 718Plus superalloy.
In : Superalloys 2004. Ed par K.A. Green et al., p 283-290 (2004)

[Löhnert-2010] K. LÖHNERT, F. PYCZAK
Microstructure evolution in the nickel base superalloy Allvac 718Plus.
In : 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives. Ed par E.A. Ott et al., p 877-891 (2010)

[Long-2004] Z. LONG, X. LIU, W. YANG, K.M. CHANG, E. BARBERO
Thermodynamic assessment of liquid composition change during solidification and its effect on freckle formation in superalloys.
Materials Science and Engineering A, 386, p 254-261 (2004)

[Long-2009] F. LONG, Y.S. YOO, C.Y. JO, S.M. SEO, Y.S. SONG, T. JIN, Z.Q. HU
Formation of eta and sigma phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties.
Materials Science and Engineering A, 527, p 361-369 (2009)

[Maziere-2007] M. MAZIERE
Eclatement des disques de Turbomachines.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2007)

[McCormick-1978] P.G. McCORMICK
Strain rate sensitivity prior to the onset of serrated yielding in a pressurized low carbon steel.
Scripta Metallurgica, 12, p 197-200 (1978)

[McDevitt-2009] E.T McDEVITT., J. BENTLEY
Microstructure and mechanical properties of direct aged 718Plus alloy.
In : 138 TMS annual meeting and exhibition, 1, p 289-296 (2009)

[McDevitt-2010] E. McDEVITT
Effect of temperature and strain during forging on subsequent delta phase precipitation during solution annealing in ATI 718Plus alloy.
In : 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives. Ed par E.A. Ott et al., p 307-319 (2010)

[Paintendre-1986] B. PAINTENDRE
Influence de la composition sur la constitution et les propriétés mécaniques de superalliages base nickel produits par la métallurgie des poudres.
Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1986)

[Petch-1953] N.J. PETCH
The clevage strength of polycrystals.
Journal of Iron and Steel Institute, 174, p 25-28 (1953)

[Pickering-2012] E.J. PICKERING, H. MATHUR, A. BHOWMIK, O.M.D.M. MESSE, J.S. BARNARD, M.C. HARDY, R. KRAKOW, K. LOEHNERT, H.J. STONE, C.M.F. RAE
Grain-boundary precipitation in Allvac 718Plus.
Acta Materialia, 60, 6-7, p 2757-2769 (2012)

[Radavich-2005] J.F. RADAVICH, T. CARNEIRO
A microstructural study of alloy 718Plus.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 329-340 (2005)

[Radis-2010] R. RADIS, G.A. ZICKLER, M. STOCKINGER, C. SOMMITSCH, E. KOZESCHNIK
Numerical simulation of the simultaneous precipitation of delta and gamma prime phases in the Ni-base superalloy ATI Allvac 718Plus.
In : 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives. Ed par E.A. Ott et al., p 569-578 (2010)

[Sims-1987] C.T. SIMS, N. STOLOFF, W.C. HAGEL
Superalloys II : High temperature materials for aerospace and industrial power.
Ed par A Wiley-Interscience Publication, New-York (1987)

[Sommitsch-2008] C. SOMMITSCH, C. STOTTER, H. LEITNER, S. MITSCHE, I. LETOFSKY-PAPST, M. STOCKINGER
Delta-phase characterization of superalloy Allvac 718Plus.
In : TMS 2008 Annual meeting supplemental proceedings, 2, p 63-68 (2008)

[Srinivasan-2012] D. SRINIVASAN, L. UNDERWOOD LAWLESS, E.A. OTT
Experimental determination of TTT diagram for alloy 718Plus.
In : Superalloys 2012. Ed par E.S. Huron et al., p 759-768 (2012)

[Stotter-2008] C. STOTTER, C. SOMMITSCH, J. WAGNER, H. LEITNER, I. LETOSKY-PAPST, G.A. ZICKLER, W. PRANTL, M. STOCKINGER
Characterization of delta-phase in superalloy Allvac 718lus.
International Journal of Material Research, 99 (4), p 376-380 (2008)

[thelibraryofmanufacturing]
http://thelibraryofmanufacturing.com/

[Tomasello-1996] C.M. TOMASELLO, F.S. PETTIT, N. BIRKS, J.L. MALONEY, J.F. RADAVICH
Precipitation behavior in Aerex 350.
In : Superalloys 1996. Ed par R.D. Kissinger et al., p 145-151 (1996)

[Tomihisa-2002] K. TOMIHISA, Y. KANENO, T. TAKASUGI
Phase relation and microstructure in Ni3Al-Ni3Ti-Ni3Nb pseudo-ternary alloy system.
Intermetallics, 10, p 247-254 (2002)

[Unocic-2010] K.A. UNOCIC, R.W. HAYES, M.J. MILLS, G.S. DAEHN
Microstructural features leading to enhanced resistance to grain boundary creep cracking in Allvac 718Plus.
Metallurgical and Materials Tansactions A, 41A, p 409-420 (2010)

[Villars-1997] P. VILLARS
Pearson's Handbook Desk Edition Vol. 2.
ASM International (1997)

[Viskari-2011] L. VISKARI, Y. CAO, M. NORELL, G. SJÖBERG, K. STILLER
Grain boundary microstructure and fatigue crack growth in Allvac 718Plus superalloy.
Materials Science and Engineering A, 528, p 2570-2580 (2011)

[Wan-2010] W.J. WAN, G.W. HAN, B. DENG
Influence of Aging Treatment on Precipitation of eta Phase in Ni-Co-Cr Alloy.
Journal of Iron and Steel Research International, 17 (1), p 64-69 (2010)

[Wang-2011] H. WANG
Comportement mécanique et rupture des aciers au C-Mn en présence de vieillissement dynamique.
Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris

[Wilcox-1964] B.A. WILCOX, G.C. SMITH
The Portevin - Le Chatelier effect in hydrogen charged Nickel.
Acta Metallurgica, 2, april, p 371-376 (1964)

[Withmore-2012] L. WITHMORE, H. LEITNER, E. POVODEN-KARADENIZ, R. RADIS, M. STOCKINGER
Transmission electron microscopy of single and double aged 718Plus superalloy.
Materials Science and Engineering A, 534, p 413-423 (2012)

[**Xie-2005a] X. XIE, G. WANG, J. DONG, C. XU, W.D. CAO, R. KENNEDY**
Structure stability study on a newly developed nickel-base superalloy - Allvac 718Plus.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 179-191 (2005)

[Xie-2005b] X. XIE, C. XU, G. WANG, J. DONG, W.D. CAO, R. KENNEDY
TTT diagram of a newly developed nickel-base superalloy - Allvac 718Plus.
In : Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives 2005. Ed par E.A. Loria, p 193-202 (2005)

[Xu-2011a] Y. XU, C. YANG, X. XIAO, X. CAO, G. JIA, Z. SHEN
Evolution of microstructure and mechanical properties of Ti modified superalloy Nimonic 80A.
Materials Science and Engineering A, 530, p 315-326 (2011)

[Xu-2011b] L. XU, C. CUI, X. SUN
The effects of Co and Ti additions on microstructures and compressive strength of Udimet710.
Materials Science and Engineering A, 528, p 7851-7856 (2011)

[Xu-2012] Y. XU, L. ZHANG, J. LI, X. XIAO, X. CAO, G. JIA, Z. SHEN
Relationship between Ti/Al ratio and stress-rupture properties in nickel-based superalloy.
Materials Science and Engineering A, 544, p 48-53 (2012)

[Zickler-2010] G.A. ZICKLER, R. RADIS, R. SCHNITZER, E. KOZESCHNIK, M. STOCKINGER, H. LEITNER
The precipitation behavior of superalloy ATI Allvac 718Plus.
Advanced Engineering Materials, 12, n°3, p 176-183 (2010)

