

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQU  
UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1



FACULTE DE TECHNOLOGIE

DOMAINE : SCIENCE TECNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

OPTION : Ingénierie des Matériaux et des Surfaces(IMS)

**Mémoire présenté pour l'obtention Du diplôme de Master  
Académique**

**Présenté Par :**

**-Taberkokt Youcef**

**-Neddjar Fatima**

**Encadrant :**

**Mme N.BOUDINA**

**Etude du comportement mécanique et microstructurale  
de l'inconel 625**

**Soutenu devant le jury composé de :**

**Dr A.Haddad**

**Dr K.Tahar Chaouch**

**Soutenu le : 28- 11-2021**

**Année universitaire : 2020/2021**

## **Résumé:**

L'utilisation de plus en plus sévère d'organes ou de pièces mécaniques soumises à des sollicitations thermiques, mécaniques ou thermomécaniques, a conduit au développement d'une gamme assez large d'alliages réfractaires depuis plusieurs décennies. La course vers une meilleure performance dans le domaine du transport ou de l'énergie a induit un développement et une amélioration continue d'alliages métalliques de plus en plus spécifiques (superalliage ou alliage à haute performance). Ces alliages ont un double avantage : d'une part, résister à l'oxydation, à l'air libre ou en présence de gaz et d'autre part, de garder un niveau de résistance suffisant sous des sollicitations élevées, une excellente résistance mécanique et une bonne résistance au fluage à haute température. Dans l'industrie pétrolière et gazière, l'alliage 625 est probablement le plus largement utilisé en mer pour les canalisations en amont, où les principales caractéristiques du matériau sont sa résistance et sa résistance à la corrosion.

Tout ce travail est présenté en trois chapitres, une conclusion finale et enfin une liste de références bibliographiques. Ce mémoire a pour objectifs de présenter les superalliages plus précisément l'inconel 625, en mettant en évidence, leur spécificités de compositions, leurs techniques d'élaboration, des transformations de phases lors des traitements thermiques et les propriétés qui en découlent.

# SOMMAIRE

## Résumé

### Chapitre I : Généralités sur Les superalliages

Introduction .....	8
I. Généralités sur les superalliages.....	8
I.1. Historique du superalliage.....	8
I.1.1. Superalliages dans les moteurs d'avions.....	9
I.2. Définition .....	9
I.3. Les alliages à base de nickel.....	9
I.3.1. Les différents types des superalliages à base de nickel.....	9
I.3.1.1. Les alliages Nickel-Chrome.....	9
I.3.1.2. Les alliages Nickel/Chrome-Molybdène/Fer.....	9
I.3.1.3. Les alliages Nickel-Fer-Chrome.....	9
I.3.2. Les alliages à base de fer.....	10
I.3.3. Les alliages à base de cobalt .....	10
I.4. Composition chimique des superalliages.....	10
I.5. Caractéristiques général des superalliages:.....	11
I.5.1 Caractéristiques mécaniques.....	11
I.5.2. Protection contre la corrosion :.....	12
I.6. Les superalliages de nickel.....	13
I.6.1. Matrice $\gamma$ .....	15
I.6.2. Précipités durcissant.....	15
I.6.2.1. Phase $\gamma'$ -Ni <sub>3</sub> (Al,Ti,Nb).....	15
I.6.2.2. Rôle et importance de la phase $\gamma'$ .....	17
I.6.3. Phases fragiles topo logiquement compactes, ou TCP.....	19
I.7. INCONEL 625.....	20
I.7.1. Propriétés physique .....	27
I.7.2. Propriétés mécanique .....	28
I.7.3. Applications .....	28
I.8. Essai de dureté Vickers HV.....	29
I.8.1. Principe.....	29

## Chapitre II : Les Traitements thermiques

II. Traitement thermique.....	32
II.1. Définitions et procédés des traitements thermiques.....	33
II.2. Le but des traitements thermiques.....	34
II.3. Les différents types de traitements thermiques.....	34
II.3.1 Traitement thermique de recuit.....	34
II.3.2. Traitement thermique de remise en solution.....	35
II.3.2.1. La trempe dans la masse.....	36
II.3.2.2. La trempe superficielle.....	36
II.3.3. Revenu.....	36
II.4. Les traitement thermique des superalliages.....	37

## Chapitre III : Matériau et méthodes expérimentales

III.1. Matériau étudié.....	39
III.1.1. Découpe et repérage des échantillons.....	39
III.1.2.Composition chimique de l'alliage.....	40
III.1.3.Traitement thermique.....	41
III.1.4.Les cycles thermiques appliqués.....	41
III.2. Méthodes expérimentales.....	43
III.2.1 Préparation.....	44
III.2.1 Manipulation et enrobage.....	44
III.2.1.2 Le polissage.....	44
III.2.1.3 Préparation des échantillons.....	45
III.2.2 Procédure d'attaque pour métallographie optique.....	46
III.2.3 Microscopie optique.....	48
III.2.3.1 Les micrographies optiques obtenues .....	50
III.3. Utilisation de « Image J » .....	54
III.4. Condition de l'essai de dureté Vickers.....	56
III.5. Les résultats .....	58
III.5.1. Les résultats de la dureté .....	58
III.5.2Le microscope électronique à balayage (MEB).....	60
III.5.3Les micrographies obtenues sur le MEB.....	62
III.6. l'Essai de Traction .....	65
Conclusion générale.....	71
Références bibliographiques.....	72

# REMERCIEMENT

NOUS VOUDRONS AVANT D'ENTAMER LA PRÉSENTATION DE CE  
MÉMOIRE REMERCIER ALLAH TOUT PUISSANT DE M'AVOIR DONNÉ LA  
VOLONTÉ ET LA PATIENCE D'ÉTABLIR CE TRAVAIL.

NOUS TENONS À REMERCIER VIVEMENT NOTRE ENCADRANT MADAME  
BOUDINA QUI A DIRIGÉ L'ENSEMBLE DE NOTRE TRAVAIL.

NOUS TENONS ÉGALEMENT À REMERCIER LES MEMBRES DU JURY QUI  
ONT ACCEPTÉ D'ÉVALUER CE MODESTE TRAVAIL.

SANS OUBLIER TOUS LES ENSEIGNANTS AYANT CONTRIBUÉ À NOTRE  
FORMATION DE L'ÉCOLE PRIMAIRE JUSQU'À LA DERNIÈRE ANNÉE  
D'ÉTUDES.

ENFIN, NOUS VOUDRONS ADRESSER NOS VIFS REMERCIEMENTS À TOUS  
CEUX ET CELLES, DE PRÈS OU DE LOIN, QUI M'ONT AIDÉ À ÉLABORER  
CE MÉMOIRE.

## DÉDICACES

JE TIENS À DÉDIER CE MODESTE MÉMOIRE

À MA CHÈRE MÈRE, ET MON CHER PÈRE

À MES SŒURS ET MES FRÈRES

SANS OUBLIER TOUS LES AMIS

# **Chapitre I**

## **Généralités sur les**

### **Superalliages**

## Généralités sur Les superalliages

### **INTRODUCTION :**

Un superalliage ou alliage à haute performance est un alliage métallique présentant Une excellente résistance mécanique et une bonne résistance au fluage à haute température (Typiquement 0,7 à 0,8 fois sa température de fusion), une bonne stabilité surfacique ainsi Qu'une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Les superalliages présentent Typiquement une structure cristalline cubique à faces centrées de type austénitique. Les Éléments d'alliages à la base d'un superalliage sont le plus souvent le nickel, le cobalt et le Fer, mais aussi le titane et l'aluminium.

Le développement des superalliages s'est appuyé à la fois sur des innovations dans Les domaines de la chimie et des processus de fabrication, réalisées dans les domaines de L'aérospatial et de l'énergie.

### **I. Généralités sur les superalliages**

#### **I.1. Historique du superalliage :**

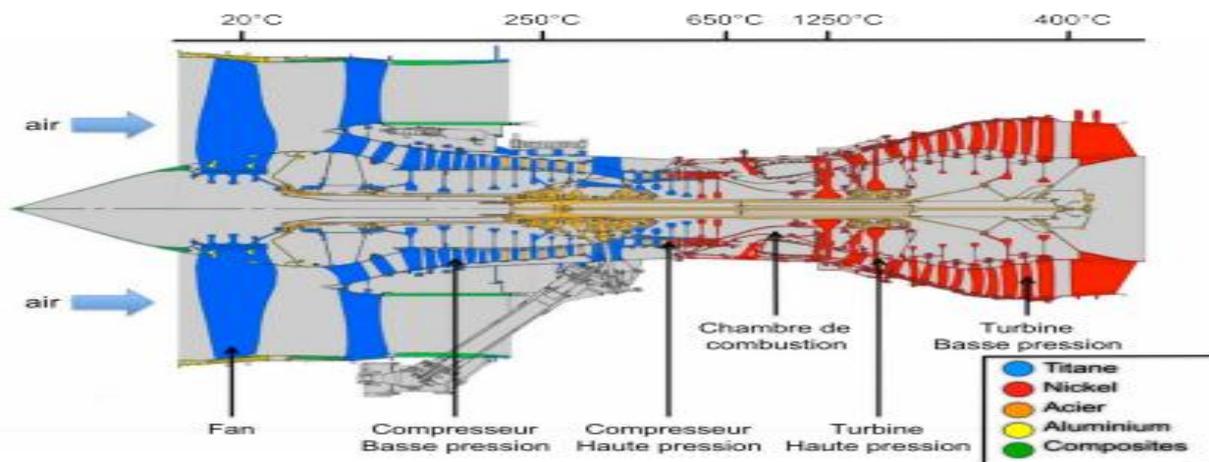
Les premiers superalliages apparaissent au cours des années 1920 à partir de l'alliage 80Ni-20Cr utilisé depuis le début du siècle pour les ailettes de turbines à vapeur (brevet anglais de a March en 1906) en raison de sa bonne résistance à la corrosion. P.Merica (USA) ajoute de l'aluminium à un alliage Ni-Cu et observe un fort durcissement après traitement thermique :

Le 1er brevet « Superalliage » le 26 juin 1923 (US 1 572 744) avec addition de 5% Al dans Ni-Cu (alliage « Monel K500) Travaux de N Pilling (UK) et P Chévenard en France (alors aux aciéries d'Imphy) puis P et N Mérica aux USA qui ajoutent l'Al dans le Ni80Cr20 et observe un fort durcissement à chaud. Le durcissement par  $\gamma'$  est caractérisé dans les années 30 mais ne sera réellement identifié qu'en 1951 par Taylor et Floyd en MET En France et dépôt d'un brevet par la SA Commentry (P Chévenard) en UK en 1929 (UK 371 344) sur NiCrAl [1].

#### **I.1.1. Superalliages dans les moteurs d'avions :**

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 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

## Généralités sur Les superalliages



**Figure I.1 :** Types d'alliages employés dans la fabrication des turboréacteurs.[1]

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 I.1**). [1]

### I.2. Définition de « Superalliages » :

Nom générique d'alliages complexes, à base de nickel (ou de cobalt), présentant une excellente résistance à la corrosion sèche à haute température et de très bonnes propriétés mécaniques (limite élastique élevée, résistance au fluage). C'est un alliage métallique dont les propriétés mécaniques augmentent avec la température (jusqu'à 0,7 à 0,8 fois sa température de fusion). On ajoute aussi des additifs au(x) constituant(s) principal (aux) : **Cr** et/ou **Mo** et/ou **W** et/ou **Al** et/ou **Ta** et/ou **Ti** et/ou **V**.

Trois types de superalliages sont utilisés pour les parties chaudes des moteurs. Il s'agit :

- des alliages fer-nickel-chrome
- des alliages à base de nickel
- des alliages à base de cobalt.

L'ensemble de ces matériaux est regroupé sous la nomenclature "superalliages"

La résistance mécanique élevée de ces matériaux s'explique par la combinaison d'éléments différents dont la base est du nickel ou du cobalt. Trois phénomènes sont tout particulièrement influents :

- la matrice se raidit par addition d'éléments tels que le molybdène, le tungstène, le cobalt ou encore le niobium.

## Généralités sur Les superalliages

- la présence d'une phase intermétallique finement précipitée nommée  $\gamma'$  assure la solidité aux joints de grains.

- de même, les carbures MC, M<sub>6</sub>C, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ... évitent le glissement des grains [2]

### **I.3. Les alliages à base de nickel :**

Ils sont les plus utilisés. Ils constituent actuellement plus de 50 % du poids des moteurs d'avions les plus récents. Cette proportion est appelée à augmenter à l'avenir [1].

#### **I.3.1. Les différents types des superalliages à base de nickel :**

##### **I.3.1.1. Les alliages Nickel-Chrome ou « Inconel » :**

Les « inconels » présentent une forte teneur en nickel et en chrome, leur conférant une résistance aux milieux oxydants et réducteurs. Ils sont adaptés aux milieux corrosifs à température élevée. Certains alliages présentent d'exceptionnelles tenues à la fatigue. Les alliages Nickel-Cuivre ou « Monel » Les « monels » présentent une teneur en cuivre autour de 30 %. Ces alliages présentent une haute résistance mécanique, une bonne soudabilité et une excellente tenue à la corrosion dans une vaste gamme de températures et de conditions d'environnement.[3]

##### **I.3.1.2. Les alliages Nickel/Chrome-Molybdène/Fer ou « Hastelloy » :**

Les « hastelloys » sont spécialement résistants aux milieux corrosifs aussi bien oxydants que réducteurs. Leur polyvalence et leur tenue à la fatigue en font des alliages utilisés en chimie fine. Certains sont utilisés en incinération d'ordures ménagères [3].

##### **I.3.1.3. Les alliages Nickel-Fer-Chrome ou « Incoloy » :**

Le nom de marque déposée, Incoloy, est appliqué en tant que nom de préfixe à plusieurs alliages métalliques, à haute résistance à la corrosion et fortement résistant aux températures élevées, produit par des Corporation Spéciale en Métaux. Ces alliages Incoloy sont des alliages à base de nickel qui révèle des caractères qui incluent une bonne résistance à la corrosion dans des milieux aqueux, l'excellente force et résistance à l'oxydation dans des milieux à haute température, le fluage de bonne résistance à la rupture, et la facilité de fabrication [3].

## Généralités sur Les superalliages

### **I.3.2. Les alliages à base de fer :**

Ont été développés à partir des aciers inoxydables austénitiques. Certains offrent des coefficients de dilatation thermique très faibles (tels que Inconel 909) qui les rendent particulièrement adaptés pour les arbres, les bagues et les carters. En revanche, leurs propriétés de résistance à chaud sont les plus mauvaises des 3 groupes [1].

### **I.3.3. Les alliages à base de cobalt :**

Ont une meilleure résistance à la corrosion à haute température que les alliages à base de nickel. Ils sont plus coûteux et plus difficiles à usiner en raison de leur résistance à l'usure. Dans les turbines, ils sont utilisés uniquement dans les parties chaudes, notamment pour les chambres de combustion [1]. Ils trouvent leur principale application dans les prothèses chirurgicales, où leur résistance intrinsèque à la corrosion fait merveille

### **I.4. Composition chimique des superalliages :**

Il faut régler finement la composition chimique pour bien obtenir deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ . Cela est d'autant plus difficile car le moindre ajout d'additif fait varier le taux des différentes phases ; Et connaître précisément la répartition des additifs entre les deux phases. Il existe, à ce jour, plus d'une centaine de compositions différentes de superalliages. Il s'agit essentiellement des alliages à base de nickel ou de cobalt utilisés principalement pour des pièces de turbines, prothèses médicales et implants ou pour outillages spéciaux [1].

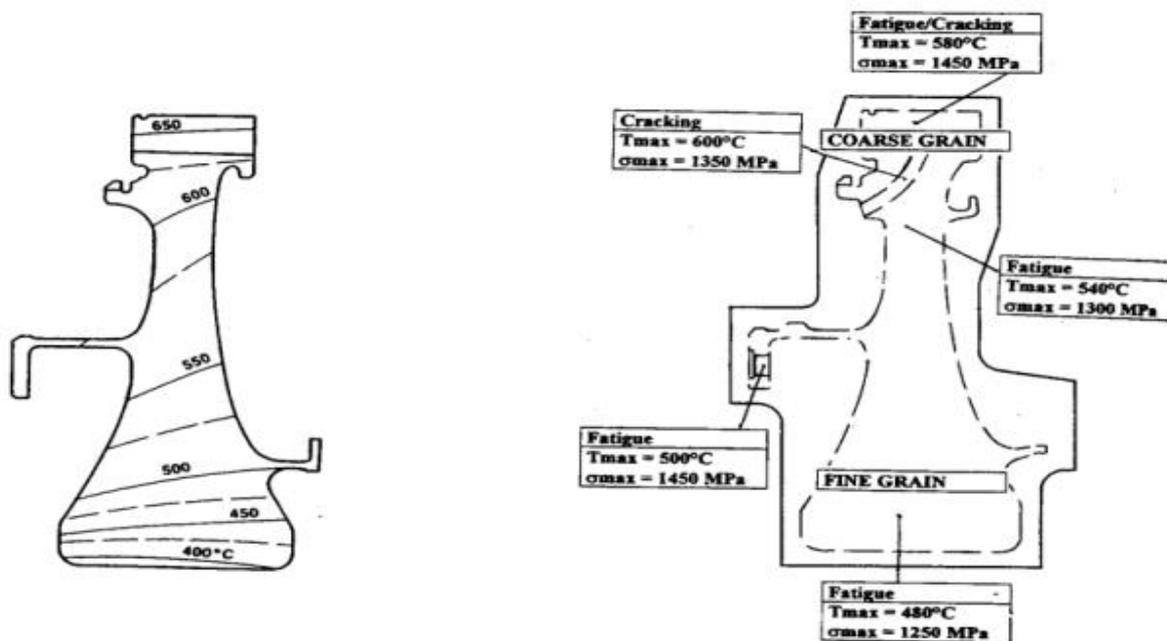
	Type	Fe	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	Ta
Base fer	A286	55	15	26		1,2			1,9	0,3	
Base nickel	N18		11,5	57	11,5	6,5	4,7		4,3	4,3	
Base nickel	CMX X2		8	66	4,6	0,6	7,9		0,9	5,6	5,8
Base cobalt	S816	4	20	20	44	4	4	4			
Base cobalt	Alcarite XSH	<3	20	10	52		15				

**Tableau I.1** Exemples de compositions: % en masse [1].

## Généralités sur Les superalliages

### I.5. Caractéristiques généraux des superalliages:

Deux familles de superalliages sont employées : les « base nickel » et les « base cobalt » (le terme « base » précise le métal qui est le plus abondant). En partant du nickel pur, métal qui s'oxyde et qui flue dès 600 C à 700 C, l'addition de 20 % en poids de chrome conduit à un alliage dont la résistance à l'oxydation est bonne jusqu'à 1 000C, voire au-delà. Ensuite, un ajout d'aluminium permet de renforcer les propriétés mécaniques à chaud, jusqu'à près de 1000C, grâce à la précipitation dans la solution solide ternaire nickel-chrome-aluminium d'un composé de type Ni<sub>3</sub>Al. Ce composé possède le même réseau cristallin que la solution solide, mais un paramètre légèrement différent. L'ajustage des propriétés mécaniques et chimiques, par un dosage fin des composants cités et des ajouts supplémentaires (titane, molybdène, tungstène, fer, etc.), permet de répondre à des besoins très divers qui dépassent largement le domaine des réacteurs d'avion [3] (**figure I.2**)



**Figure I.2** : Sollicitations thermiques et mécaniques dans un disque de turbine [4]

#### I.5.1 Caractéristiques mécaniques

Pour limiter les déformations, les pièces doivent avoir l'élasticité la plus élevée possible pour pouvoir supporter une charge instantanée élevée (sur vitesse d'un disque de turbine) ou une

## Généralités sur Les superalliages

bonne tenue au fluage pour limiter les déformations viscoplastiques sous l'effet d'une contrainte moyenne élevée ; ces propriétés sont relativement faciles à quantifier [3].

Il n'en est pas de même pour la tenue en fatigues mécanique ou thermique, qui correspondent soit à des vibrations pour la fatigue haute fréquence, soit à des répétitions cycliques des contraintes (démarrages et arrêts), pour lesquelles en interviennent également les autres caractéristiques du cycle et la corrosion. Les lois de comportement sous fatigues brutales et élevées, en vitesse de propagation, ainsi que la ténacité doivent être déterminées pour prévoir la rupture finale [3]

Dans le choix des matériaux et de leurs conditions de traitement, il faut toutefois tenir compte des caractéristiques associées : une limite élastique très élevée risque de correspondre à une faible ténacité ; une structure à gros grains améliore la tenue au fluage mais diminue la tenue en fatigue [3].

### **I.5.2. Protection contre la corrosion :**

Les phénomènes d'oxydation et de corrosion sont dus à la présence d'oxygène et de polluants (Na, Ca, SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>) pouvant provenir des carburants ou présents dans l'air, en particulier, en atmosphère marine (NaCl), et se présentent sous deux formes :

Au-delà de 750 à 800 °C, l'oxydation/corrosion type I sous forme de couche d'oxydes. Un revêtement à base d'alumine, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, assure une protection efficace ;

Entre 550 et 750 °C, la corrosion type II, où les dépôts de sels peuvent former avec le nickel ou le cobalt de l'alliage des composés eutectiques à bas point de fusion empêchant la création d'une couche d'oxydes protectrice Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et conduisant à une corrosion en cavernes. Le dépôt préalable de couches protectrices à base d'oxyde chrome Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> permet d'atténuer ce phénomène.

L'amélioration de la tenue des alliages peut s'obtenir soit par augmentation de la teneur superficielle en Al et/ou Cr (par cémentation solide ou par diffusion en phase vapeur), soit par des revêtements de matériaux céramiques (jouant un rôle de barrière thermique et à base de zircon) ou d'alliages spéciaux réalisés par projection plasma basse pression, les plus usités

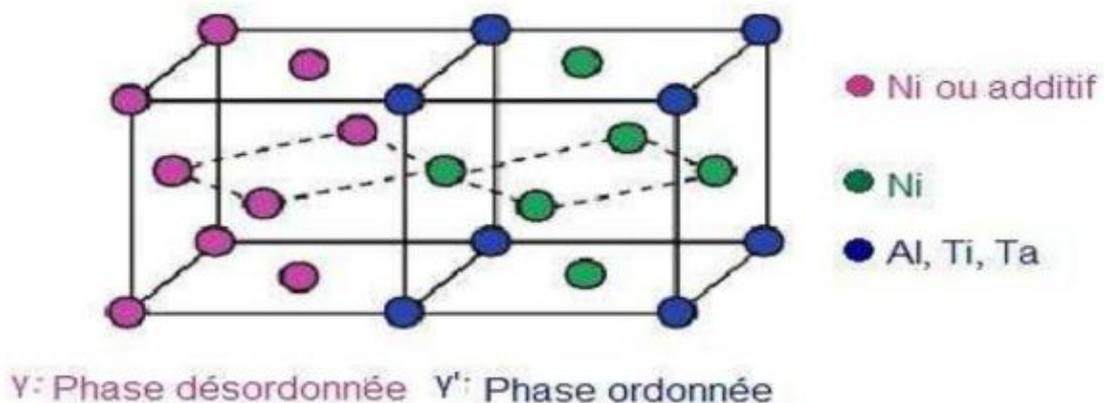
## Généralités sur Les superalliages

étant actuellement MCrAlY (M étant Ni ou Co, l'addition d'yttrium augmentant l'adhérence de la couche d'oxydes) [3].

### **I.6. Les superalliages à base de nickel**

Les superalliages à base Ni sont des matériaux possédant une matrice dite  $\gamma$ , phase de type austénitique, qui est une solution solide de structure cubique à face centrée désordonnée à base de Ni contenant généralement des éléments d'additions (en substitution) contribuant à son renforcement tels que Co, Cr, Mo, et W (Figure I.3) [4]. En effet, les rayons atomiques différents de ces éléments de substitution provoquent une distorsion du réseau impliquant une augmentation de la résistance au glissement des dislocations [5].

Suivant le type de superalliage, cette matrice est généralement renforcée par la précipitation d'une seconde phase dite  $\gamma'$ , qui est une phase stable de formule chimique  $Ni_3Al$ , (Ti, Ta) [6], [7], [8], [9], [10]. Cette phase est un composé intermétallique dérivé de la structure cubique à faces centrées : au centre des faces de la maille cubique, on trouve les atomes de nickel ou ceux des éléments de substitution (Cr, Co, Mo, W) et sur les sommets les atomes d'aluminium ou ceux des éléments de substitution (Ti, Ta, Nb). Cet arrangement atomique correspond à la structure ordonnée, dénommée L12 (« notation Strukturbericht ») [11]. Cette phase présente un faible écart de paramètre de maille avec celui de la matrice qui lui autorise une certaine cohérence avec celle-ci (**Figure I.3**) [5].

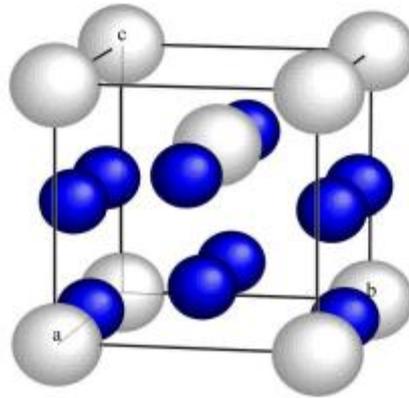


**Figure I.3 :** Représentation schématique des principales phases dans les superalliages à base Ni [12]

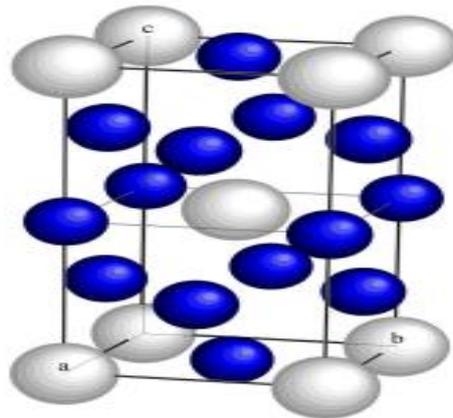
En agissant sur la composition chimique de l'alliage, on peut obtenir des précipités autres que ceux de phase  $\gamma'$ , qui participent eux aussi au renforcement de la matrice. Parmi ces phases, on trouve par exemple la phase  $\gamma''$  qui est une phase métastable, ordonnée, de composition  $Ni_3Nb$ ,

## Généralités sur Les superalliages

de structure quadratique centrée de type  $DO_{22}$  ou bien la phase  $\delta$ , également appelée  $\beta$ , de structure orthorhombique de type  $DO_a$ , qui est la phase stable de  $Ni_3Nb$  [12].



**Figure I.3.1** : Maille de  $\gamma''$ - $Ni_3Nb$  la structure orthorhombique  $DO_a$  (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium)[12].



**Figure I.3.2** : Maille de  $\gamma'''$ - $Ni_3Nb$  la structure tetragonale  $DO_{22}$  (en bleu les atomes de Nickel et en blanc les atomes de Niobium) [12].

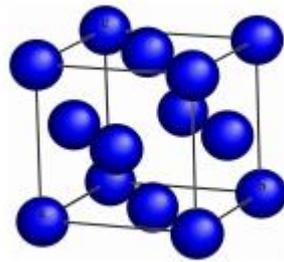
Les superalliages à base Ni peuvent également être renforcés par la présence de carbures, nitrures et/ou de borures précipitant préférentiellement aux joints de grains. Le renforcement est observé à basse température si la fraction volumique des carbures/borures n'est pas trop importante. Dans le cas contraire, cela peut avoir une influence néfaste sur la vitesse de fluage ainsi que sur la résistance à la rupture [5].

## Généralités sur Les superalliages

Parmi les carbures, deux catégories se distinguent les carbures primaires de formule MX (où M= Ti, Nb, Mo, . et X=C, N) et les carbures dits secondaires de formule MC, MC<sub>3</sub> et M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ... pouvant être favorisés en fonction de la composition de l'alliage et notamment de la teneur en Mo, W, et Cr. Ces carbures étant riches en Ni, Nb, Mo, Cr, leur précipitation s'accompagne souvent d'un appauvrissement important de la matrice environnante en éléments d'alliage tels que Cr et Nb [15]. L'ajout d'éléments d'addition permet donc le renforcement de la phase  $\gamma$  directement par solution solide ou bien par le biais de la formation de précipités d'autres phases (**voir Tableau 2**) [13].

### I.6.1. Matrice $\gamma$

La matrice  $\gamma$  est une solution solide de Nickel qui précipite selon une structure cristalline cubique à faces centrées (**Figure I.3.3**). 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.[12]



**Figure I.3.3 : maille de  $\gamma$ .** [12]

### I.6.2. Précipités durcissant

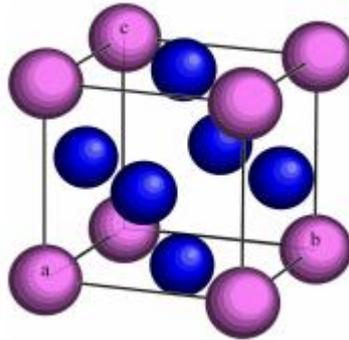
#### I.6.2.1. Phase $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub> (Al, Ti, Nb)

La phase  $\gamma'$  précipite sous la forme de la structure cristalline L12, de réseau cubique primitif avec un motif à quatre atomes (**Figure I.3.4**). La phase  $\gamma'$  précipitée est pratiquement cohérente avec la matrice  $\gamma$ .

## Généralités sur Les superalliages

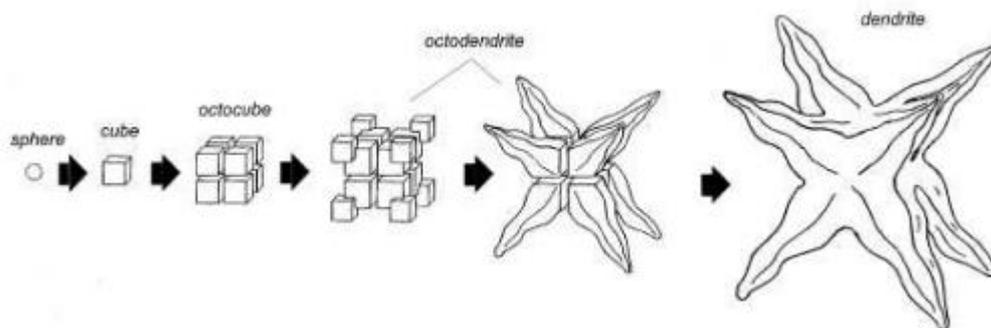
La précipitation de phase  $\gamma'$  au sein de la matrice  $\gamma$  provoque le durcissement du superalliage. En effet les précipités de phase  $\gamma'$  agissent comme des obstacles au glissement des dislocations, ce qui a pour conséquence de relever la limite d'élasticité de l'alliage.

La précipitation de la phase  $\gamma'$  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  $\gamma'$  est de type  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , où jusqu'à 60% de l'Aluminium peut être substitué par du Titane et/ou du Niobium [14].



**Figure I.3.4 :** maille de  $\gamma'$ - $\text{Ni}_3\text{Al}$  (en bleu les atomes de Nickel et en rose les atomes d'Aluminium) [14].

La morphologie des précipités de phase  $\gamma'$  peut être sphérique, cubique, octocubique, voire dendritique (**Figure I.3.5**). 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 [15]



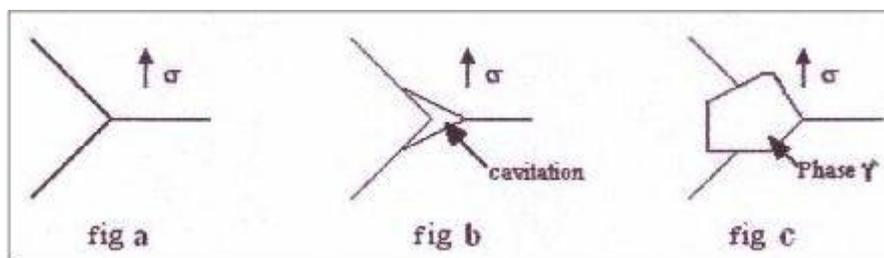
**Figure I.4:** évolution de la morphologie des précipités de phase  $\gamma'$  au cours de leur croissance [15]

### I.6.2. Rôle et importance de la phase $\gamma'$

Le facteur de durcissement de ces alliages est surtout la phase intermétallique  $\gamma'$ , à structure cubique, cohérente avec la matrice nickel-chrome. Sa composition est  $Ni_3(Al, Ti)$  ; elle peut contenir également, en solution, du chrome ou du cobalt ; d'autres phases intermétalliques peuvent précipiter dans les superalliages à base de nickel, telles que la phase orthorhombique  $Ni_3Nb$ . Les dislocations produites par le fluage rencontrent, au cours de leur déplacement, ces particules  $\gamma'$ , qu'elles sont obligées de cisailer ou de contourner, nécessitant une contrainte mécanique supplémentaire. Le mouvement des dislocations est contraint de suivre les couloirs très étroits qui séparent les précipités cubitiaux

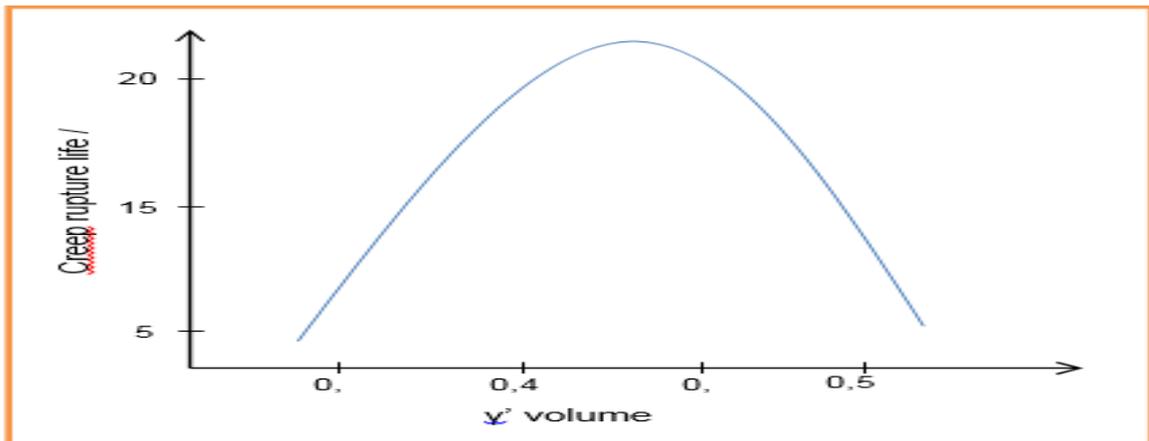
Nous observons dans la figure suivante l'effet d'une contrainte sur une intersection de joints de grains en l'absence de phase  $\gamma'$  (**Figure I.4.a**) ; il se forme une cavitation qui pourra être la source d'une propagation de fissure si la contrainte est maintenue (**Figure I.4.b**).

En présence de  $\gamma'$  cette cavitation n'apparaît pas (**Figure I.4.c**) cette phase a en quelque sorte pour effet de « cimenter » les joints de grains entre eux [16].



**Figure I.4 :** Rôle de la phase  $\gamma'$  dans les joint triples [3].

## Généralités sur Les superalliages



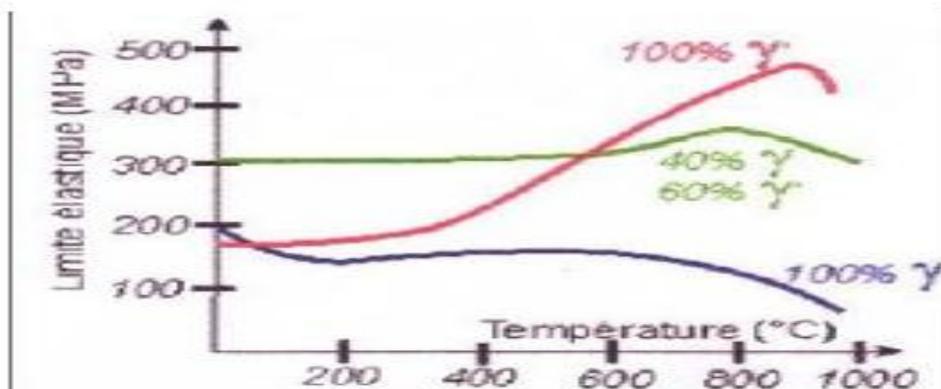
**Figure I.5 :** Durée de vie en fluage en fonction de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  [6]

Il existe une grande relation de comportement entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  par rapport à la température. Typiquement un superalliage comporte 50% de phase  $\gamma'$ . Il n'est pas possible d'utiliser  $\gamma'$  pure car elle est très fragile, ce qui rend impossible sa mise en forme. Un superalliage est donc, la recherche d'un compromis [16].

La phase  $\gamma'$  a une propriété curieuse encore à ce jour mal comprise :

Sa limite d'élasticité augmente avec la température de telle sorte que l'alliage a des propriétés mécaniques meilleures dans le domaine de fonctionnement visé qu'à la température ambiante

**Figure I.6** [17].



**Figure 1.6 :** Comportement des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  par rapport à la température [3]

## Généralités sur Les superalliages

Notons que la résistance au cisaillement et la contrainte à l'écoulement de la phase  $\gamma'$  augmentent avec la température, avec une valeur optimale à 700°C environ. L'action durcissant de la phase  $\gamma'$  dépend de la quantité formée, de sa composition (rapport aluminium/titane) et de sa morphologie. Il est désirable d'obtenir entre les particules un espacement voisin de 50 nm [17].