Annexes

Préparation des échantillons pour la microscopie

- ***Observations au microscope optique et au MEB***

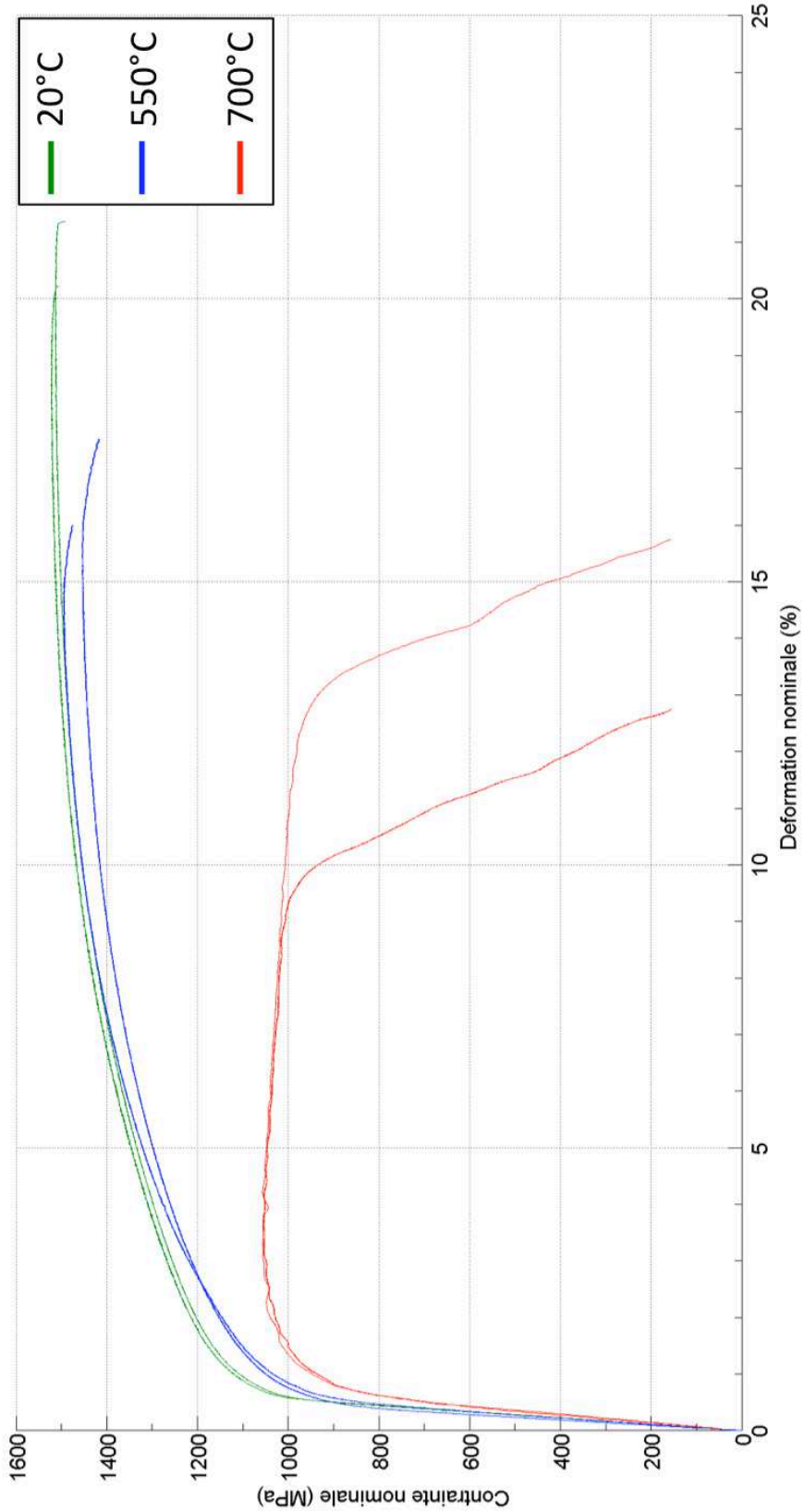
Étapes de polissage	Support	Remarques
I	Papier SiC sous eau Granulométries successives : 400-600-1200	-
II	Feutre sous suspension diamantée Granulométrie 6 µm, 3 µm, 1 µm	Permet une finition miroir

Attaque	Réactif	Remarques
Kalling 2	- 150 mL HCl - 150 mL Ethanol 96% - 6 g $CuCl_2$	L'échantillon est plongé dans le bain d'attaque pendant 3'00''

- ***Observations au MET***

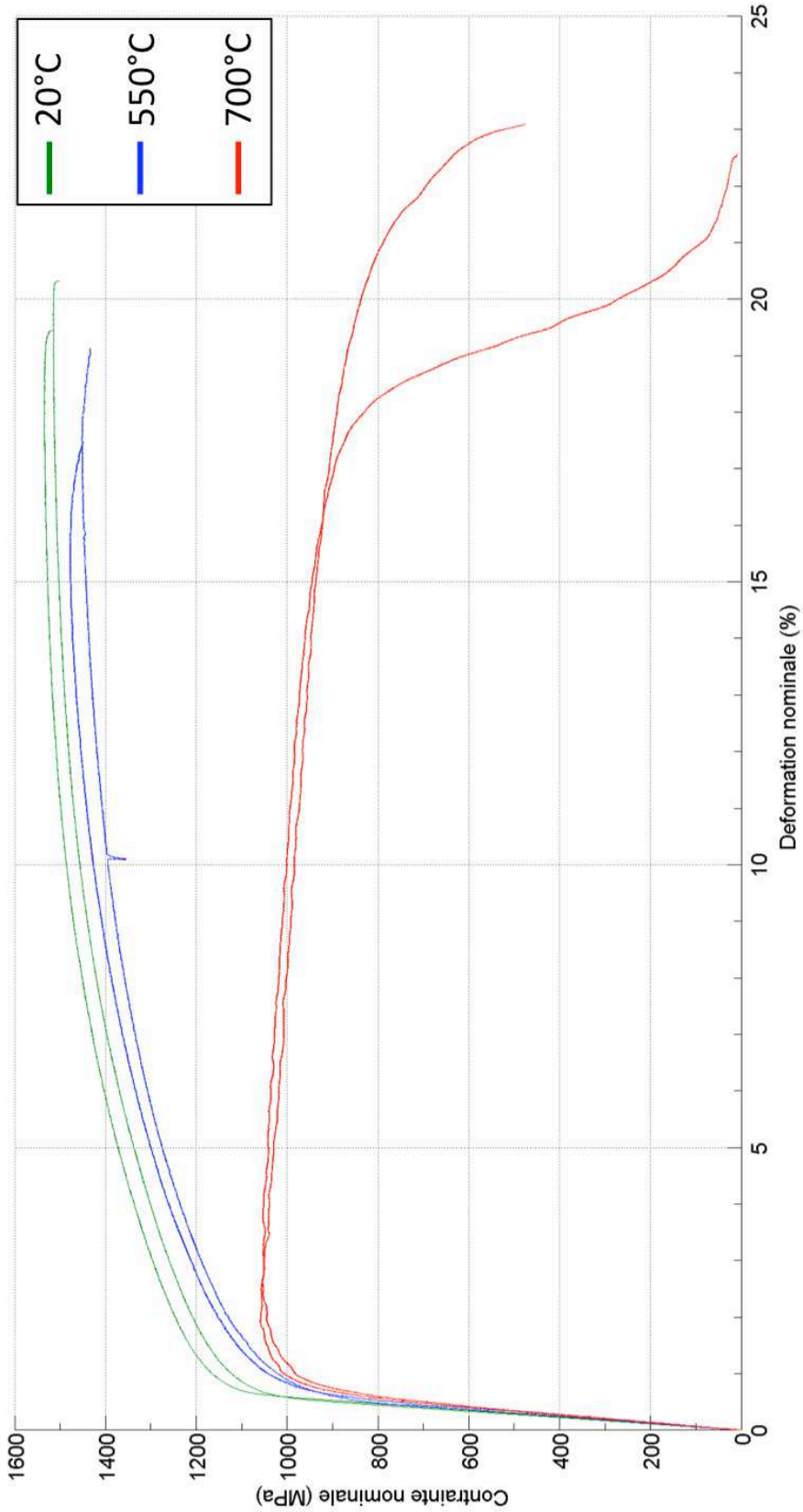
Étapes de polissage	Support	Remarques
I Découpe des disques	Découpe de disques de diamètre 3 mm ayant une épaisseur d'environ 200 µm	-
II Polissage mécanique	Papier SiC 1200 jusqu'à une épaisseur d'environ 120 µm	-
III Polissage électrolytique par double jet	Twin Jet Solution : - 45% 2-butoxyéthanol - 45% acide acétique - 10% acide perchlorique Conditions : - U = 30 V - T = 0°C	-