### **I.6.3. Phases fragiles topologiquement compactes, ou TCP (Topologicalty-Close-Packed)**

Il s'agit de phases indésirables  $(Cr, y. x) [(Cr, Mo) x / (Ni, Co) y]$ , sous la forme de plaquettes, qui se forment durant les traitements thermiques ou en service, et qui favorisent l'amorçage et la propagation des fissures. On évite leur formation par une définition appropriée de la composition de l'alliage [1].

Eléments	Effets positifs recherchés	Effets négatifs
Cr	Renforce la phase $\gamma$ , améliore la résistance à la corrosion à chaud et à l'oxydation, formation de carbures $M_{23}C_6$ *	Formation de carbures $M_{23}C_6$ *, favorise la formation de TCP
Mo	Renforce la phase $\gamma$ , formation de carbures $M_6C$ et $MC$ *	Formation de carbures $M_6C$ et $MC$ *, augmente la densité
W	Renforce la phase $\gamma$	Favorise la formation de TCP, augmente la densité
Ta	Renforce la phase $\gamma'$ , améliore la résistance à l'oxydation, formation de carbures $MC$ *	Formation de carbures $MC$ *, augmente la densité
Ti	Renforce la phase $\gamma'$ , formation de carbures $MC$ *	Formation de carbures $MC$ *
Al	Précipitation de la phase $\gamma'$ , améliore la résistance à l'oxydation.	
Nb, V	Renforce la phase $\gamma$ , précipitation des phases $\gamma''$ et $\delta$ , formation de carbures $MC$ *	Formation de carbures $MC$ *
Co	Renforce la phase $\gamma$ , augmente le solidus et peut augmenter ou diminuer le solvus.	
Re	Renforce la phase $\gamma$ ralentit la déstabilisation de la structure $\gamma / \gamma'$	Augmente la densité
C	Formation de carbures*	Formation de carbures *
B, Zr	Améliore la résistance à la ductilité des joints de grains, inhibe la croissance des carbures	

**Tableau I.2 :** rôle des principaux éléments d'addition dans les superalliages a base Ni [16] (\*)

La formation de carbures au sein de ces matériaux est complexe tant en nature, forme taille et localisation (inter-intra granulaire).

## Généralités sur Les superalliages

Cependant, l'ajout de certains éléments conduit à une augmentation de densité de l'alliage, voire s'ils sont utilisés en excès, à une sursaturation, pouvant être à l'origine de la formation de phases topologiquement compactes (TCP). La plus connue est la phase  $\gamma$  et leur composition peut s'écrire  $(Cr, Mo)_x (Ni, Co)_y$  où  $x$  et  $y$  peuvent varier de 1 à 7. Elles précipitent sous forme de fines plaquettes à partir des joints de grains. De par leur forme et leur grande dureté, ces phases constituent un site préférentiel d'amorçage de fissures et elles sont connues pour conduire à un affaissement de la résistance mécanique de l'alliage et de sa ductilité. De plus, leur formation appauvrit la matrice en éléments durcissant et par conséquent, ces deux effets conjugués conduisent à une baisse de la durée de vie en fluage et en fatigue [18].

### **I.7. INCONEL 625**

L'alliage 625 (UNS N06625) est un alliage à base de nickel. Il est largement utilisé dans les industries du pétrole et du gaz et de la pétrochimie lorsqu'un matériau à haute résistance et bonne résistance à la corrosion est requis, mais les conditions de traitement empêchent l'utilisation d'acier inoxydable duplex/super duplex. Sa microstructure et ses propriétés dépendent de sa composition chimique précise et de son historique de traitement. Il tire sa force principalement des niveaux élevés de chrome et de molybdène avec le niobium et, dans une moindre mesure, la teneur en fer fournissant un renforcement supplémentaire de la solution solide [3.a]

Ce sont les niveaux élevés de chrome et de molybdène qui confèrent à l'alliage 625 son excellente résistance à la corrosion.

Entre les alliages à base de nickel, l'inconel 625 l'un des plus utilisés en haute température applications, telles que dans les industries aérospace, pétrochimique, marine et nucléaire. Cela peut être attribué à son excellente résistance à l'oxydation et à ses propriétés mécaniques [19].

La composition de l'alliage évalué à ce moment-là était d'environ 60 % Ni, 15 % Cr, 3 % Nb, 2 % Mo, 0,5 % Al et 0,5 % Ti, Fe constituant le reste. A l'état recuit, cet alliage n'était qu'un peu plus résistant que l'alliage 600 (UNS N06600) ; en tant que tel, il offrait peu d'avantages par rapport aux alliages existants. Pour le rendre plus attrayant, il a été estimé que l'alliage avait besoin de propriétés de traction à température ambiante plus élevées.

## Généralités sur Les superalliages

Pour y parvenir, les teneurs en chrome et molybdène ont été portées à leurs niveaux actuels de 22 % et 9 %, respectivement. Heureusement, l'utilisation de ces éléments a non seulement augmenté les propriétés de traction à température ambiante de l'alliage, mais a également considérablement augmenté sa résistance à la corrosion. C'est la combinaison d'une résistance élevée et d'une bonne résistance à la corrosion qui a modifié le cours du développement de l'alliage et augmenté ses opportunités de commercialisation.

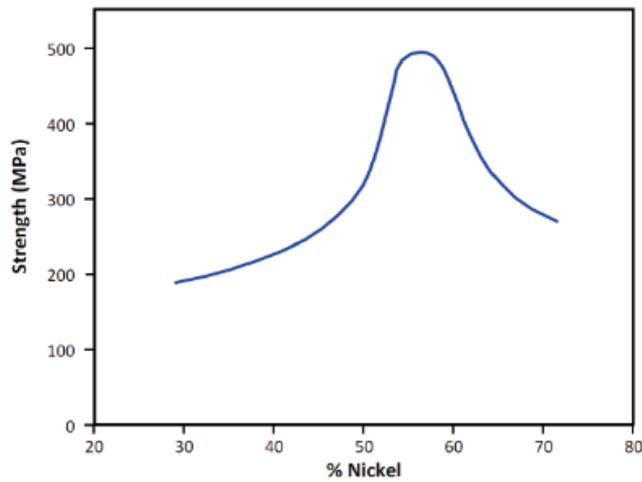
Après plusieurs années passées à découvrir comment divers éléments affectaient les propriétés du système d'alliage, une demande de brevet a été déposée le 24 janvier 1962. Le brevet 3 160 500 a été délivré à HL Eiselstein et J. Gadbut le 8 décembre 1964. La composition a légèrement changé depuis la délivrance du brevet. La composition actuelle de l'alliage 625 est indiquée dans le tableau 1 [28].

Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	C	Si	Al	Ti	Mn	S
58.0 min.	19.0- 23.0	8.0- 10.0	3.15- 4.15	5.0 max.	0.10 max.	1.0 max.	0.4 max.	0.4 max.	0.5 max.	0.015 max.

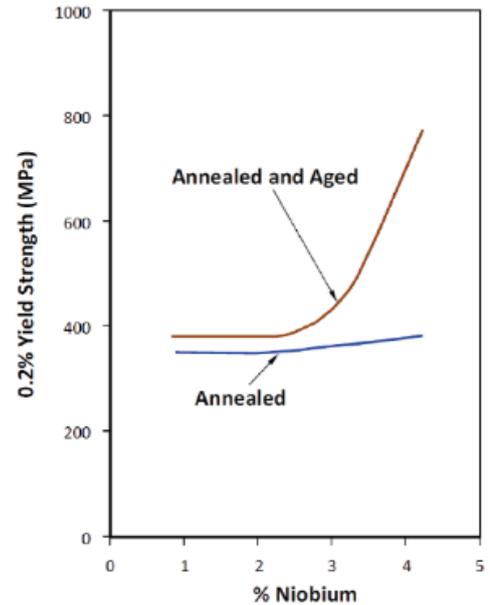
**Tableau 1.3** – Alliage 625 (UNS N06625) Composition (%) [28]

Le développement de l'alliage 625 s'est toujours concentré sur son utilisation à haute température. La figure I.6.1 montre l'effet du nickel sur la résistance à la rupture sous contrainte à 649 °C de l'alliage 625 recuit et indique un pic à environ 57 %. La figure I.6.1 montre l'effet du niobium sur la limite d'élasticité. On peut voir qu'à l'état recuit, le niobium a très peu d'effet sur la limite d'élasticité. C'est également le cas à l'état recuit et vieilli à des teneurs en niobium inférieures à 2 %. Cependant, une fois que le niveau de niobium dépasse environ 3%, l'effet devient significatif ; cela semble coïncider avec l'observation selon laquelle la solubilité du niobium dans l'alliage est d'environ 2,5 %. Ainsi, l'augmentation de la teneur en chrome de 16 % à 22 % a augmenté la résistance de la solution solide, mais n'a semblé avoir aucun effet sur la réponse au vieillissement de l'alliage. [28]

## Généralités sur Les superalliages

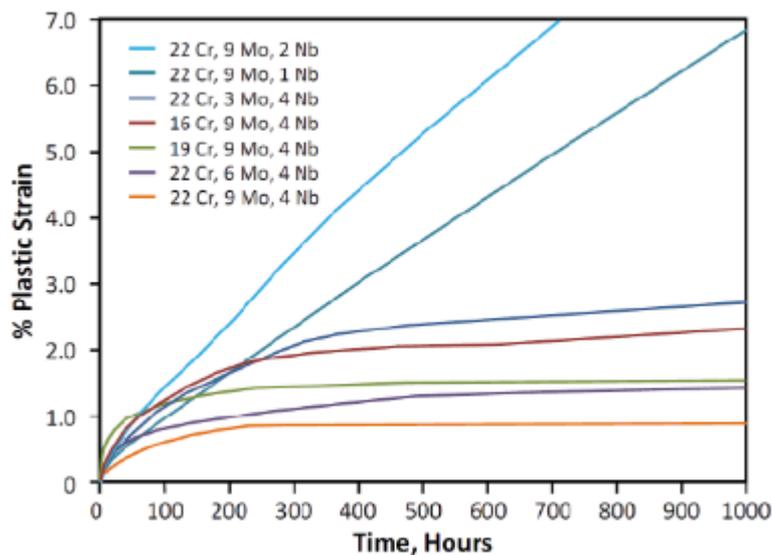


**Figure I.6.1** : l'effet du nickel sur la résistance à la rupture Niobium sur pendant 100 heures à 649 °c – Recuit à 1038 °c pendant 1 heure.[28]



**Figure I.6.2** : l'effet du la limite élastique de l'alliage 625 [28]

Le molybdène, le chrome et surtout le niobium confèrent à l'alliage une résistance au fluage. Ces effets sont illustrés dans les figures I.6.3



**Figure I.6.3** : essai de fluage à 816 °C et 52 Mpa[28]

## Généralités sur Les superalliages

L'aluminium et le titane ont été intentionnellement maintenus bas pour minimiser l'aptitude au vieillissement de l'alliage. Cependant, les essais de fluage réalisés à 649°C ont montré un bénéfice considérable en conservant un niveau de l'ordre de 0,2% pour chacun de ces éléments. Un avantage supplémentaire à un faible niveau d'Al + Ti était une meilleure soudabilité. Il est à noter que la solubilité de l'aluminium dans l'alliage avait été déterminée à environ 0,5 %. [28]

L'alliage 625 était à l'origine destiné à être un alliage en solution solide et pour la majorité des applications, il est supposé se comporter comme tel. Il est commercialisé sur la base que sa résistance est dérivée de l'effet raidisseur du molybdène et du niobium sur sa matrice nickel-chrome ; ainsi, les traitements de durcissement par précipitation (durcissement par vieillissement) ne sont pas nécessaires.

Cependant, au cours de son développement, il a été reconnu qu'une exposition à long terme à des températures intermédiaires de l'ordre de 650°C pouvait provoquer des effets de vieillissement. Celles-ci étaient probablement dues à la précipitation de gamma prime ( $\gamma'$ ), qui est une phase intermétallique à base de Ni<sub>3</sub> (Ti, Al) [29]. Les temps d'exposition impliqués étaient beaucoup plus longs que les 16 heures utilisées dans les tests de criblage originaux et, bien que cela montrait que l'alliage était durcissable par vieillissement, les temps de vieillissement requis n'étaient pas économiquement longs (c'est-à-dire environ 200 heures à 649°C). De plus, comme discuté ci-dessous, la présence de  $\gamma'$  n'était pas vraiment souhaitable. Pour améliorer la stabilité métallurgique de l'alliage, c'est-à-dire minimiser le risque de vieillissement, la composition a été modifiée en réduisant la quantité d'aluminium et de titane dans l'alliage à leurs quantités actuelles.

Entre le milieu et la fin des années 1960, un intérêt s'est manifesté pour l'alliage 625 de grande section (diamètre de 200 à 250 mm) avec une limite d'élasticité minimale de 552 MPa. Une proposition pour y parvenir était d'augmenter la teneur en niobium à 4 % ou plus. Cependant, Inco (le créateur de ces alliages) a préféré développer les propriétés souhaitées en contrôlant le traitement thermomécanique et le traitement thermique. Ils pensaient qu'une version à plus haute teneur en niobium de l'alliage 625 causerait des problèmes liés à la fabrication, tels qu'une ségrégation accrue lors de la fusion en raison de la formation de précipités de carbure de niobium ; entraînant une mauvaise malléabilité et des taux de mise au rebut plus élevés.

## Généralités sur Les superalliages

Des études antérieures en laboratoire avaient montré que pour atteindre une limite d'élasticité minimale de 552 MPa, les grandes sections nécessiteraient une étape de traitement thermique finale. Le renforcement thermique était connu pour être efficace mais lent; se produisant dans une fenêtre étroite autour de 649°C avec la plus grande réponse dans les 48 heures. Un travail à chaud a aidé le processus de renforcement, mais la déformation non homogène susceptible de se produire pourrait entraîner une variation considérable des propriétés à travers la section. Une température de recuit dans la plage de 871 à 927 °C maximum était essentielle pour atteindre la limite d'élasticité minimale de 414 MPa et un traitement thermique de vieillissement supplémentaire à 649 °C pendant 24 à 48 heures était nécessaire pour atteindre le niveau de 552 MPa.

La phase gamma prime ( $\gamma'$ ) a une structure cubique à faces centrées (FCC) et a une instabilité entre 600°C et 850°C, à l'intérieur de laquelle  $\gamma'$  se transformera en phase hexagonale compacte (HCP). La formation de  $\gamma'$  et sa transformation ultérieure peuvent en partie expliquer les mauvais résultats des essais de fluage obtenus avant que les niveaux d'aluminium et de titane ne soient resserrés. Pour les applications à des températures inférieures à 650 °C, la phase gamma double prime ( $\gamma''$ ) est normalement utilisée pour renforcer les superalliages à base de nickel.  $\gamma''$  a une structure tétragonale centrée (BCT) et possède généralement la composition Ni<sub>3</sub>Nb [30]

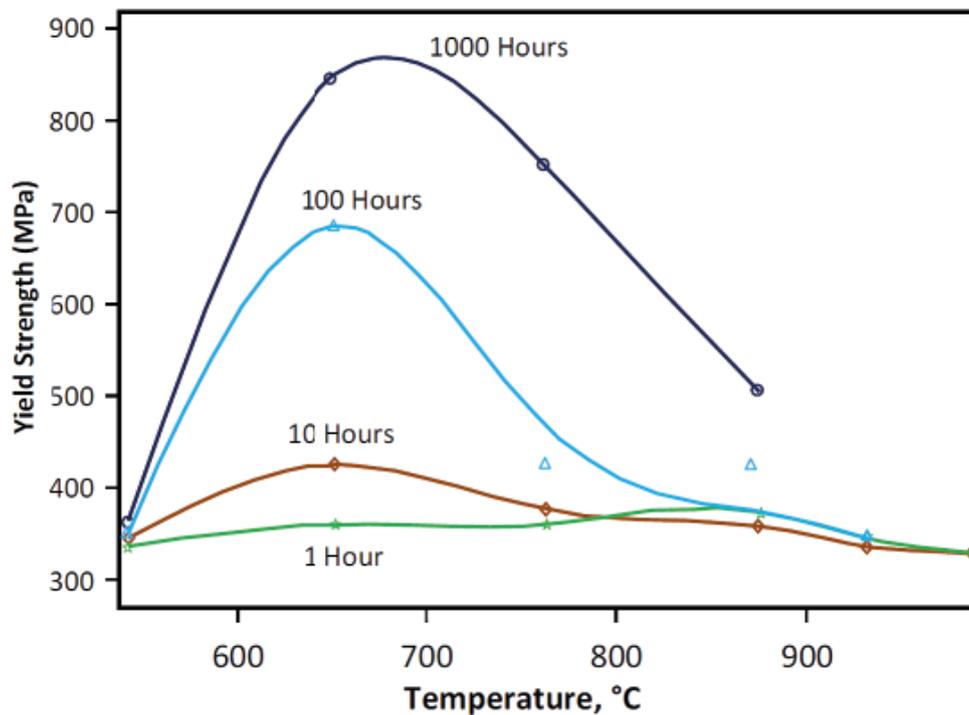
Dans les échantillons de plus petite taille (jusqu'à 100 mm de diamètre), la température de recuit est critique pour la réponse au vieillissement de l'alliage 625, avec des températures de recuit plus élevées entraînant une réponse plus faible aux traitements thermiques de vieillissement direct. Dans les échantillons de plus grande taille (par exemple jusqu'à 250 mm de diamètre), la température de recuit est moins critique. En effet, la vitesse de refroidissement plus lente due à la température de recuit signifie que le matériau passe plus de temps dans la plage de températures de nucléation de 732 à 843 °C. Le temps de séjour dans cette plage de températures déclenche la réaction de précipitation et permet une croissance plus rapide des noyaux sous-critiques de  $\gamma''$  ; permettant ainsi une précipitation normale, quoique lente, de particules de  $\gamma''$  pendant le long traitement de vieillissement à 649°C.

Grâce au contrôle des niveaux d'aluminium et de titane, l'alliage 625 ne précipite pas  $\gamma'$  (que l'on trouve dans la plupart des alliages durcis Al-Ti), il précipite plutôt une phase métastable  $\gamma''$  et une phase Ni<sub>3</sub>Nb orthorhombique stable. La phase  $\gamma''$  confère le plus de résistance à l'alliage, et c'est la phase la plus utilisée dans le durcissement par vieillissement. La phase

## Généralités sur Les superalliages

orthorhombique  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  n'est pas cohérente avec la matrice et ne contribue au durcissement qu'en tant que dispersant.

A l'état de recuit en solution ( $1093^\circ\text{C}$  minimum), la limite d'élasticité de l'alliage 625 doit être au minimum de 276 MPa. Alors qu'une limite d'élasticité minimale à température ambiante de 414 MPa peut être atteinte dans des sections transversales jusqu'à 100 mm et 345 MPa dans des sections transversales de 100 à 250 mm, sans un travail mécanique poussé, des valeurs minimales plus élevées ne sont réellement réalisables que par durcissement par vieillissement pendant une période prolongée. Périodes de temps, telles que 24-48 heures à  $649^\circ\text{C}$ . La **figureI.6.4** montre un tracé de la limite d'élasticité à température ambiante après exposition à des températures intermédiaires pendant diverses durées jusqu'à 1000 heures.



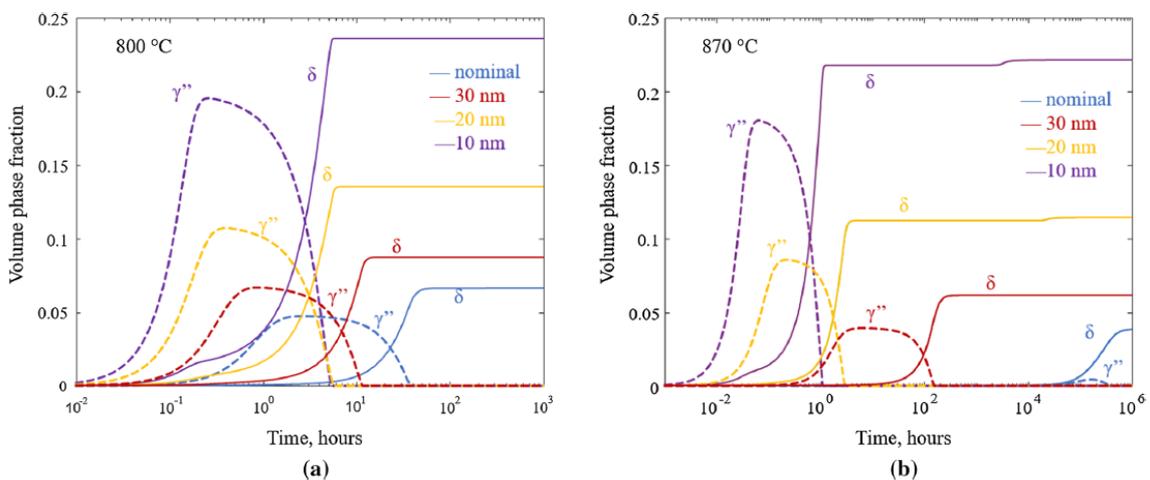
FigureI.6.4 : effet de l'exposition à des températures intermédiaires pendant diverses durées jusqu'à 1000 heures de barre laminée à chaud en alliage 625 (4,11 %Nb), traitée thermiquement à  $1149^\circ\text{C}$  pendant 1 heure

Les résultats des simulations TC-PRISMA à 800 C et 870 C en termes de fraction volumique en fonction de sont représentés sur les figures 7(a) et (b), respectivement. Pour températures et toutes compositions, les carbures MC précipite en premier en raison de sa force motrice élevée pour nucléation. La fraction volumique de la phase est déterminée par la quantité de C,

## Généralités sur Les superalliages

La formation de la phase  $\gamma''$  est plus prononcée à bas température (**Figure I.6.5(a)** : ligne bleue en pointillés) comparée à une température plus élevée (**Figure I.6.5 (b)** : ligne bleue en pointillés)

La fraction volumique du précipité augmente également avec la diminution de la température **Figure I.6.5 a**, ce qui est attendu des calculs d'équilibre Lorsque  $\delta$  commence à se former, la fraction de  $\gamma''$  commence à diminuer, et avant que la fraction d'équilibre de  $\delta$  soit atteint, les  $\gamma''$  précipités se sont complètement dissous. Ceci peut s'expliquer par le fait que  $\gamma''$  est métastable (dans l'IN625 système). [31]



**Figure I.6.5 :** Fractions volumiques de phase calculées à (a) 800 C et (b) 870 C pour la composition nominale (lignes bleues), et les compositions à 30 nm (lignes rouges), 20 nm (lignes jaunes) et 10 nm (lignes violettes) du centre de la région interdendritique (Figure couleur en ligne).[31]

## Généralités sur Les superalliages

Appellation usuelle	Désignation Afnor	Type de mise en œuvre	Composition chimique nominale (en % en masse)																
			C	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Nb	Ta	V	B	Zr	Fe	Mn	Si	
A286	Z 6 NCT 25	Corroyé	0,05	26	15		1,25		2,15	0,2				0,3	0,003		Base	1,4	0,4
Incoloy 901	Z 8 NCDT 42	Corroyé	0,05	42,7	13,5		6,2		2,5	0,25							34	0,45	0,4
Inconel 718	NC 19 FeNb	Corroyé ou moulé	0,05	Base	19	0,5	3,05		0,95	0,5	5,15	0,05		0,003		18	0,15	0,15	
Hastelloy X	NC 22 FeD	Corroyé	0,1	Base	21,75	1,5	9	0,6						0,005		18,5	0,5	0,5	
Inconel 625	NC 22 DNb	Corroyé ou moulé	0,05	Base	21,5	0,5	9		0,2	0,2	3,65					2,5	0,25	0,25	
C263	NCK 20 D	Corroyé ou moulé	0,06	Base	20	19,7	5,85		2,6							0,35	0,3	0,2	
Waspaloy	NC 20 K 14	Corroyé	0,06	Base	19,5	13,5	4,25		3	1,4				0,06	0,05	1	0,05	0,07	
Udimet 500	NCK 19 DAT	Corroyé	0,07	Base	19	17,5	4		3	3				0,006	0,03	2	0,37	0,037	
Udimet 720 LI	NC 17 KTDAW	Corroyé	0,008	Base	16,5	14,75	3	1,25	5,1	2,55				0,015	0,037	0,25	0,17	0,17	
N18	NK 16 CDTA	MdP	0,015	Base	11,5	15,7	6,5		4,3	4,3				0,015	0,03	0,25	0,07	0,1	
Inconel 713C	NC 13 AD	Moulé	0,14	Base	13	0,5	4,5		0,75	6	2,3			0,01	0,1	1,25	0,12	0,25	
IN 100	NK 15 CATu	Moulé	0,17	Base	9,5	15	3		4,7	5,5			0,95	0,012	0,45	0,5	0,1	0,1	
René 77	NK 15 CADT	Moulé	0,07	Base	14,6	15	4,2		3,35	4,3				0,018	0,03	0,25	0,07	0,1	
Mar M200 + Hf	NW 12 KCAT+Hf	Moulé DS	0,1	Base	9	10		12,5	2	5	1			0,01	0,1	0,2	0,1	0,1	
AM 1	NTA 8 CKWA	Moulé monocristal	0,005	Base	7,5	6,5	2	5,5	1,2	5,3		8		0,005	0,005	0,1	0,025	0,025	

Tableau I.3 : Composition chimique des alliages Fe et Fe-Ni [19]

### I.7.1 Propriétés physique

Nuance	Température de Curie (°C)	Intervalle de fusion (°C)	Densité	Coefficient moyen de dilatation linéique entre 20 et 100 °C ( $10^{-6} \cdot K^{-1}$ )	Module de Young (kN/mm <sup>2</sup> )	Capacité thermique massique ( $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ )	Conductivité thermique ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )
Nickel 200	360	1 435 à 1 466	8,89	13,3	214	470	70
Nickel 201	360	1 435 à 1 446	8,89	13,3	214	470	79
Duranickel 301	200	1 400 à 1 440	8,19	13,3	207	435	24
Monel 400	20 à 50	1 300 à 1 350	8,8	13,9	180	427	21,8
Monel R405	20 à 50	1 300 à 1 350	8,8	13,7	180	427	21,8
Monel K500	- 65	1 315 à 1 350	8,46	13,7	180	420	17,5
Alliage 625	< - 196	1 290 à 1 350	8,44	12,8	205	410	9,8
Alliage C276	< - 196	1 325 à 1 370	8,89	12,2	205	427	9,8
Alliage C4	< - 196		8,9	12,2	200	430	9,6
Alliage C22	< - 196	1 357 à 1 399	8,69	12,4	206	414	10,1
Alliage 825	< - 196	1 370 à 1 400	8,14	14,0	206	440	11,1
Alliage 925	< - 196	1 311 à 1 366	8,05	13,2	201	435	
Alliage G	< - 196	1 260 à 1 343	8,4	13,4	205	410	9,8
Alliage G3	< - 196	1 260 à 1 340	8,14	14,6	205	452	10
Alliage G30	< - 196		8,22	12,8	202		10,2
Alliage 718	< - 196	1 200 à 1 355	8,2	12,8	205	460	12,1
Nicrimphy R40	< - 196		8,16	14,1	204	460	13
Alliage B2	< - 196	1 302 à 1 368	9,2	11	218	380	12

Tableau I.4 : Caractéristiques physiques des alliages de la nuance 625[19]

## Généralités sur Les superalliages

### I.7.2. Propriétés mécaniques

État	Traitement thermique	Taille de grain	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A$ (%)
Grade 1 Recuit	930 à 1 050 °C	5 à 7	> 414	> 830	> 30
Grade 2 Hyper-trempé	1 090 à 1 200 °C	1 à 2	> 280	> 690	> 40

Tableau I.5 : États « Grade 1 » et « Grade 2 » de la nuance 625[19]

### I.7.3. Applications

- Canalisations et systèmes d'échappement des avions
- Systèmes d'inversion de poussée des moteurs
- Anneaux de renforcement de turbine
- Soufflets et joints de dilatation
- Joints d'étanchéité et joints d'amortisseur
- Échappement et colliers pour l'industrie des sports motorisés
- Soudures par chargement et entretoises des systèmes de récupération de chaleur
- Mouflés de four
- Sièges et composants de soupape

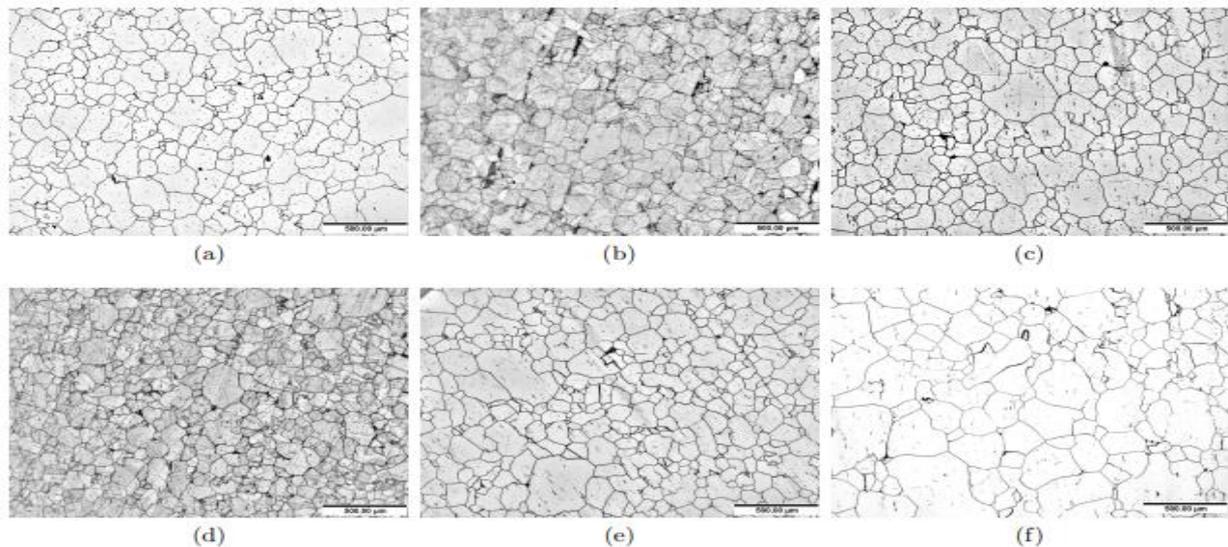


Figure I.7 : Images de grains révélés dans des échantillons d'alliage 625 vieillissant pendant les durées et températures : a) 10 heures à 700°C, b) 50 heures à 700°C, c) 100 heures à 700°C, d) 200 heures à 650°C, e) 200 heures à 700°C, f) 200 heures à 750°C. [20]

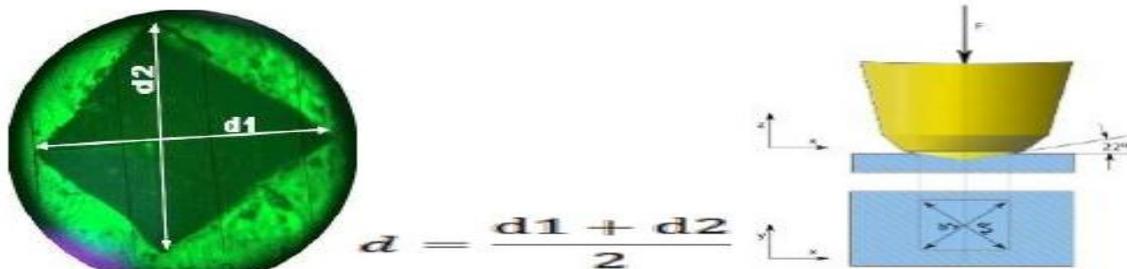
## Généralités sur Les superalliages

### I.8. Essai de dureté Vickers HV

Le pénétrateur est un diamant en forme de pyramide à base carrée dont l'angle des faces est de  $136^\circ$ .

#### I.8.1. Principe

La pyramide en diamant est amenée en contact avec la surface à essayer, charger cette pyramide graduellement, sans choc et sans vibration, à la charge maximum fixé. En règle générale, maintenir cette charge pendant 15 secondes.[21]



**Figure I.8:** Exemple typique d'une empreinte de notre alliage.[21]

L'empreinte a la forme Presque d'un carré ; on mesure les deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur  $d$  en effectuant la moyenne de  $d_1$  et  $d_2$ . C'est  $d$  qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. La dureté HV est le rapport de la charge appliquée sur le pénétrateur à la surface de l'empreinte laissée par la pyramide.[21]

$$HV \cong 0,1854 \cdot \frac{F}{d^2} \text{ HV = Dureté Vickers}$$

$F$  = Force appliquée [N]

$d$  = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

HV = Dureté Vickers

$$HV = \frac{2F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{g \cdot d^2} \text{ avec } F : \text{ Force appliquée [N]}$$

$d$  = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

$g = 9.806651 \text{ m/s}^2$

Le degré de rigidité, placez l'échantillon dans l'appareil et lire le résultat dureté Vickers de l'écran. [21]

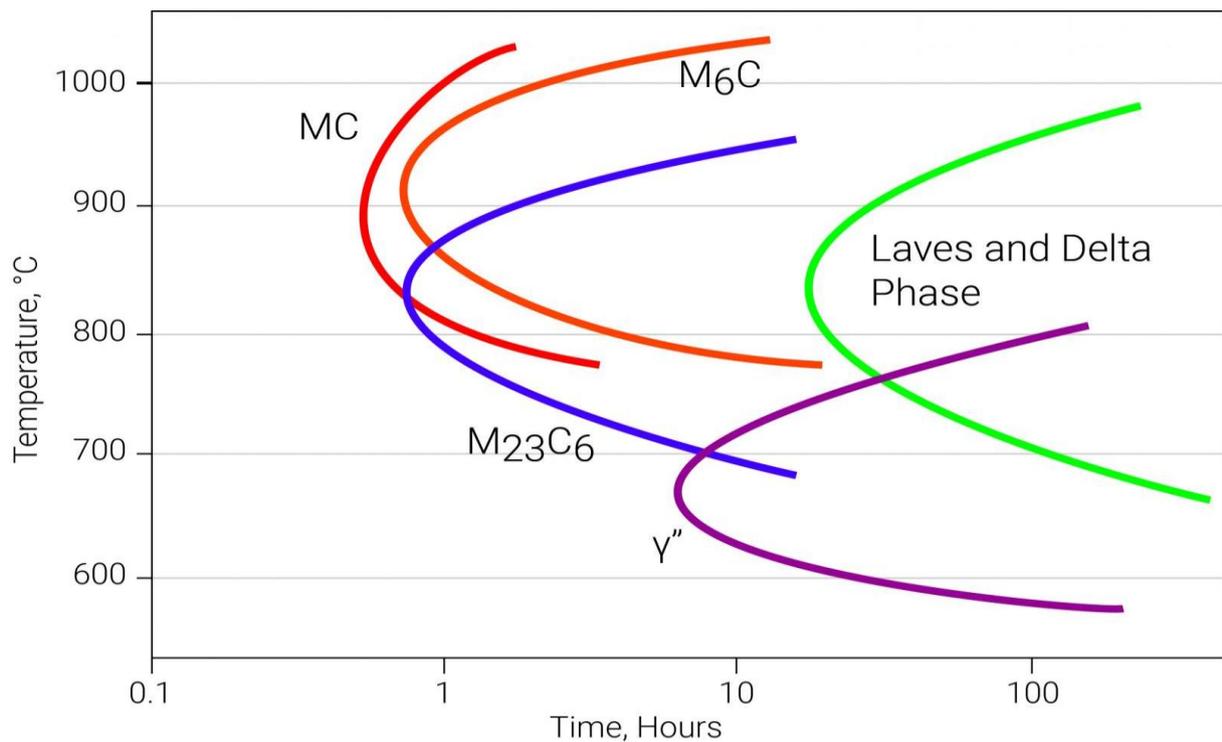
# **Chapitre II**

# **Les Traitements**

# **Thermiques**

### II. Traitement thermique

A la suite des étapes de mise en forme thermomécanique, une étape de traitements thermiques est appliquée aux matériaux afin de fixer leur microstructure finale qui leur conférera les propriétés désirées. Parmi ces traitements thermiques, on distingue les traitements de recuit, les traitements de remise en solution (ou hypertrempe), et les traitements de vieillissement (ou revenu). L'ensemble de ces traitements thermiques a été paramétré à partir des diagrammes TTT et TRC des alliages utilisés. Cependant, il faut tenir compte des différences de composition chimique et d'état métallurgique entre les alliages génériques et les alliages utilisés. A titre d'exemple, la Figure 1 compile les études de différents groupes de chercheurs et met en évidence la dépendance du diagramme TTT d'Inconel 625 vis-à-vis de la composition chimique (**Figure II.1**). [22]

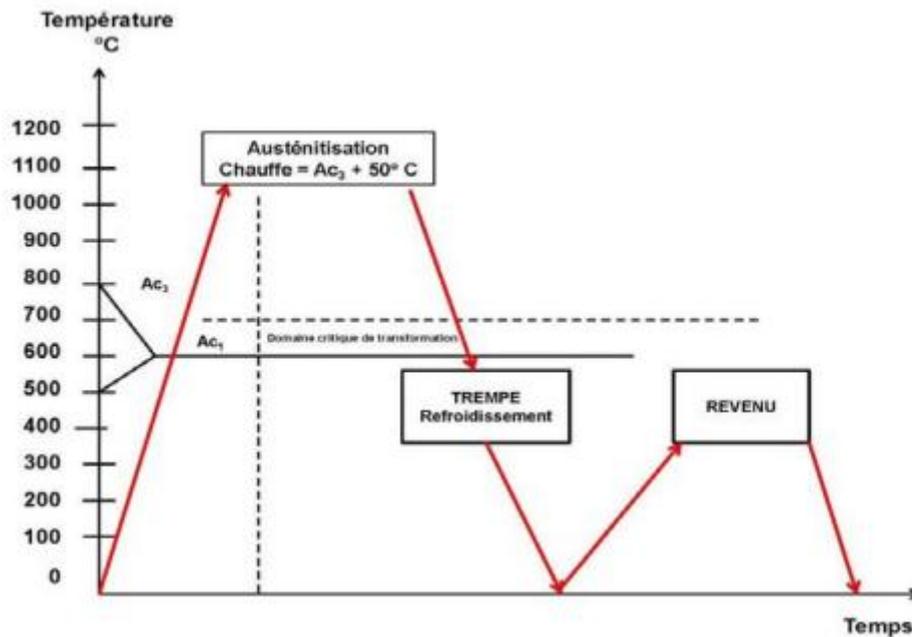


**Figure II.1** : diagramme TTT d'Inconel 625. [22]

## Les Traitements thermiques

### II.1. Définitions et procédés des traitements thermiques

Effectuer un traitement thermique sur une pièce, c'est faire subir à celle-ci une variation de la température en fonction du temps. Le procédé de traitement thermique se compose de : **(figure. II.2)** [23].