Courbes de traction A_{ATI}



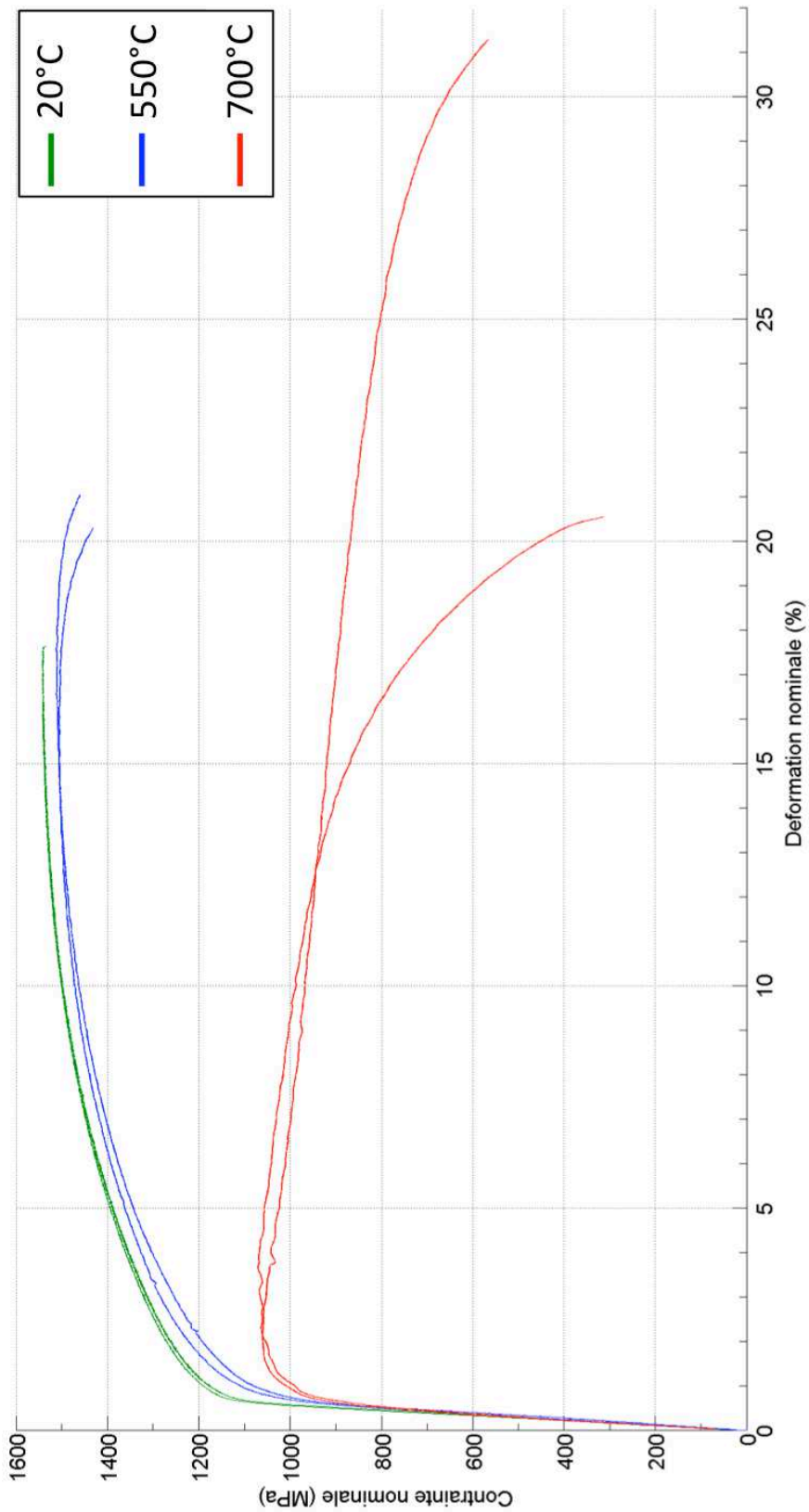
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction B_{ATI}



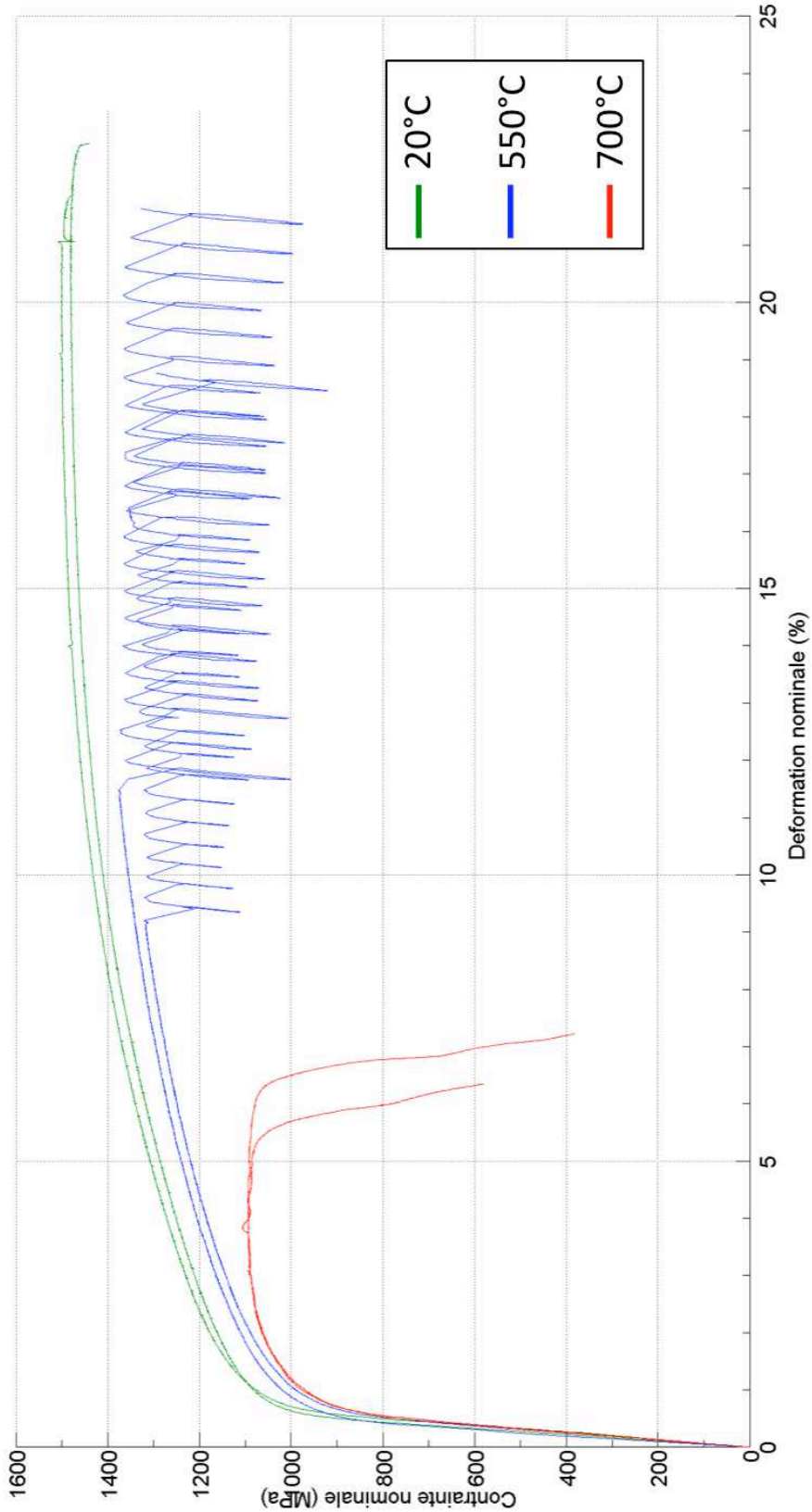
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction C_{ATI}



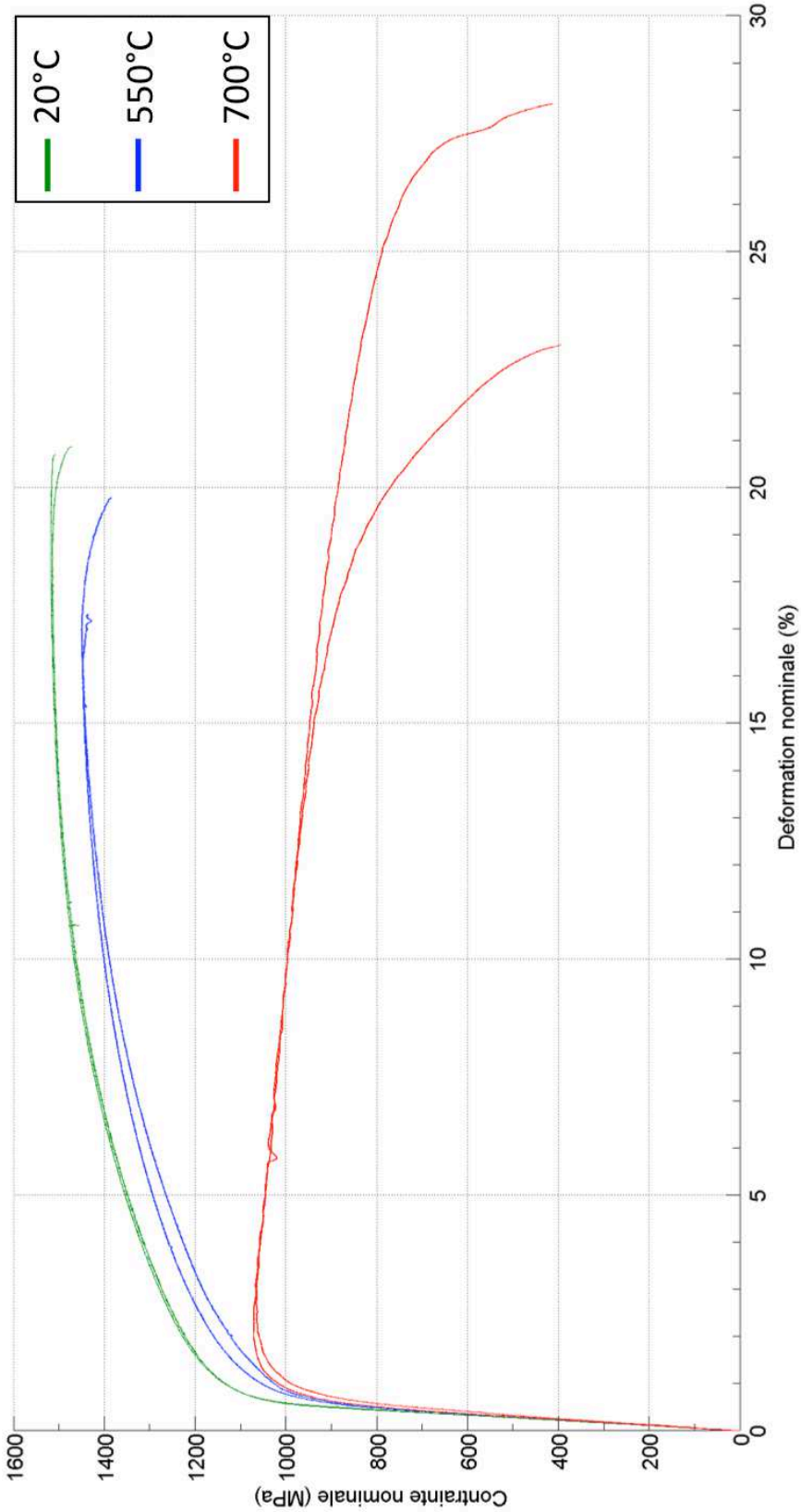
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction D_{ATI}