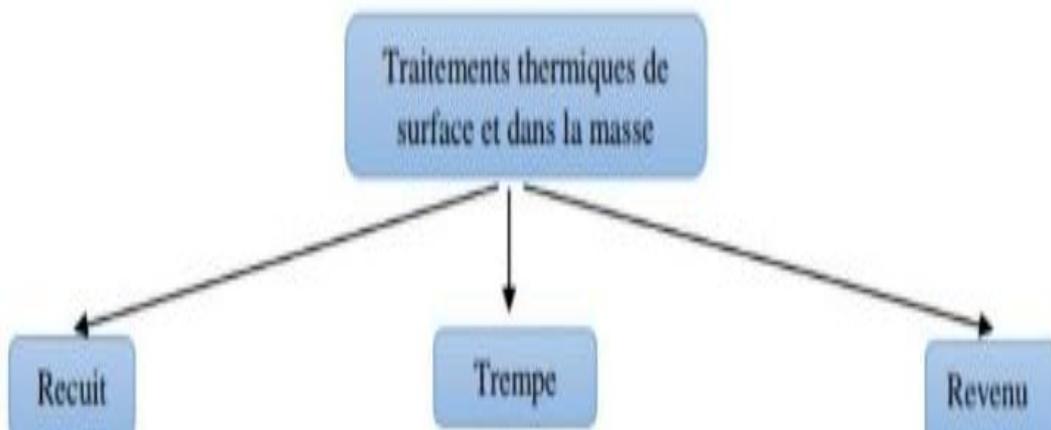
**Figure II.2:** Principe général d'un traitement thermique [24]

- AB : chauffage à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple :  $AC_3$  pour les aciers).
- BC : Maintient à une température définie.
- CD : Refroidissement avec une vitesse donnée :
  - lente (dans le four, à l'air).
  - Assez rapide (dans l'huile).
  - Très rapide (dans l'eau).

## Les Traitements thermiques

### II.2. Le but des traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour but d'améliorer les propriétés du matériau aux différents stades de conceptions et d'utilisations (**figure. II.3**). Dans le cadre de la conception on cherchera à favoriser l'usinage c'est-à-dire la mise en forme du métal. Dans le cadre de l'utilisation, c'est-à-dire lorsque la pièce est soumise à des contraintes statiques ou dynamiques, on cherchera à minimiser le risque de rupture ou de fatigue de la pièce [24].



**Figure II.3:** Différents types de Traitements thermiques [24]

### II.3. Les différents types de traitements thermiques

Dans le cas des procédés industriels il existe trois types de traitements thermiques se passant à des moments différents avant ou après l'usinage de la pièce. Ces trois grandes parties sont-elles mêmes subdivisées en plusieurs sous parties qui seront exprimées par la suite [24].

#### II.3.1 Traitement thermique de recuit

De façon générale, par le terme « recuit », on entend « adoucir » ce qui n'est qu'un aspect du recuit. D'un point de vue physique ce traitement thermique permet d'obtenir un état d'équilibre de plus faible énergie interne possible c'est-à-dire le plus stable possible.

Le recuit a pour but de :

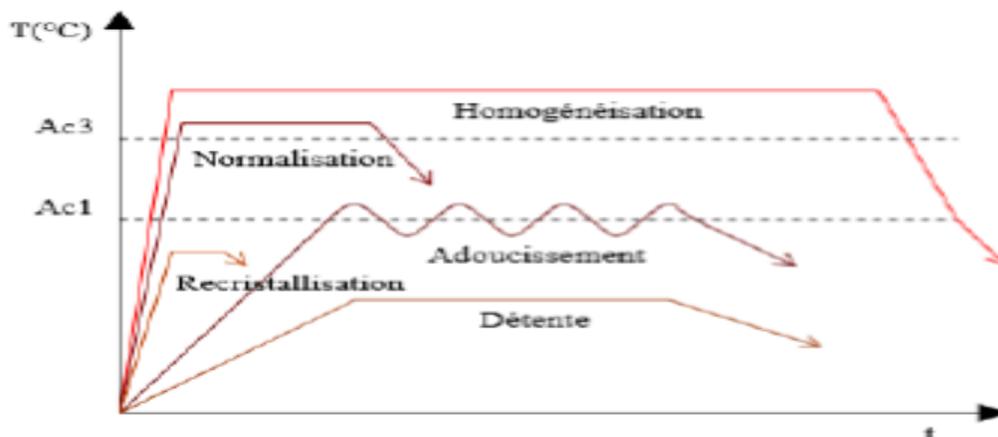
- Diminuer la dureté d'un acier trempé.

## Les Traitements thermiques

- D'obtenir le maximum d'adoucissement pour que l'usinage ou les traitements mécaniques soient plus faciles.
- Régénérer un métal qui a été écroui ou surchauffé.
- Réduire les contraintes internes.

Un cycle thermique de recuit comprend trois phases :

- Une phase de chauffage jusqu'à une température dite de recuit qui dépend du type de recuit à réaliser.
- Une phase de maintien isotherme à la température de recuit, on a aussi la possibilité d'avoir des oscillations autour de cette température.
- Une dernière phase de refroidissement très lent généralement à l'air calme. La vitesse de refroidissement doit être inférieure à la vitesse critique de recuit. Les recuits se déclinent de plusieurs façons selon le résultat que l'on veut obtenir : **(figure II.4)** les illustre. Les deux températures suivantes varient en fonction du type de métal utilisé,  $Ac_3$  est température au-delà de laquelle il y a homogénéisation, normalisation. En deçà et aux alentours de la température  $Ac_1$  il y a l'adoucissement, la recristallisation, la détente [24].



**Figure II.4:** Les différents cycles thermiques du recuit [24]

### **II.3.2. Traitement thermique de remise en solution**

Le traitement de remise en solution, également appelé « hypertrempe » Dans le cas du traitement thermique des métaux dit trempés on réalise une opération visant à refroidir l'acier. La vitesse critique de trempe est la vitesse de trempe minimale qui permet d'obtenir une structure entièrement martensitique. Cette vitesse dépend de la composition chimique de l'acier

## Les Traitements thermiques

et de son histoire antérieure (taille de grains austénitiques, condition d'austénitisation ...), ces paramètres permettent de définir la trempabilité. On peut classer les trempes par ordre de sévérité (pour les plus couramment utilisées) [24].



**Figure II.5** : Les Type de refroidissements [24].

### **II.3.2.1. La trempe dans la masse**

C'est un traitement de trempe pour toute la pièce jusqu'à au cœur afin d'obtenir les propriétés souhaitables par le changement de la microstructure [24].

### **II.3.2.2. La trempe superficielle**

C'est un traitement local qui ne trempe qu'une mince couche superficielle, tout en laissant intacte la couche sous-jacente (noyau ductile). Il existe beaucoup de pièces mécaniques qui ne subissent l'usure qu'à la surface et nécessitent un cœur ductile (résistant aux charges dynamiques) [24].

### **II.3.3. Revenu**

Le revenu est généralement pratiqué après trempe. On cherche à supprimer les contraintes internes et à diminuer la fragilité des pièces trempées tout en conservant une dureté suffisante. Le chauffage de l'acier trempé est effectué à une température inférieure à AC1, suivi d'un maintien à cette température et d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante (la fragilité du métal dépend de la vitesse de refroidissement) [24].

L'importance de suppression des contraintes est d'autant plus complète que la température du revenu est élevée et que le temps de maintien est grand. Pour éviter un flambage il faut refroidir lentement mais pas trop (risque fragilisation du métal) [24]

## Les Traitements thermiques

### **II.4. Les traitement thermique des superalliages**

Les traitements thermiques des superalliages, joue un rôle important, car il conditionne la stabilité des phases. Il a une influence sur la structure, les propriétés mécaniques (tels que dureté, fluage, résistance à la rupture) et résistance la corrosion sèche [24].

Les traitements thermiques consistent en général en une seule remise en solution dans la matrice austénitique  $\gamma$  des différentes phases à une température comprise entre 1040-1230°C.

Par effet d'homogénéisation, elle prépare la matrice à la précipitation uniforme de  $\gamma$  durant les traitements des revenus. Une série de revenus est ensuite établé, pour précipiter et développer les majeures phases de durcissement. Pour la résistance au fluage, la précipitation de  $\gamma'$  se fait entre 840°C-1100°C [24].

La réalisation de séquences de déformation à des niveaux de température particuliers suivies ou non de refroidissements contrôlés permet, par ailleurs, d'obtenir des microstructures à très hautes caractéristiques, par recristallisations successives. Ces méthodes, décrites sous l'appellation de traitements thermomécaniques [24].

Les traitements thermiques proprement dits s'effectuent sans déformation et correspondent d'une part aux mises en solution, stabilisation ou précipitation qui vont permettre d'adapter la microstructure initiale et de déterminer les propriétés en service et, d'autre part, aux traitements d'adoucissement et de relaxation des contraintes liées au forgeage, au soudage, à l'usinage, etc.

La structure métallurgique des superalliages est composée de plusieurs phases :

- Une matrice austénitique  $\gamma$  cubique à face centrée, stable dans le cas des alliages fer/nickel pour une teneur supérieure à 25 % de Ni ;
- Une phase durcissant intermétallique ordonnée  $\gamma'$  [ $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ ] ou [ $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ] représentant 30 à 70 % de fraction volumique de carbures primaires le plus souvent de type MC (ou parfois  $\text{M}_6\text{C}$ ), répartis aléatoirement, et secondaires  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , situés préférentiellement aux joints de grains. Des borures s'ajoutent ou se substituent quelquefois au  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ;
- des phases secondaires TPC (Topologically Compact Phases) sous forme d'aiguilles ou de plaquettes, telles que les phases  $\sigma$ ,  $\delta$  ou de Laves, fragiles et généralement nocives ;
- des oxydes fins dispersés dans le cas particulier des alliages à dispersion d'oxydes.

Les traitements thermiques seront organisés pour favoriser l'état métastable de structure biphasée [24].

# **Chapitre III**

# **Matériau et Méthodes**

# **Expérimentales**

## Matériau et méthodes expérimentales

### III.1. Matériau étudié

L'alliage utilisé au cours de cette étude nous a été fourni par la société air Algérie, sous forme d'une plaquette 15 cm longueur et de 8 cm de largeur et l'épaisseur 0.8mm.

#### III.1.1. Découpe et repérage des échantillons

Nous avons découpé des pièces de 5 mm large et 10mm de longueur avec une scie à ruban. Dans l'atelier département de mécanique blida1, les pièces sont repérées par les lettres A (aire), E (eau), et H (huile), ayants subis les traitements suivants :

- une mise en solution à 1050°C pendant des temps de maintien de 2 à 6 heures
- Refroidissement selon 3 modes huile eau et air
- Un revenu à 850°C pendant 4 heures (fautes de matières et de moyens de caractérisation)

#### Figure III.1 et Figure III.2

En effet, on effectue un premier revenu dans un domaine de l'ordre de 800 à 1 050 °C, engageant la précipitation d'un grand nombre de particules  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ) stables, puis un second à une température plus basse, complétant cette précipitation pour accroître la fraction volumique de  $\gamma'$  [19]

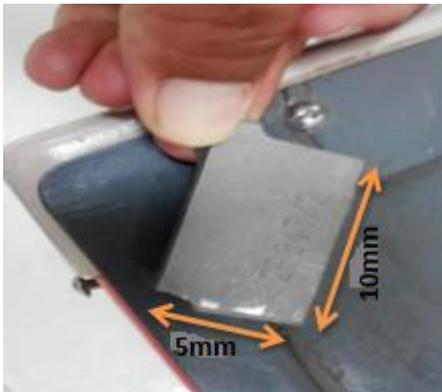


Figure III.1 : l'échantillon



Figure III.2 : scie mécanique

## Matériau et méthodes expérimentales

Cette image (**Figure III.3**) montre le four à résistances (Nabertherm) dans lequel les trois échantillons ont subi le traitement thermique



**Figure III.3:** Le four Nabertherm.

### III.1.2. Composition chimique de l'alliage

La composition chimique a été effectuée au **Research Center In Industrial Technologies -CRTI-ex CSC/ chéraga**

```
PM Smart SNr. 57U0042   Optik Nr. 57U0046
Echantillon   : ECH N°3 NI CHENITI
Alliage      : Ni_T_600   Mode       : PA 07/06/2021 13:15:00
```

	Ni	Si	Mn	Cr	Mo	Cu	Fe
1	61.5	0.250	< 0.0010	17.9	10.9	> 0.200	5.15
2	61.4	0.254	< 0.0010	18.1	10.9	> 0.200	5.04
3	62.0	0.245	< 0.0010	18.6	10.3	> 0.200	4.88
<b>Moyenne</b>	<b>61.6</b>	<b>0.250</b>	<b>&lt; 0.0010</b>	<b>18.2</b>	<b>10.7</b>	<b>&gt; 0.200</b>	<b>5.02</b>

	Co	Ti	Al	Nb	W	V	C
1	0.141	0.152	0.149	> 3.00	0.105	0.0790	0.0406
2	0.139	0.157	0.146	> 3.00	0.117	0.0787	0.0341
3	0.130	0.147	0.138	> 3.00	0.0963	0.0808	0.0207
<b>Moyenne</b>	<b>0.136</b>	<b>0.152</b>	<b>0.144</b>	<b>&gt; 3.00</b>	<b>0.106</b>	<b>0.0795</b>	<b>0.0318</b>

	P	S	Sn	B
1	0.0175	0.0366	< 0.0010	0.0019
2	0.0164	0.0350	0.0013	0.0017
3	0.0092	0.0322	< 0.0010	0.0018
<b>Moyenne</b>	<b>0.0144</b>	<b>0.0346</b>	<b>&lt; 0.0010</b>	<b>0.0018</b>

**Tableau III.1 :** Composition chimique de notre échantillon

Ainsi, nous remarquons que l'alliage considéré est un super alliage au Nickel qui possède une teneur élevée en Chrome, Molybdène et niobium

## Matériau et méthodes expérimentales

Le niobium est présent dans les phases durcissant ( $\gamma'$  et  $\gamma''$ ) mais aussi dans la phase  $\delta$ . La température de solvus de la phase  $\delta$  dépend de la fraction en niobium de l'alliage.

### III.1.3. Le Traitement thermique

### III.3. Les cycles thermiques appliqués

Les traitements thermiques ont été faits au niveau de labo mécanique de l'université dans un four de marque Nabertherm par des cycles thermiques suivants :

- ❖ Echantillon 1 : c'est un échantillon brut il n'a pas subi aucun traitement.
- ❖ Autres Echantillons : il a subi à une température :
  - En phase 1: 1050°C pendant de 2 heures /4 heures /6heures.
  - En phase 2(revenu) : 850°C pendant 4heures.

**En phase 1 (trempe) :** on chauffe les échantillons à une température appropriée dans notre cas 1050°C pendant de 2 heures /4 heures /6heures. (Austénitisation ou mise en solution) refroidir à une vitesse adéquate la pièce en la plongeant dans de l'eau ou de l'huile ou par l'air.

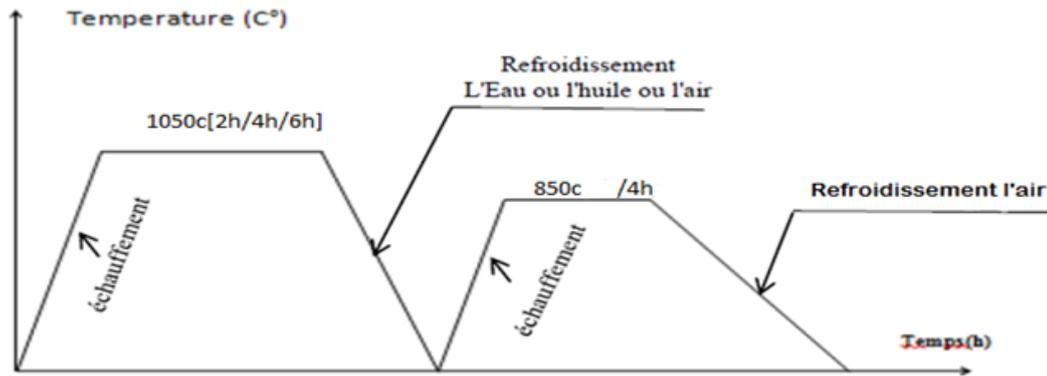
Il a été refroidi :

- ❖ Echantillon E : dans l'eau.
- ❖ Echantillon A : dans l'air.
- ❖ Echantillon H : dans l'huile.

**En phase 2 (revenu) :** on a met tous les échantillons au four à 850°C pendant 4heures pour éliminer les contraintes et la fragilisation provoquées par la trempe et obtenir les propriétés mécaniques requises.

Ils ont été refroidis à l'air.

## Matériau et méthodes expérimentales



**Figure III.8 :** La courbe 1 de traitements thermiques avec les différentes températures et termes de temps de maintien.

Plusieurs traitements thermiques ont été effectués sur des échantillons de l'alliage à l'état de réception. Les échantillons A2, A4, A6, E2, E4, E6, H2, H4, H6, SR (Sans Revenu) dont la composition chimique est indiquée sur le **tableau III.1**, ont été utilisés.

Le four utilisé est un four classique qui fonctionne sous air et peut monter jusqu'à 1050°C. A la fin de chaque cycle de traitement thermique, les échantillons sont refroidis par trempage à l'eau ou huile ou l'air. **tableau III.2**

Mode de refroidissement	Eau	Huile	Air
le traitement : chauffage à 1050 °C puis refroidissement. Temps de maintien (heures)			
2h	E2	H2	A2
4h	E4	H4	A4
6h	E6	H6	A6

**Tableau III.2 :** codification des échantillons selon le traitement réalisé

## Matériau et méthodes expérimentales



**Figure III.9:** les échantillons après le traitement

(Dans le laboratoire SDM du département de mécanique de l'université de Blida 1)

### **III.2. Méthodes expérimentales**

Pour caractériser et identifier les phases et les précipités présents dans l'alliage à l'état de réception ou après traitements thermiques, nous avons utilisé différentes techniques expérimentales :

- la diffraction des rayons X (DRX)
- des observations par microscopie optique (MO)
- Microscopie électronique à balayage (MEB)
- Essai de traction

#### **III.2.1 Préparation**

L'échantillon est coupé à l'aide d'une scie ou d'une meule. Le plus doucement possible en lubrifiant un maximum de telle sorte que l'échantillon ne présente pas d'échauffement ou de déformation qui peut brouiller ou modifier la microstructure et qui donc rend l'échantillon non représentatif de la vraie microstructure de celui-ci.

### **III.2.1.1 Manipulation et enrobage**

La manipulation des échantillons prélevés nécessite leur enrobage dans des montages mécaniques ou en matières plastiques durcissant à chaud (Bakélite), afin de faciliter le polissage manuel de petits échantillons ou le polissage automatique de séries d'échantillons afin d'éviter l'arrondissement des bords des pièces.

### **III.2.1.2 Le polissage**

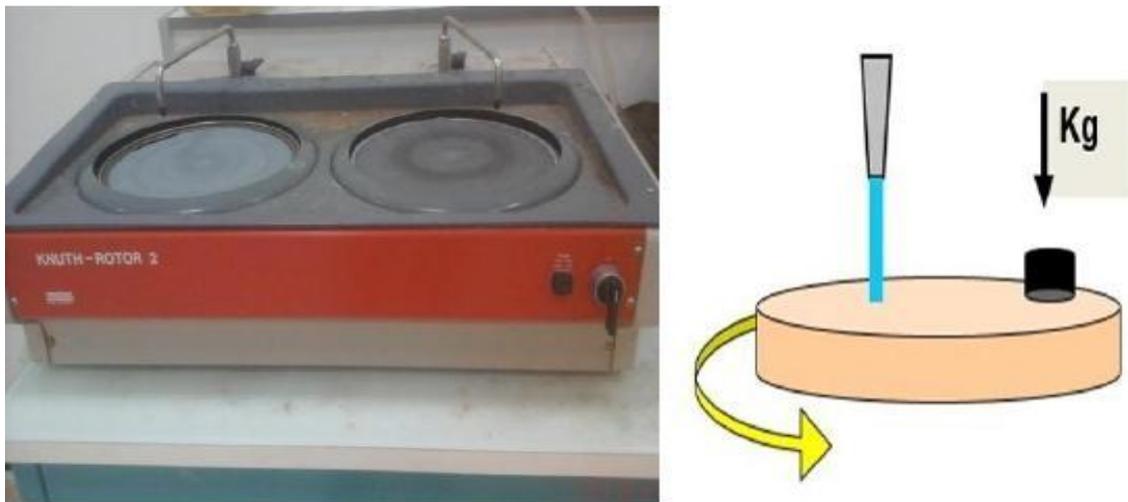
Le traitement de polissage réalisé sur les pièces est un polissage mécanique manuel. Le polissage proprement dit pour buts principaux l'obtention d'une surface plane de rugosité minimale, mais également l'élimination de la couche superficielle de l'échantillon dont la microstructure pourrait être non-représentative du matériau (couches d'oxydes ou écrouissage provenant de la découpe...).

Le polissage est l'action de polir, de rendre uni et luisant par le frottement. Il est une composante de la finition des pièces mécaniques par laquelle on s'attache non seulement à respecter les cotes imposées, mais en plus à obtenir un bel aspect, un fini. Ou un état de surface de haute qualité. Il s'effectue généralement en deux étapes. La première consiste en un polissage grossier de la surface. Les échantillons sont polis à l'eau (pour éviter tout échauffement du matériau) avec du papier abrasif en passant vers des grains de plus en plus fins (280, 400, 600, 1200) grain / cm. Entre chaque papier, il faut, croiser la direction de polissage : pour un papier donné, on polit toujours dans le même sens, et on croise les sens d'un papier à l'autre, ce qui permet de faire ressortir les rayures résiduelles de l'étape précédente.

- ❖ Ne pas exercer une pression trop élevée sur l'échantillon.
- ❖ Ne pas utiliser un drap pollué et trop élastique.
- ❖ Éviter l'échauffement de l'échantillon.

## Matériau et méthodes expérimentales

La deuxième étape, appelée polissage fin, est effectuée à l'aide d'un drap contenant un oxyde de l'aluminium, pour éliminer d'une part les rayures (des lignes (stries) observées sur la surface de l'échantillon) produites par des arrêtes tranchantes ou (et) des particules abrasifs et d'autre part pour conserver une planéité optimale sur tous types d'échantillon. Pour ces deux stades, le rinçage de l'échantillon, voir ce passage dans un bain à l'eau, est requis à chaque changement de papiers abrasifs et de drap afin d'éviter que des particules de grand diamètre ne polluent le stade de polissage à plus faibles granulométrie.



**Figure III.4:** machine de Polissage.

(Laboratoire SDM du département de mécanique de l'université de Blida 1)

### **III.2.1.3 Préparation des échantillons**

La préparation des éprouvettes destinées à l'étude microscopique est divisée en plusieurs étapes : le découpage, l'enrobage, le polissage, l'attaque révélatrice de la microstructure.

Par la suite, on effectue un enrobage au moyen de résine, afin de permettre une manipulation plus aisée de l'échantillon et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage. Ensuite, on effectue un polissage mécanique avec du papier abrasif cité précédemment en passant vers des grains de plus en plus fins puis on utilise l'alumine pour éliminer les rayures. En effet, pour pouvoir observer les détails microscopiques de la structure, il faut éliminer les rayures.

## Matériau et méthodes expérimentales



**Figure III.5 :** machine de l'enrobage



**Figure III.6 :** Support disque de résine.

(Laboratoire SDM du département de mécanique de l'université de Blida 1)

### **III.2.2 Procédure d'attaque pour métallographie optique**

L'attaque des échantillons met en évidence la morphologie des grains, les défauts ou irrégularités de la surface, les sous-structures, les précipités, les inclusions, etc. La méthode d'attaque utilisée est l'attaque chimique qui provoque une dissolution différentielle des cristaux suivant leur orientation, des phases suivant leur nature ou une attaque spécifique aux joints de grains. Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces dans ce travail, on a utilisé l'eau régale de composition chimique ( $\text{HNO}_3$  69-71% + hydrochloric acid 35-38%), comme réactif. La durée de l'attaque est de 10 minutes. (Tableau III.3)

## Matériau et méthodes expérimentales

Métaux	Réactifs (composition)	Durée et température d'attaque	Effet
Cuivre et laitons	HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 10 à 50 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 100 cm <sup>3</sup>	quelques minutes 20 °C	macrostructure
	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> ..... 10 g H <sub>2</sub> O ..... 100 cm <sup>3</sup>	1 min 20 à 90 °C	microstructure
	réactif de Tucker : HCl 12N (densité 1,18) ..... 45 cm <sup>3</sup> HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 15 cm <sup>3</sup> HF (à 48 %) ..... 15 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 25 cm <sup>3</sup>	10 à 30 s 20 °C (utiliser frais)	macrostructure
Aluminium et ses alliages	NaOH (densité 1,33) ..... 1 g H <sub>2</sub> O ..... 100 cm <sup>3</sup>	5 à 10 s 20 °C	microstructure
	eau régale : HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 25 cm <sup>3</sup> HCl 12N (densité 1,18) ..... 75 cm <sup>3</sup>	1 à 10 min 20 °C	macrostructure
Nickel et ses alliages	HCl 12N (densité 1,18) ..... 50 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 50 cm <sup>3</sup>	15 à 60 min 70 à 80 °C	macrostructure
	HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 10 à 30 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 100 cm <sup>3</sup>	30 min 20 °C	macrostructure
Aciers au carbone et aciers alliés	réactif cuivrique de Oberhoffer : FeCl <sub>3</sub> ..... 30 g CuCl <sub>2</sub> ..... 1 g SnCl <sub>2</sub> ..... 0,5 g HCl 12N (densité 1,18) ..... 50 cm <sup>3</sup> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH (densité 0,95) ..... 500 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 500 cm <sup>3</sup>	30 s à 2 min 20 °C	ségrégations
	réactif Nital : HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 1 à 3 cm <sup>3</sup> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH (densité 0,95) ..... 100 cm <sup>3</sup>	5 s à 2 min 20 °C	microstructure
	réactif au picrate de sodium : NaOH (densité 1,33) ..... 25 g H <sub>2</sub> O ..... 75 cm <sup>3</sup> acide picrique ..... 2 g	10 min 50 °C	noircissement de la cémentite jusqu'à 10 % Cr
	réactif de Murukami : K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ] ..... 10 g KOH (densité 1,33) ..... 10 g H <sub>2</sub> O ..... 100 cm <sup>3</sup>	35 s à 5 min 20 à 50 °C (utiliser frais)	attaque des carbures alliés
Aciers spéciaux	réactif à l'eau régale glycinée : HNO <sub>3</sub> 14N (densité 1,40) ..... 10 cm <sup>3</sup> HCl 12N (densité 1,18) ..... 20 à 40 cm <sup>3</sup> glycérol ..... 20 à 40 cm <sup>3</sup>	30 s à 20 min 20 °C	microstructure des aciers inoxydables et réfractaires
	HF 48 % ..... 10 cm <sup>3</sup> HNO <sub>3</sub> 14 N (densité 1,40) ..... 5 cm <sup>3</sup> H <sub>2</sub> O ..... 85 cm <sup>3</sup>	10 s 20 °C	microstructure

Tableau III.3 : Réactifs d'attaque chimique [19].

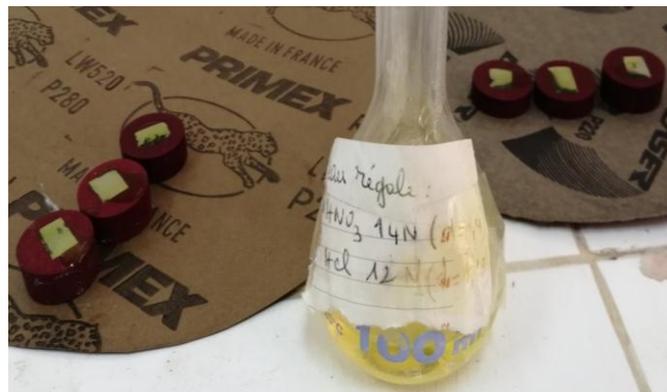


Figure III.7 : l'eau régale

(Laboratoire SDM du département de mécanique de l'université de Blida 1)

### III.2.3 Microscopie optique

Le microscope optique est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image afin qu'il soit observable à l'œil nu. Il est utilisé en métallurgie et en métallographie pour examiner la structure d'un métal ou d'un alliage.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille.

La microscopie optique a été réalisée sur un microscope qui permet l'observation des échantillons, avec un grossissement qui varie de x100 à x200. Les micrographies ont été acquises numériquement à l'aide d'une caméra.

D'après la figure II.1, la courbe  $\gamma''$  et pour suffisamment de niobium, de titane et d'aluminium sont présents,  $\gamma''$  précipite sous forme d'un fin dispersoïde  $Ni_3(Nb + Ti + Al)$  dans la plage de température de 590 à 760°C. La structure cristalline de  $\gamma''$  est tétragonale centrée sur le corps (BCT) avec un arrangement ordonné d'atomes de nickel et de niobium, comme le montre la figure I.3.5. BCT  $\gamma''$  et la matrice en alliage 625 face centrée (FCC). Ce décalage de réseau conduit à des déformations de cohérence élevée qui, constituent les principaux mécanismes de renforcement.

La phase gamma prime ( $\gamma'$ ) a une structure cubique à faces centrées (FCC) et a une fenêtre d'instabilité entre 600°C et 850°C, à l'intérieur de laquelle  $\gamma'$  se transformera en phase hexagonale compacte (HCP). La formation de ( $\gamma'$ ) et sa transformation ultérieure peuvent en partie expliquer les mauvais résultats des essais de fluage obtenus avant que les niveaux d'aluminium et de titane ne soient intégrés

Pour les applications à des températures inférieures à 650 °C, la phase gamma double prime ( $\gamma''$ ) est normalement utilisée pour renforcer les superalliages à base de nickel.  $\gamma''$  a une structure tétragonale centrée (BCT) et possède généralement la composition  $Ni_3Nb$ .

Le type de carbure qui se forme dépend de la température. À des températures plus élevées, comprises entre 870 et 1038 °C, les carbures qui se forment sont à la fois NbC (sous forme de couches minces de joints de grains) et MC, où M est principalement Ni, Cr et Mo. À des

## Matériau et méthodes expérimentales

températures comprises entre 705 et 915 °C, les carbures sont principalement  $M_{23}C_6$ , où M est presque entièrement Cr. Après des traitements thermiques à température intermédiaire de l'ordre de 870°C, les trois carbures peuvent généralement être trouvés.

Les carbures  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  ont généralement des formes irrégulières en blocs et se présentent sous la forme d'une série de particules aux joints de grains distinctes.

Les carbures aux joints de grains nuisent non seulement aux performances de corrosion de l'alliage, mais également à ses performances mécaniques. La présence de précipités  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  en particulier peut réduire drastiquement la ductilité et la ténacité. Heureusement, les carbures peuvent être facilement éliminés par recuit en solution à 1093°C ou plus. A 1093°C, ils seront généralement éliminés après un temps d'exposition d'environ une heure.

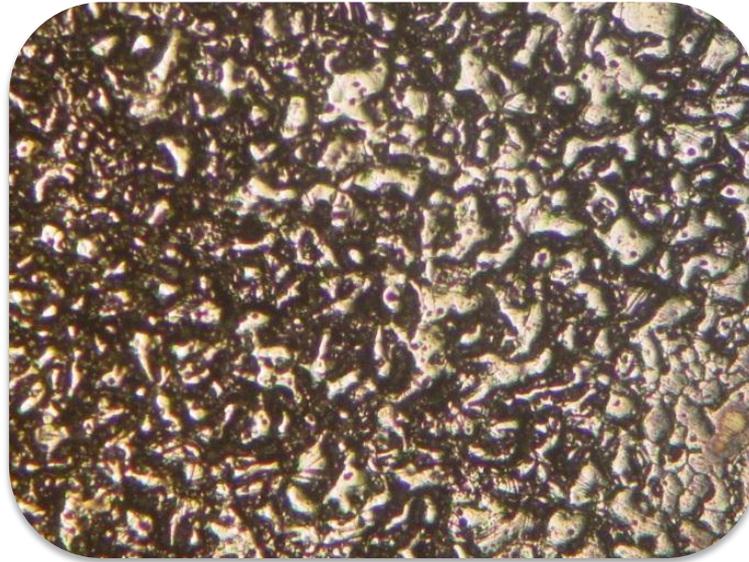
La phase delta peut également se former en tant que produit de transformation de  $\gamma''$ , qui devient instable au-dessus d'environ 650°C. Bien que les précipités de phase Delta soient incohérents et que leur précipitation soit connue pour réduire la résistance des alliages renforcés de  $\gamma''$ , la précipitation contrôlée de la phase Delta a des effets bénéfiques comme la stabilisation des grains.

Bien que leurs effets ne soient pas aussi sévères que ceux des carbures  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$ , la présence de phase Delta réduira la ductilité et la ténacité. La phase Delta peut être remise en solution par recuit à 1093°C ; cependant, des temps de recuit beaucoup plus longs sont nécessaires que dans le cas des carbures.[28]

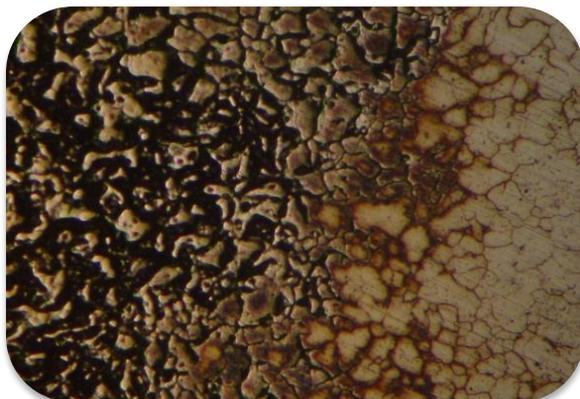
## Matériau et méthodes expérimentales

### III.2.3.1 Les micrographies optiques obtenues :

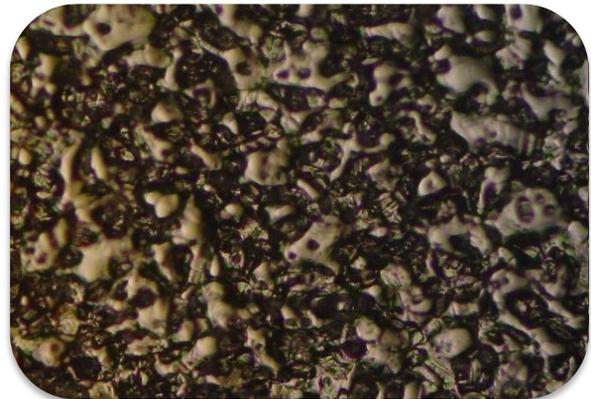
Micrographie optique montrant des précipités de phase en forme d'aiguille dans un échantillon d'alliage 625.