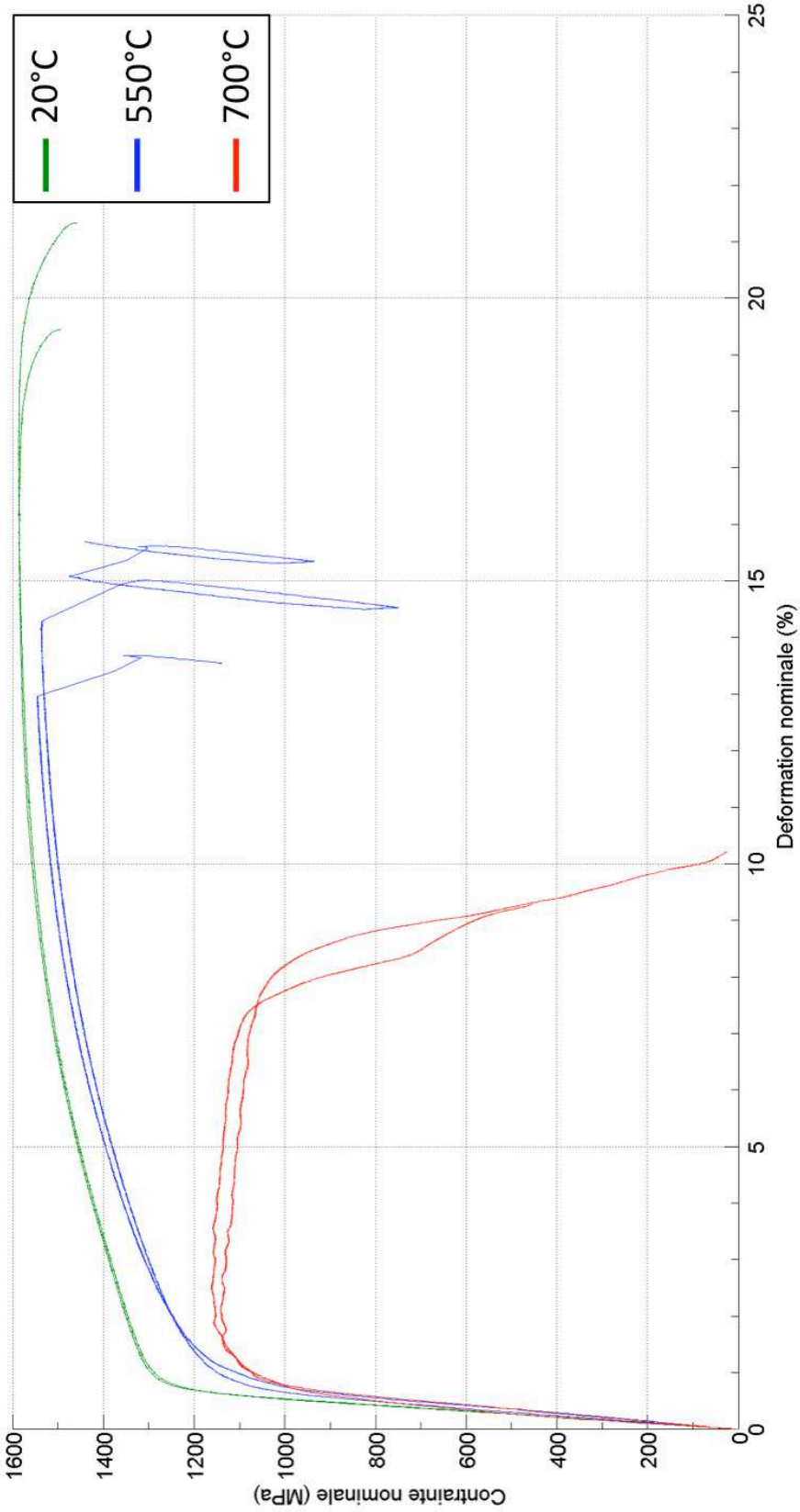
Vdef = $8{,}3.10^{-5}\ s^{-1}$

Courbes de traction E_{ATI}



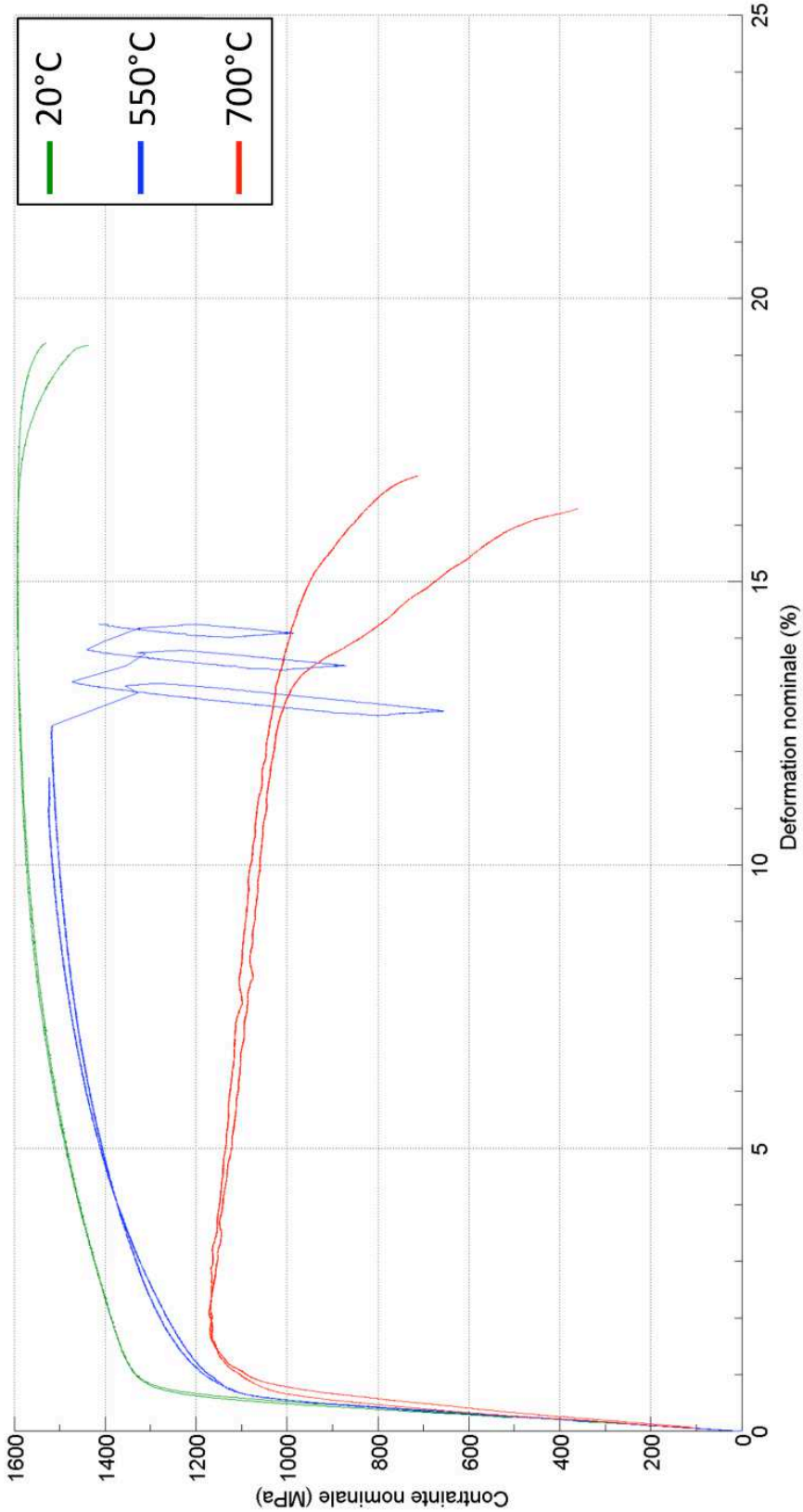
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction F_{ATI}