**Figure : micrographies x100** l'échantillon Brut



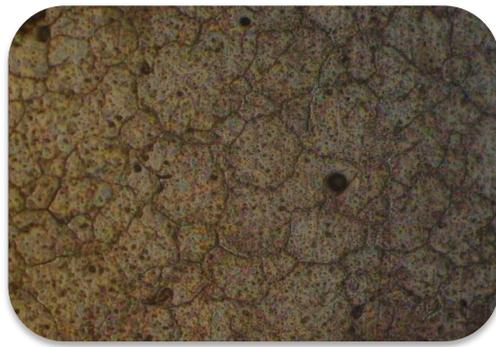
x100



x200

**Figure : micrographies x100et x200 pour L'échantillon SR (sans revenu) traités à 1050°C pendant 6h refroidissement à l'huile**

## Matériau et méthodes expérimentales



x200

• H2



x100

• H2



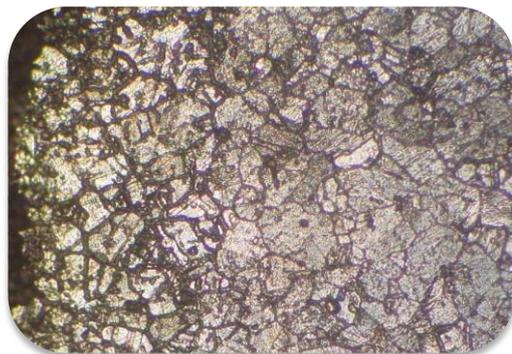
x100

• H4



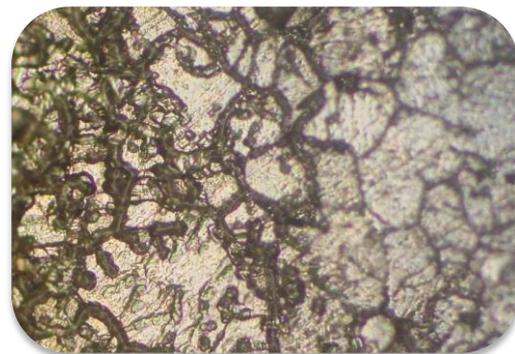
x200

• H4



x100

• H6

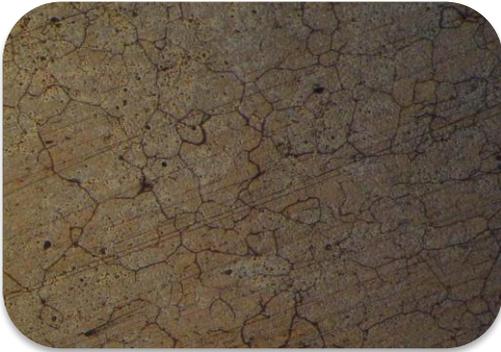


x200

• H6

**Figure : micrographies x100 et x200 des échantillons traités à 1050°C pendant 2, 4 et 6h refroidissement à l'Huile (H) avec un revenu à 850°C pendant 4h**

Matériau et méthodes expérimentales



x100

• E4



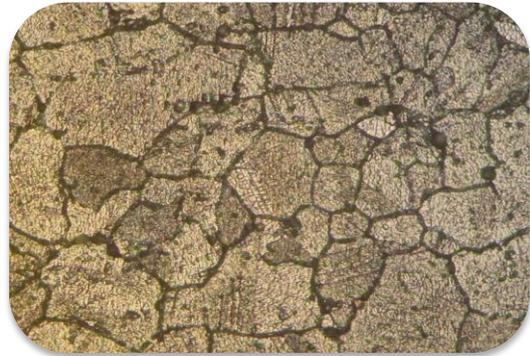
x200

• E4



x100

• E2



200

• E2



x100

• E6

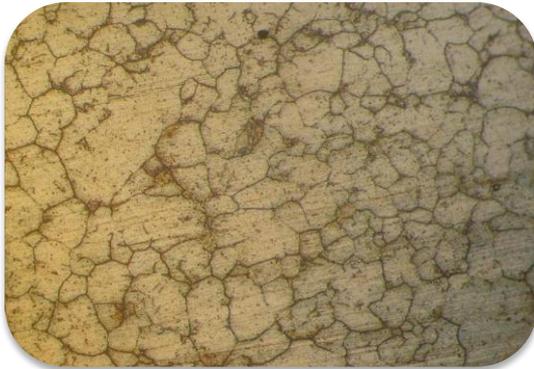


x200

• E6

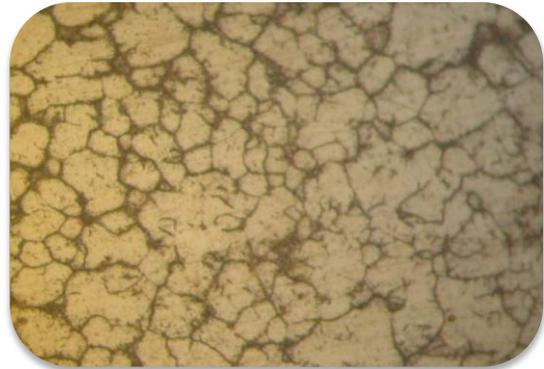
## Matériau et méthodes expérimentales

**Figure : micrographies x100 et x200 des échantillons traités à 1050°C pendant 2, 4 et 6h refroidissement à l'Eau (E) avec un revenu à 850°C pendant 4h**



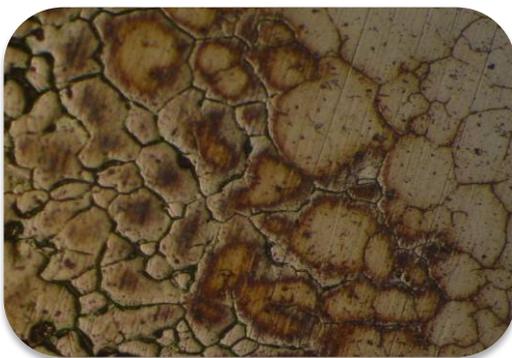
x100

• A2



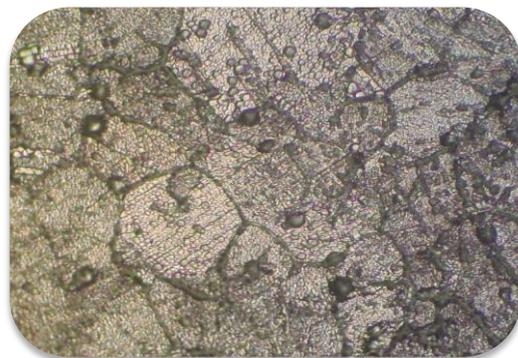
x200

• A2



x200

• A6



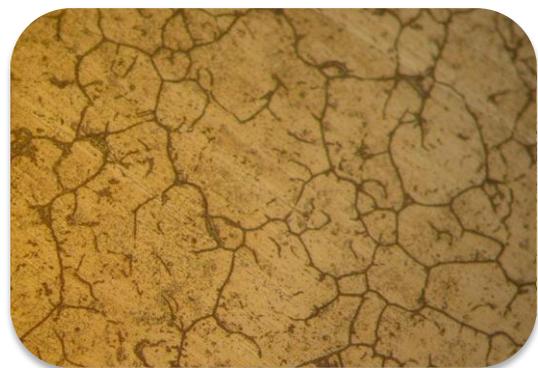
x100

• A6



x100

• A4



x200

• A4

## Matériau et méthodes expérimentales

### **Figure : micrographies x100 et x200 des échantillons traités à 1050°C pendant 2, 4 et 6h refroidissement à l'Air(A) avec un revenu à 850°C**

Le grossissement du grain est favorable à la bonne résistance mécanique des superalliages.

Les grains ont manifestement poussé avec l'augmentation de la température ou l'allongement du temps de maintien à des températures supérieures à 1050 °C. Cependant, à des températures inférieures à 1050 °C, le grossissement du grain était lent en raison de l'effet d'accrochage des particules de carbure sur les joints de grains.

En Brut et Sr l'échantillon a été fortement attaqué, E4 et A4 faiblement attaqué

### **III.3 Utilisation de « Image J » :**

Pour la détermination des tailles de grains et des fractions volumiques

On ouvre une photo on suit le processus à l'aide de « IMAGE J », Dès qu'on a la photo on doit calibrer l'échelle pour ce là on suit les étapes, on appuie on mesure et on aura un tableau qui affiche le résultat, Pour calculer la taille moyenne on sélectionne un segment qui contient un certain nombre de grains et on divise la longueur de ce segment par le nombre de grains qu'il contient; donc on a la taille moyenne.

Pour calculer la fraction massique ou volumique on suit le processus suivant :

Dans un premier temps on va jouer sur le contraste pour avoir seulement deux couleurs ça nous permet d'identifier les deux phases dont on va calculer leur fraction, On ensuite on appuie sur les différentes parties de la zone noire appuyant toujours sur le bouton shift de clavier. Pour avoir la fraction on divise la surface de la phase noire par la surface totale.

## Matériau et méthodes expérimentales

<b>Les échantillons</b>	<b>La taille de grains <math>\mu\text{m}</math></b>	<b>La fraction massique %</b>
<b>brut</b>	72	45
<b>SR</b>	94	44
<b>H2</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi à l'huile et revenu/4h refroidi a l'air)	97	84
<b>H4</b> (chauffé 1050°C/4h refroidi à l'huile et revenu/4h refroidi a l'air)	93	62
<b>H6</b> (chauffé 1050°C/6h refroidi à l'huile et revenu/4h refroidi a l'air)	107	68
<b>A2</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'air et revenu/4h refroidi a l'air)	56	73
<b>A4</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'air et revenu/4h refroidi a l'air)	116	80
<b>A6</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'air et revenu/4h refroidi a l'air)	108	61
<b>E2</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'eau et revenu/4h refroidi a l'air)	88	47
<b>E4</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'eau et revenu/4h refroidi a l'air)	88	81
<b>E6</b> (chauffé 1050°C/2h refroidi a l'eau et revenu/4h refroidi a l'air)	79	70

**Tableau III.3.1 : la Taille de grains et la fraction massique pour chaque échantillon**

## Matériau et méthodes expérimentales

On constate que, en globalité plus le temps de maintien augmente la taille de grains ainsi que la fraction massique de la phase obtenue néanmoins il est constaté qu'après traitement réalisé sans le revenu sur l'échantillon (SR) a permis une augmentation de taille de grains sans toutefois augmenter la fraction massique de la phase obtenue

Après traitement et refroidissement :

- A l'huile : il y eu diminution de 2 h à 4h puis augmentation des tailles de grains et des fractions massiques de 4 h à 6h
- A l'eau : augmentation des tailles des grains de 2 h à 4 h puis à 6h mais une augmentions des fractions massiques de 2 h à 4h puis diminution de 4 h à 6h
- A l'air : une augmentation des trailles de grains et des fractions massique de 2 à 4 h puis une diminution de ces deux paramètres à 6 h

Ces variations indiquent qu'une croissance indique la création d'une phase au détriment d'une disparition d'une autre et la variation des fractions massiques le prouve.

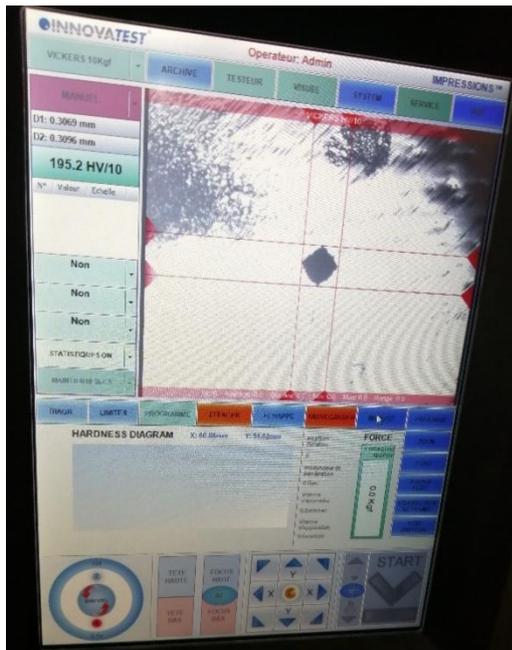
### **III.4. Condition de l'essai de dureté Vickers**

Nous avons travaillé sur le duromètre du laboratoire SDM du département de mécanique de l'université de Blida 1, nous avons utilisé les outils et les paramètres suivants :

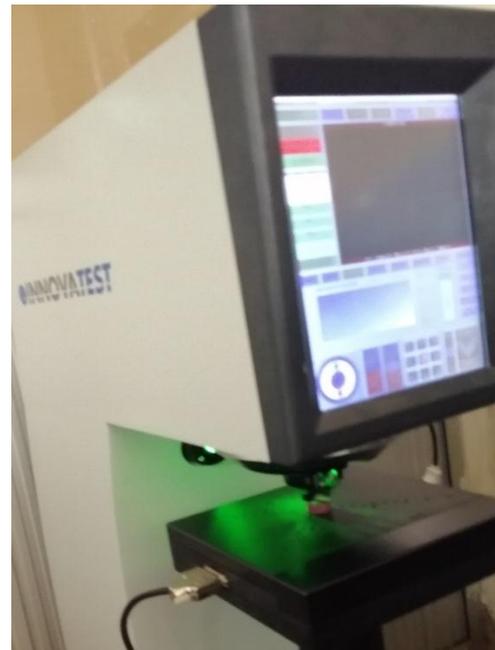
- appareil duromètre innova test
- Indenter HV diamant pyramide angle De pointe :  $136^{\circ}0' \pm 30$
- Charge 10kg
- Vitesse charge 15-75 $\mu$ m/s
- Temps de charge 10s.

Les figures (**Figure III. 10, Figure III.11**) montrent le duromètre innova test du laboratoire SDM du département de mécanique à l'université de Blida 1

## Matériau et méthodes expérimentales



**Figure III.10 :** une empreinte.



**Figure III.11:** Duromètre innovatest

État de surface soigné (on obtient de petites empreintes, la présence d'irrégularité gêne la lecture). En laboratoire. L'essai était simple et rapide. C'est un essai assez polyvalent qui convient aux matériaux tendres ou très durs. Il est utilisé généralement pour des pièces de petites dimensions. On prend pour chaque échantillon trois mesures de dureté Hv1/Hv2/Hv3 on exécute l'opération elle prend quelques secondes une fois est terminé on prend les mesures est calculé par un logiciel et les résultats affiche sur un écran intègre avec l'appareil

## Matériau et méthodes expérimentales

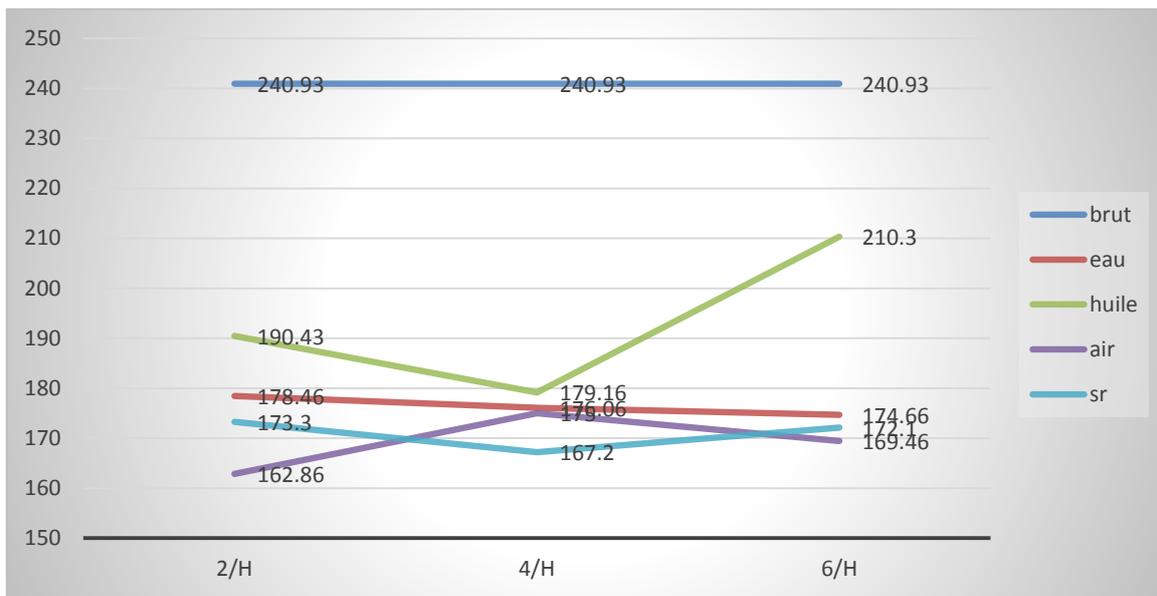
### II.5. Les résultats :

Dans notre cas, la gamme des traitements thermiques appliquée à l'inconel 625 consiste en un traitement de remise en solution à une température comprise entre 850°C et 1050°C.

- Les résultats de la dureté obtenus sont résumés sur le tableau ci-dessous.

#### III.5.1. Les résultats de la dureté :

Echantillons brut : Hv moy = 240.93 (Brut).



**Figure III.12 : Les résultats de la dureté (HV)**

L'abaissement de dureté entre l'échantillon brut et les autres échantillons traités est plutôt expliqué par le fait de ne pas avoir atteint des temps plus importants.

Le profil de dureté obtenu sur la figure III.12 montre une dureté moyenne plus élevée pour les échantillons refroidis à l'huile et à l'eau par rapport à l'échantillon refroidi à l'air.

Ainsi les traitements ont permis une précipitation qui a engendré non pas un durcissement de la matrice mais une diminution de la dureté voir une détente du matériau des contraintes internes

### **III.5.2 Le microscope électronique à balayage (MEB)**

On peut décrire brièvement le microscope électronique à balayage en le décomposant en quatre parties principales : un dispositif électronique qui produit un faisceau focalisé sur l'échantillon, un système porte échantillon, un système de détection de divers signaux qui seront utilisés pour faire l'image et une électronique de visualisation de l'image.

L'interaction entre les électrons et l'échantillon provoque la formation d'électrons secondaires de plus faible énergie. Ils sont amplifiés puis détectés et convertis en un signal électrique. Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la topographie de l'échantillon et de fournir une image en relief.

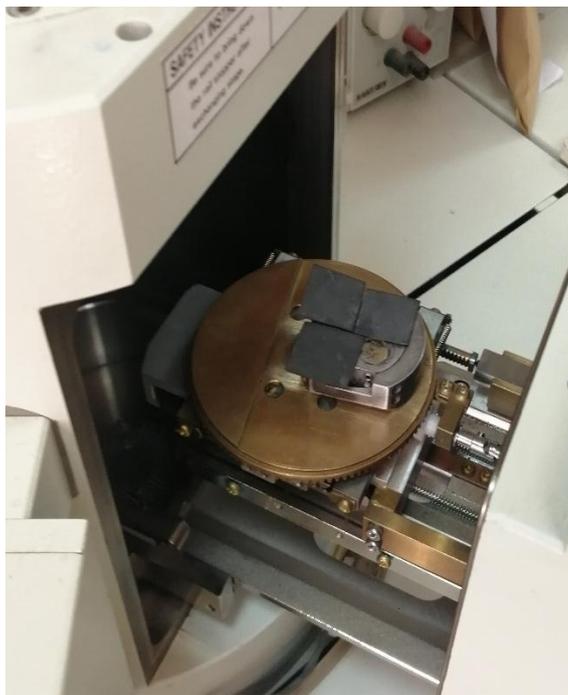
La préparation des échantillons est contraignante. Ils doivent être déshydratés puis subir un traitement pour devenir conducteur (fixation des tissus, nettoyage). L'échantillon est ensuite placé sur le porte-objet.