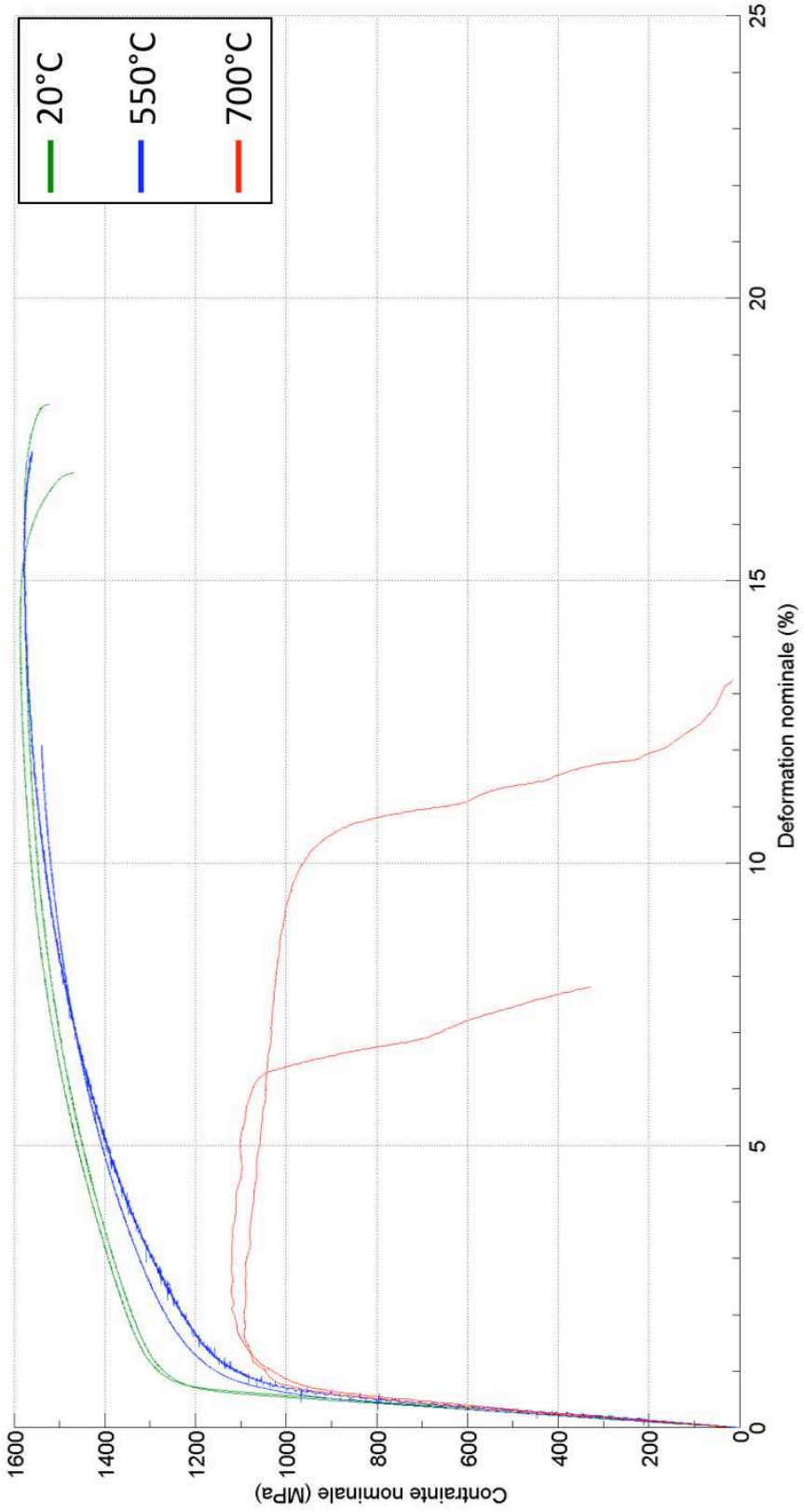
Vdef = $8{,}3.10^{-5}\ s^{-1}$

Courbes de traction G_{ATI}



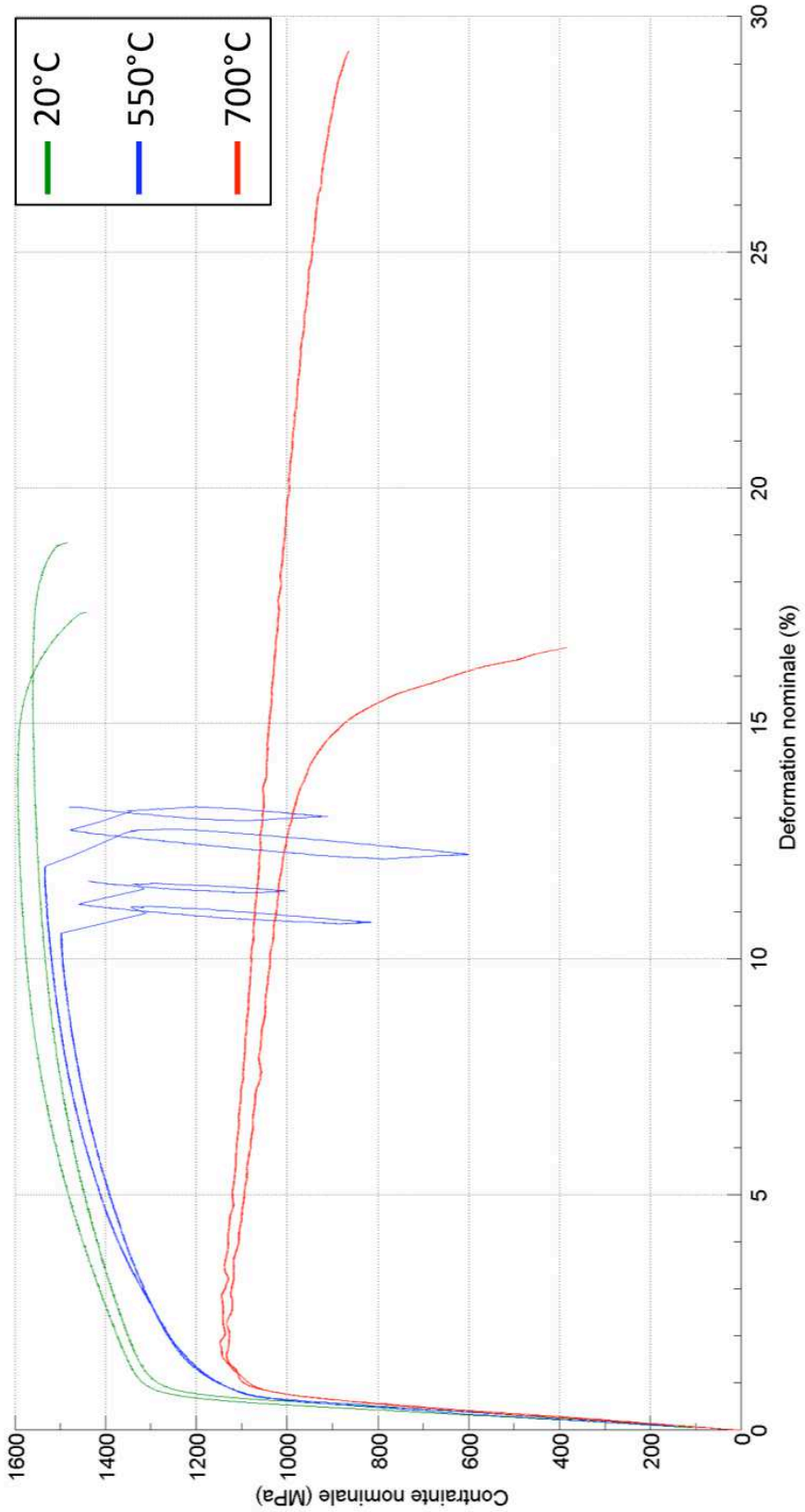
Vdef = $8{,}3.10^{-5}\ s^{-1}$

Courbes de traction H_{ATI}