#### **Utilisation du microscope électronique à balayage**

Grâce au microscope électronique à balayage, il est possible de voir la surface d'objets, de bactéries, de matériaux... La grande profondeur de champ est un atout de ce microscope. La résolution (1 nanomètre) est en revanche moins bonne que celle du microscope électronique en transmission (0,1 nanomètre).

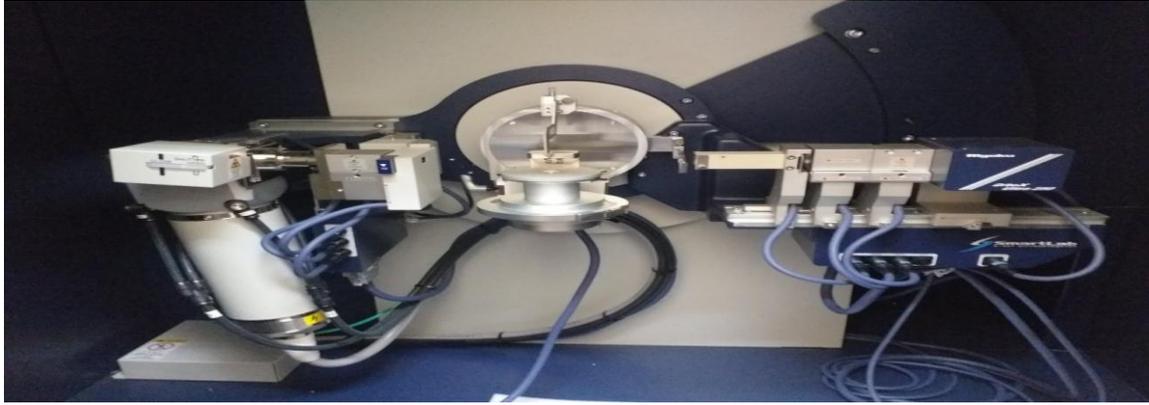
Nous avons réalisé des micrographies au Microscope électronique à Balayage du centre de développement des Technologies Avancées (CDTA) de Chéraga

## Matériau et méthodes expérimentales



**Figure III.13 : Le microscope électronique à balayage (MEB)**

**Le Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA)**



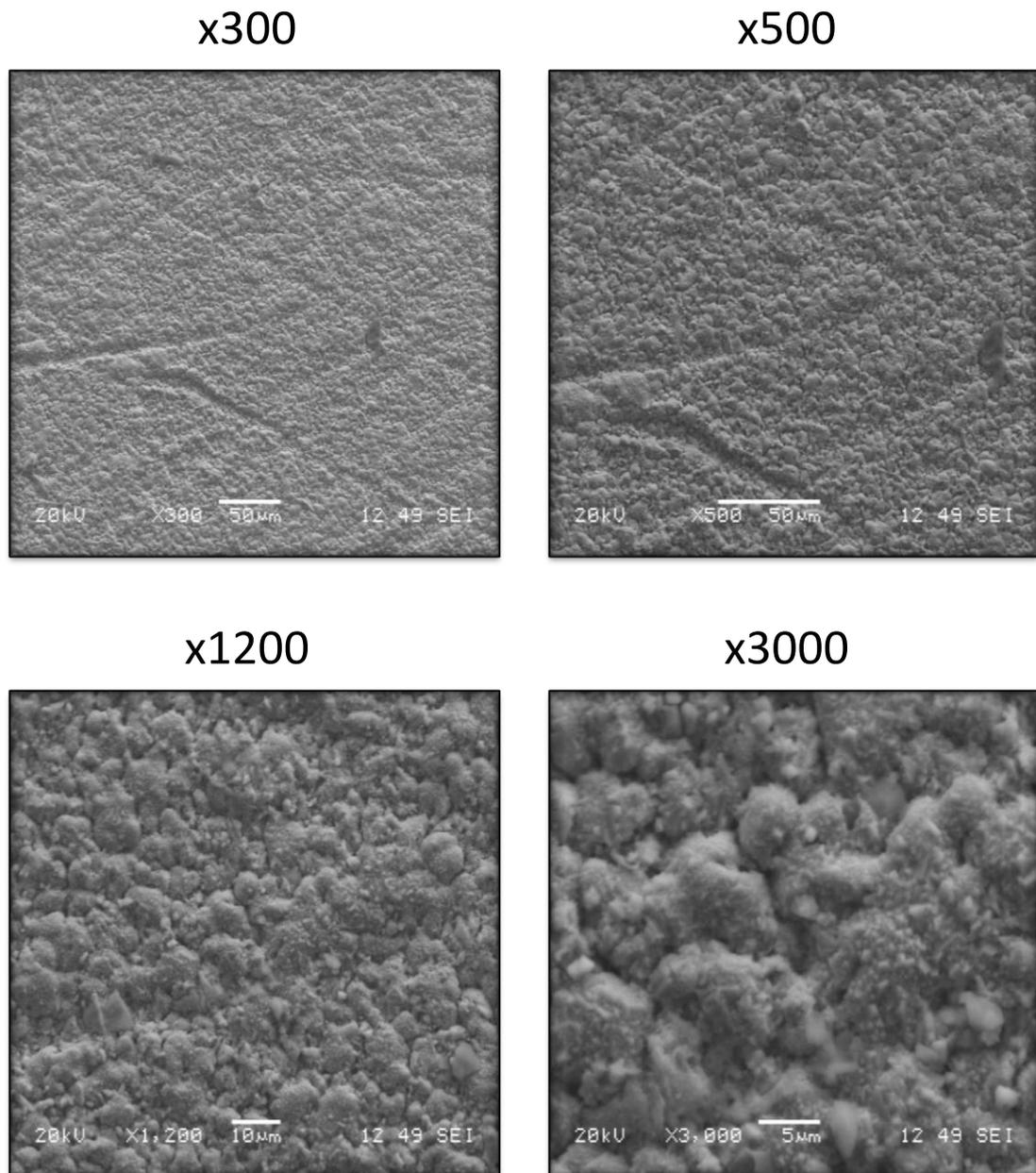
**Figure III.14 : Diffractomètre des rayons X (DRX Bruker)**

**Le Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA)**

**III.5.3 Les micrographies obtenues sur le MEB :**

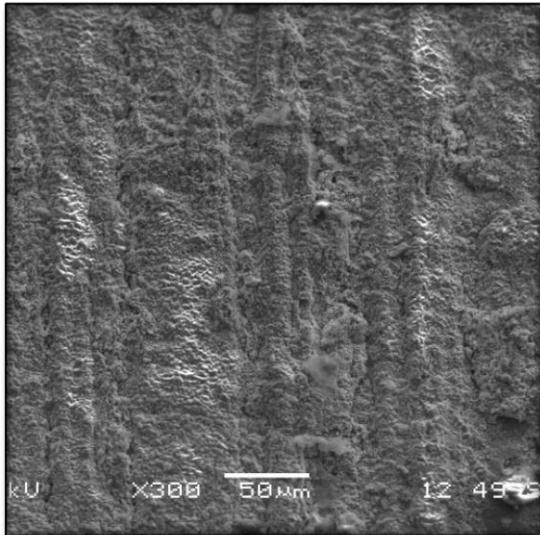
Des échantillons A6, E6, H6, SR : aux agrandissements de 300 à 3000 ont révélé une structure mode SEI

## Matériau et méthodes expérimentales

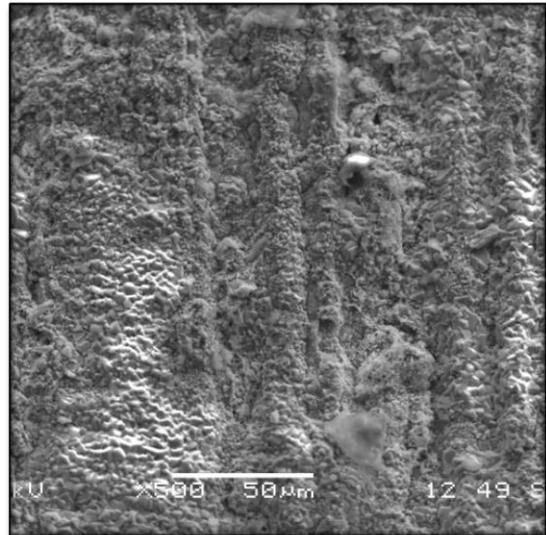


**Figure III.15.1** : l'échantillons refroidi a l'air A6 (chauffe 1050°C/6h refroidi à l'air et revenu/4h refroidi a l'air)

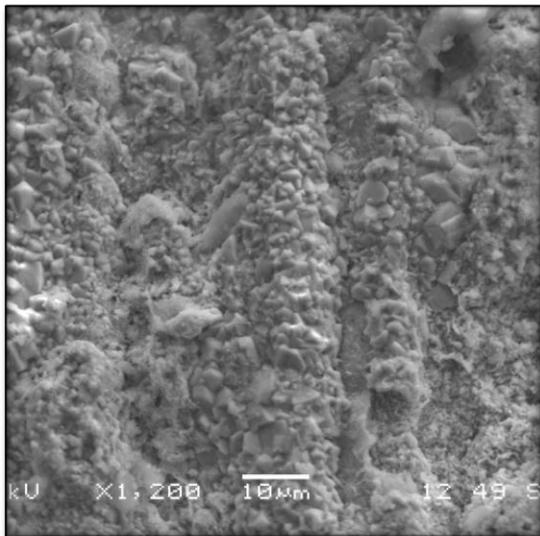
x300



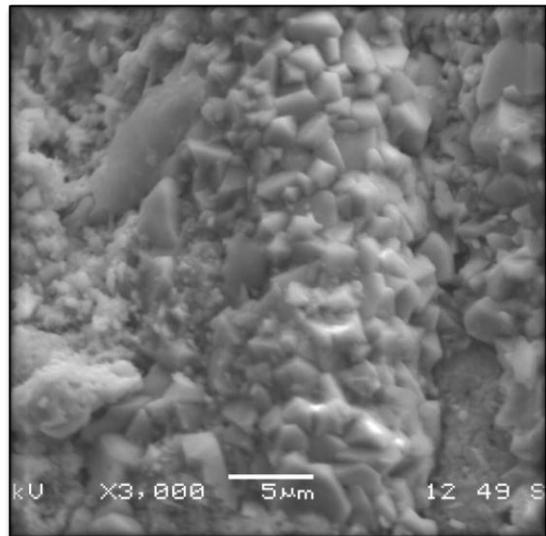
x500



x1200

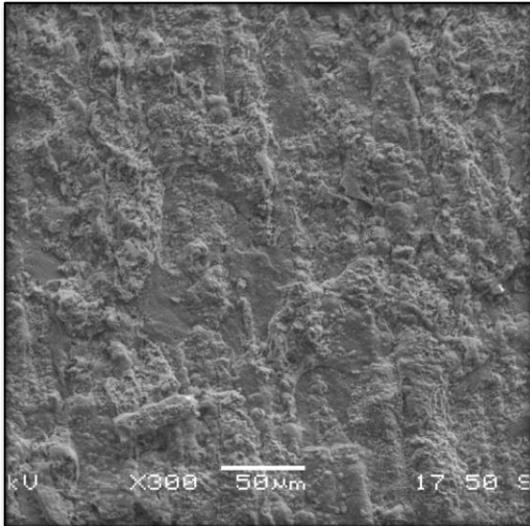


x3000

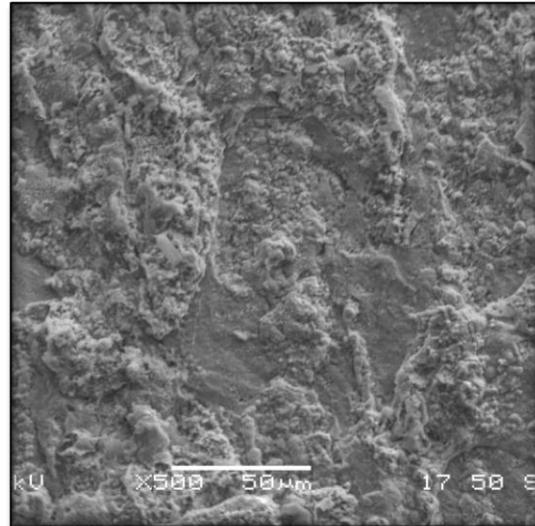


**Figure III.15.2 :** l'échantillons refroidi a l'eau E6 (chauffe 1050°C/6h refroidi à l'eau et revenu/4h refroidi a l'air)

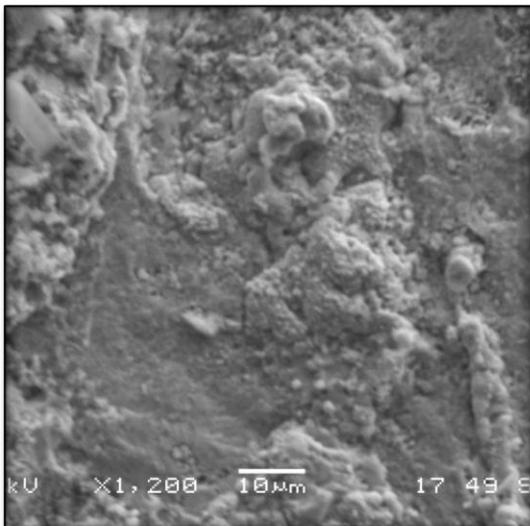
x300



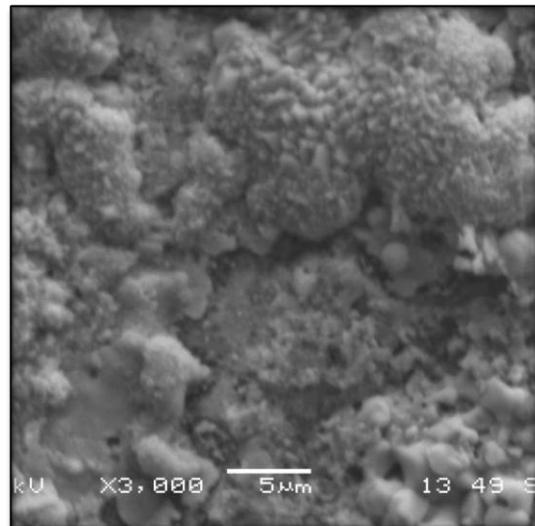
x500



x1200



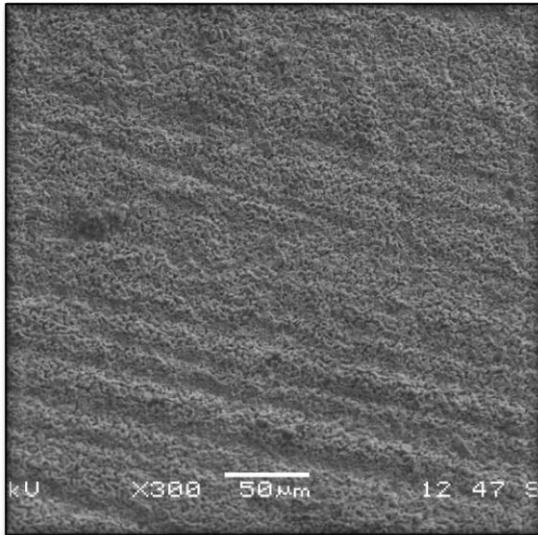
x3000



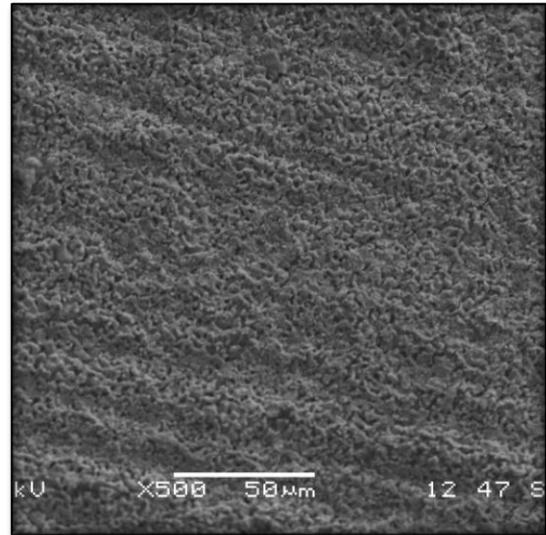
**Figure III.15.3** : l'échantillons refroidi a l'huile H6 (chauffe 1050°C/6h refroidi à l'huile et revenu/4h refroidi a l'air)

## Matériau et méthodes expérimentales

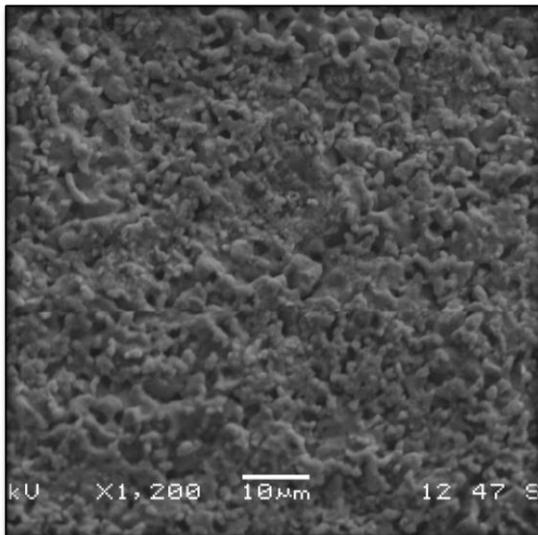
x300



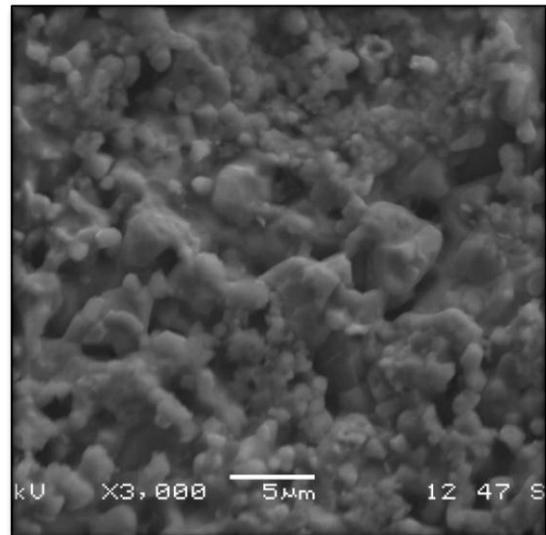
x500



x1200



x3000



**Figure III.15.4** : l'échantillon refroidi à l'huile sans revenu SR (chauffe 1050°C/6h refroidi à l'huile)

### **Interprétation :**

Selon l'observation ci-dessus, on constate que les propriétés mécaniques sont affectées par de nombreux facteurs, tels que précipités, granulométrie et conditions aux limites de grains,

## Matériau et méthodes expérimentales

### III.6. l'Essai de Traction

L'essai le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau est l'essai de traction. Cet essai est caractérisé par sa facilité