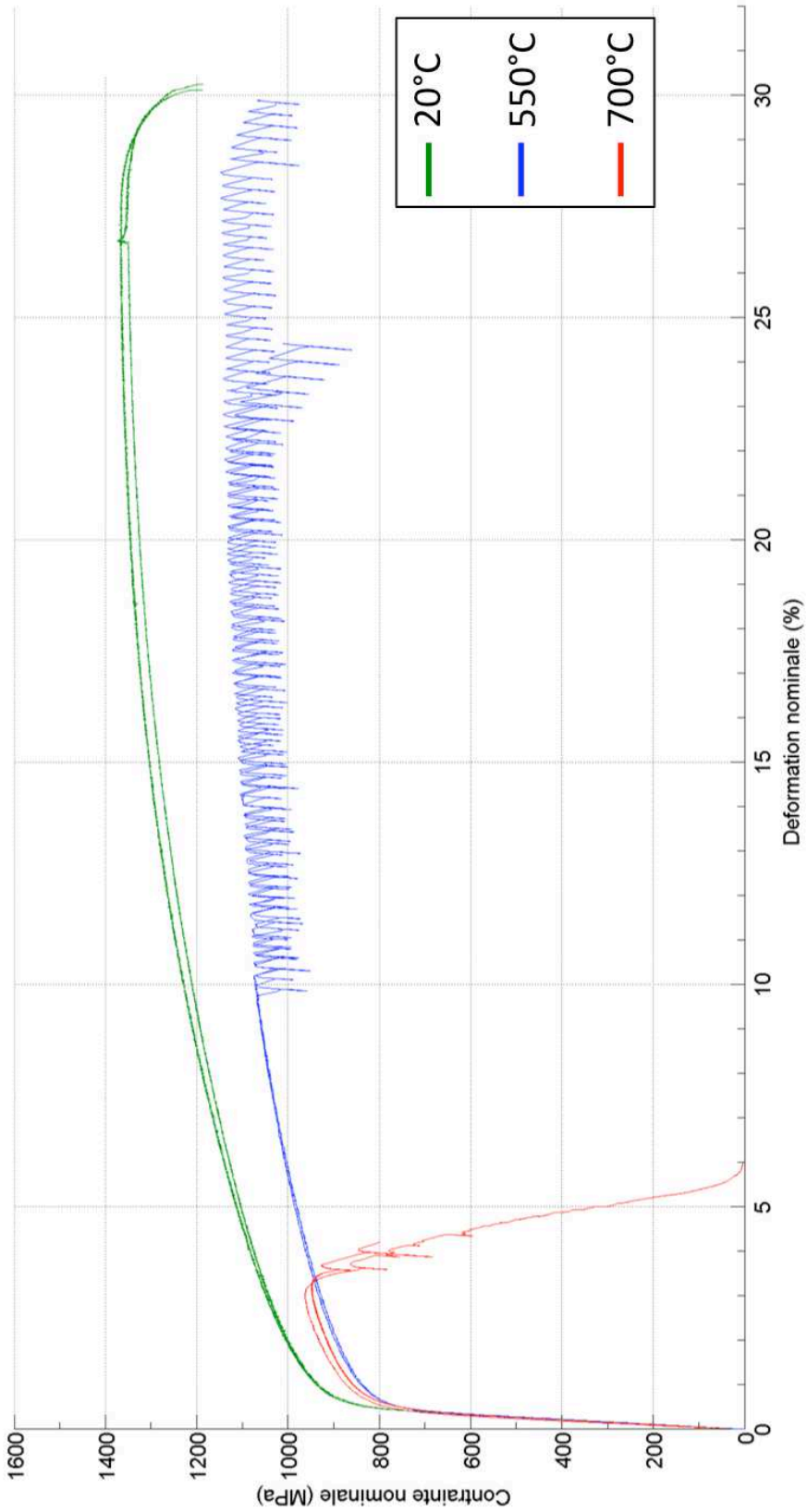
Vdef = $8{,}3.10^{-5}\ s^{-1}$

Courbes de traction I_{ATI}



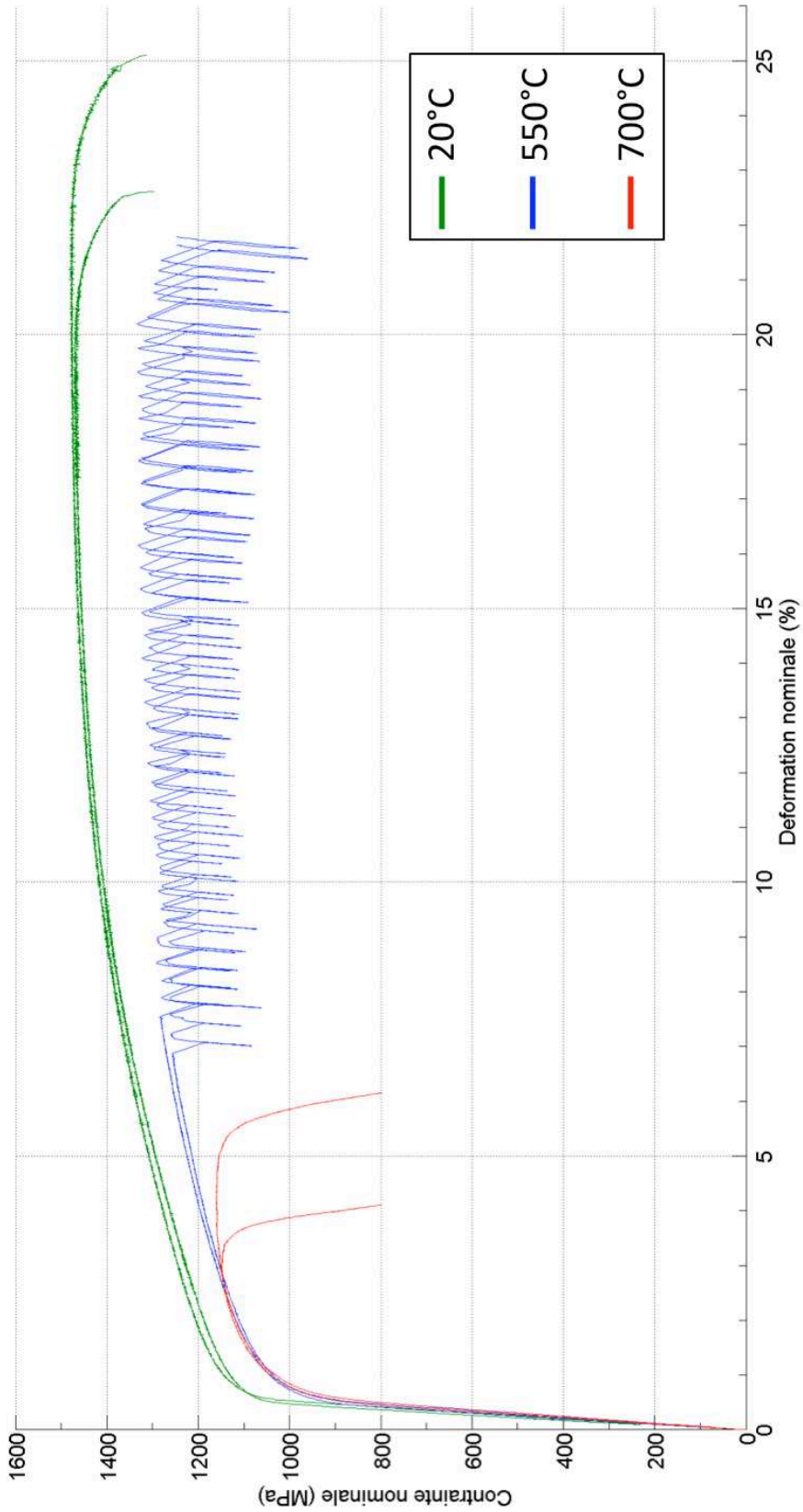
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction A_{OPTI}



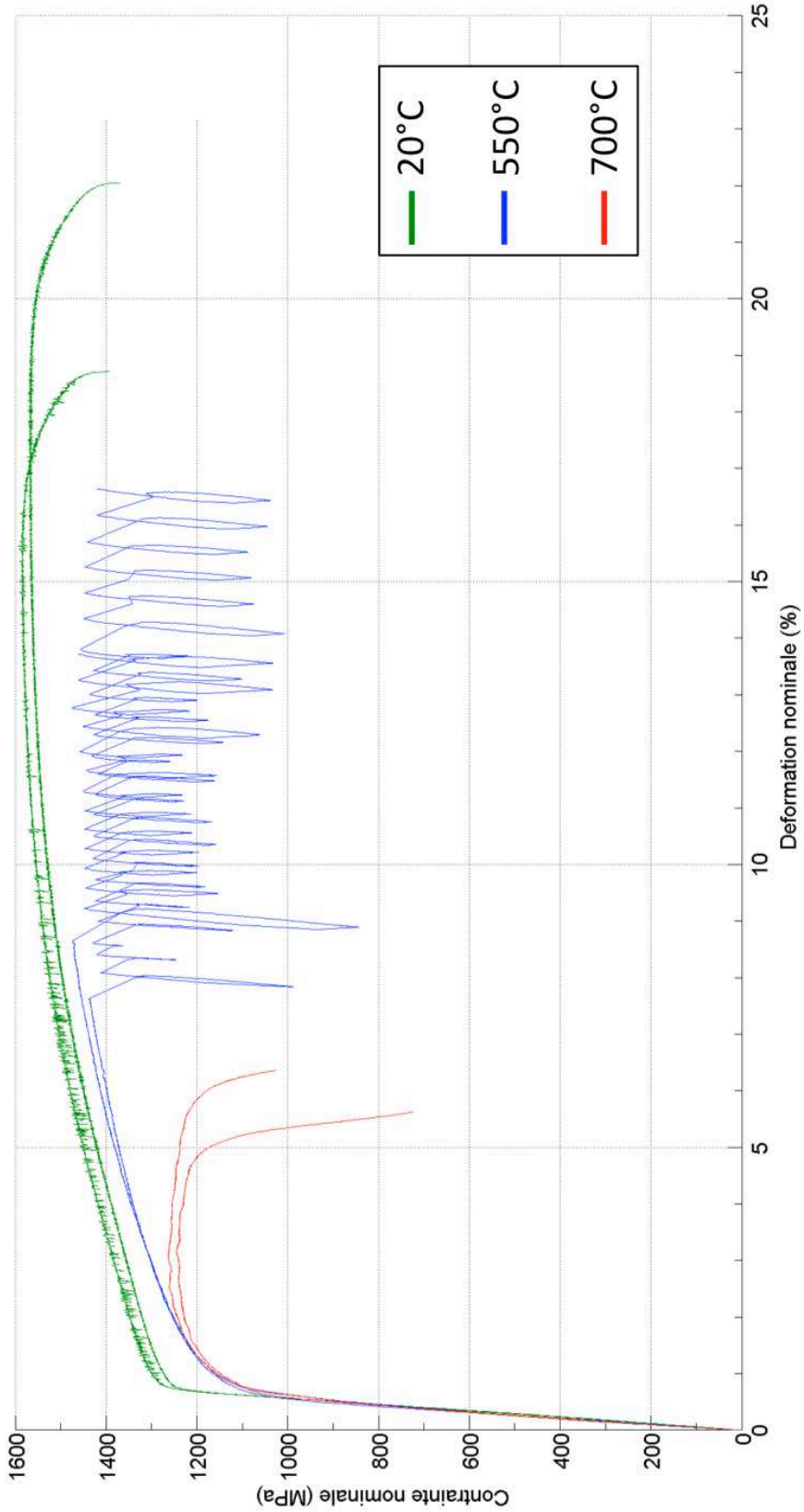
Vdef = $8{,}3.10^{-5}\ s^{-1}$

Courbes de traction D_{OPTI}



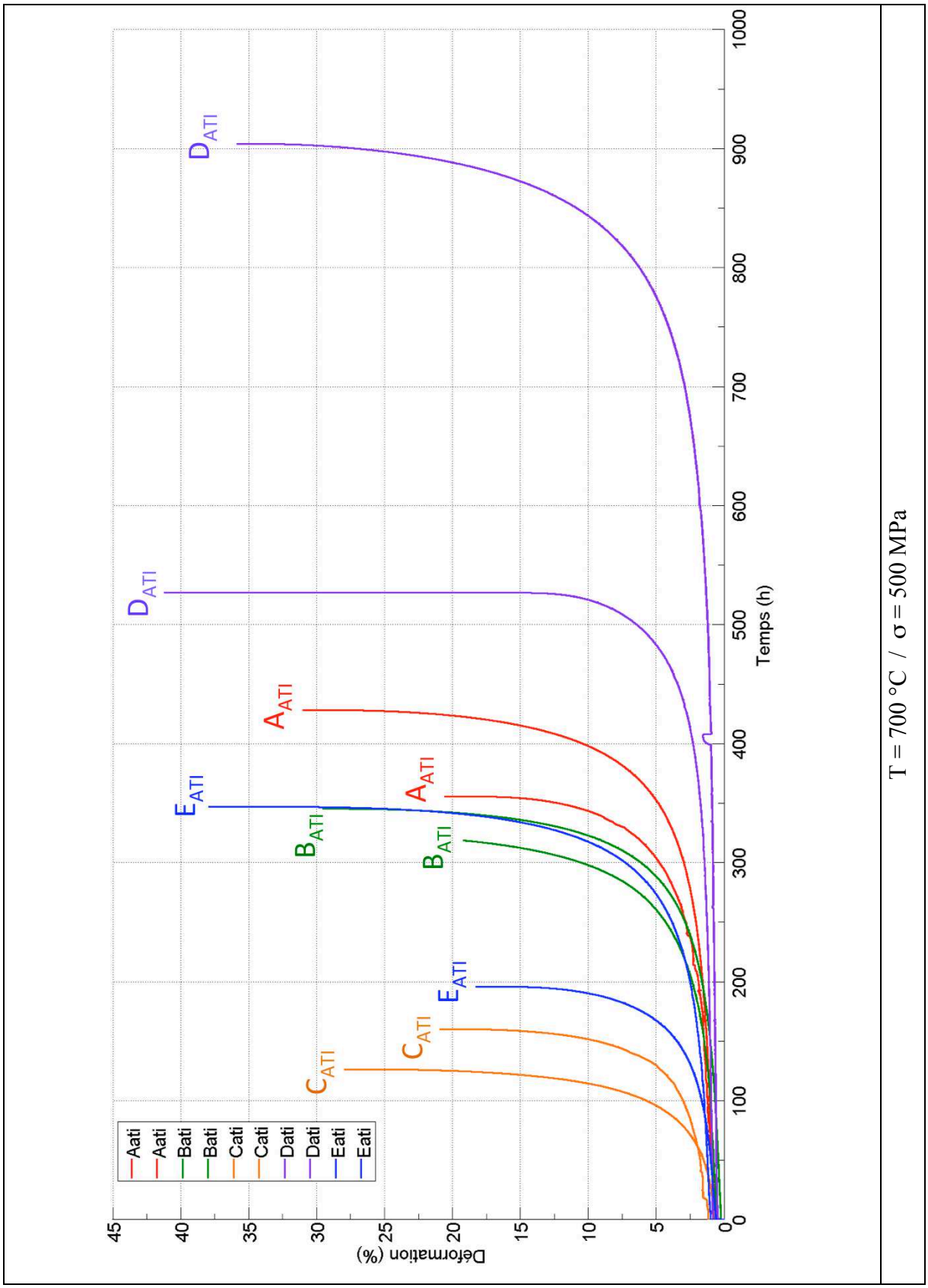
Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de traction F_{OPTI}

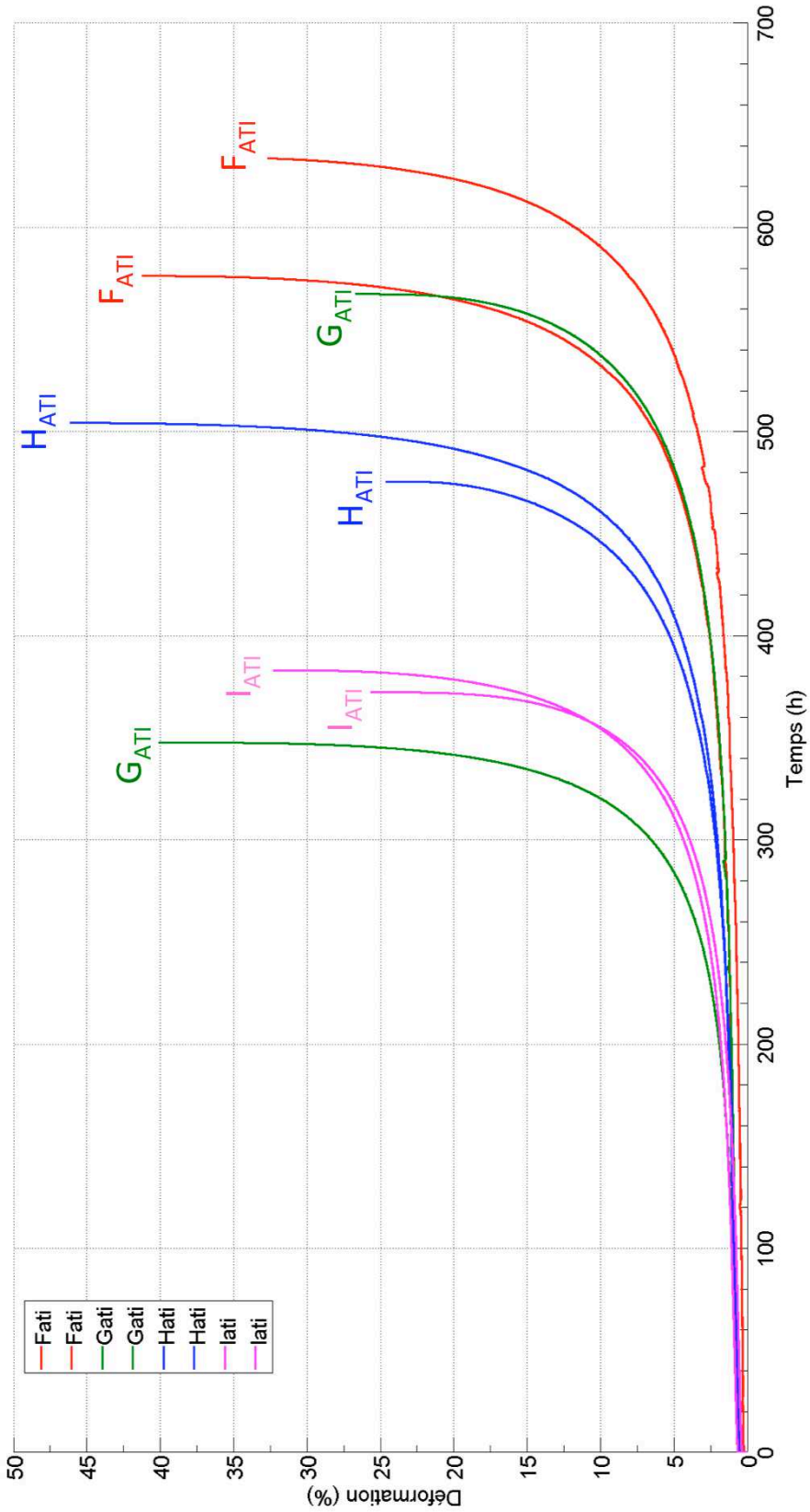


Vdef = $8{,}3.10^{-5}$ s^{-1}

Courbes de fluage A_{ATI} - B_{ATI} - C_{ATI} - D_{ATI} - E_{ATI}

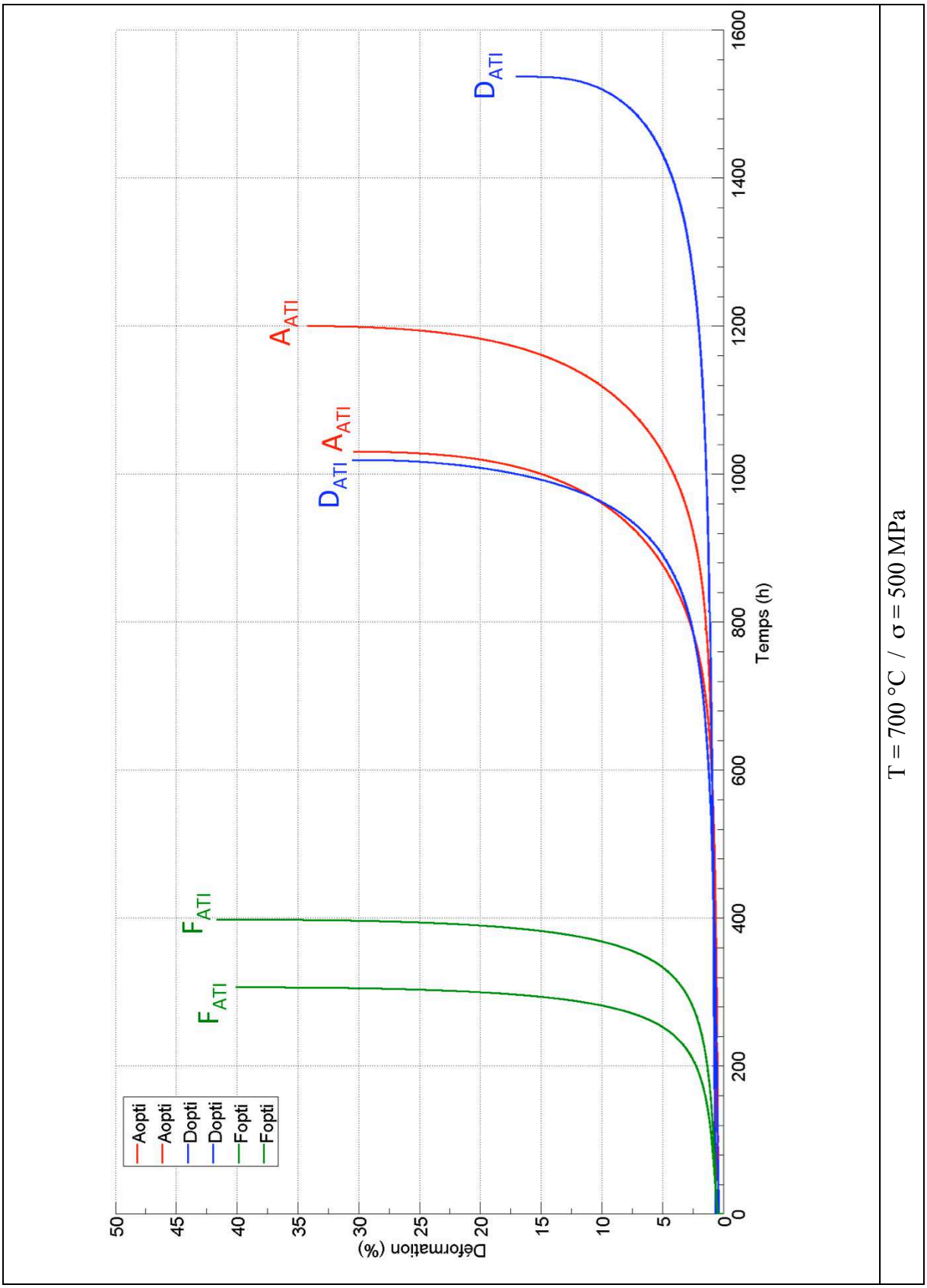


Courbes de fluage F_{ATI} - G_{ATI} - H_{ATI} - I_{ATI}



T = 700 °C / σ = 500 MPa

Courbes de fluage A_{OPTI} - D_{OPTI} - F_{OPTI}



Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus

RESUME : Les superalliages à base de nickel sont très utilisés pour la réalisation des parties chaudes des turbomoteurs aéronautiques. Ainsi le superalliage Inconel 718 est utilisé pour la fabrication de pièces telles que les disques de turbines. Ce superalliage est fortement utilisé car il associe de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 650°C à un coût raisonnable. Au début des années 2000, ATI Allvac a développé un nouveau superalliage à base de nickel dans le but de concurrencer l'Inconel 718. Ce nouvel alliage, nommé ATI 718Plus, promet des propriétés mécaniques supérieures que celles de l'Inconel 718 pour une utilisation pouvant aller jusqu'à 700°C. Pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 700°C, la composition chimique de l'alliage ATI 718Plus a été établi par ATI Allvac, de façon à obtenir la phase intragranulaire γ' comme phase durcissante, et la phase intergranulaire δ comme dans l'Inconel 718. L'objectif de l'étude a été dans un premier temps de comprendre la microstructure de l'alliage. Pour cela des analyses en MEB et en MET ont été menées sur un grand nombre d'échantillons, traités à diverses températures et pour divers temps, de façon à identifier la nature cristallographique et chimique et la cinétique de précipitation des phases présentes dans l'alliage. Dans un second temps l'étude a consisté à caractériser la microstructure et les propriétés mécaniques en traction et en fluage de l'alliage ATI 718Plus traité selon neuf gammes de traitements thermomécaniques différentes. Ensuite l'étude a permis de tester trois gammes de traitements thermomécaniques dont nous avons défini les paramètres grâce aux résultats précédents de manière à optimiser la microstructure dans l'objectif d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage. Les essais de traction réalisés sur une grande varieté de microstructures et pour différentes températures ont également permis de caractériser la sensibilité de l'alliage ATI 718Plus au phénomène de Portevin - Le Chatelier.

Mots clés : Superalliage base Nickel, Microstructure, Propriétés mécaniques, Traitements thermique, Gamme de forgeage.

Metallurgical optimization of the Nickel-base superalloy 718Plus

ABSTRACT : Nickel base superalloys are used to manufacture many high temperature parts of aeronautical turboengines like turbine disks. The Inconel 718 superalloy is commonly used because it associates good mechanical properties until 650°C with a moderate cost. In the beginning of the 2000's, ATI Allvac has developed a new nickel base superalloy to compete with the Inconel 718. This new superalloy, called ATI 718Plus, promises better mechanical properties than those of Inconel 718 for a use up to 700°C. To obtain such good mechanical properties, the chemical composition of the alloy ATI 718Plus has been designed by ATI Allvac to obtain the γ' intragranular phase as the strengthening phase, and the δ intergranular phase like in the Inconel 718. The objective of the study is first to understand the microstructure of the alloy. For that reason, SEM and TEM analyses were performed on a large number of samples, treated at various temperatures and for different times, to identify the crystallographic and chemical nature and the precipitation kinetic of the phases present in the alloy. In a second time, the study has consisted in characterizing the microstructure and the mechanical properties of the alloy ATI 718Plus, forged according to nine different thermomechanical treatments. Then, the study has permitted to test three thermomechanical treatments, wich parameters we have determined according to the previous results, to optimize the microstructure in order to improve alloy mechanical properties. Strength tests performed on various microstructures and several temperatures also permitted to characterize the alloy ATI 718Plus sensitivity to Portevin-Le Chatelier effect.

Keywords : Superalloy, Nickel base, Microstructure, Mechanical properties, Heat treatment, Forging parameters.

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY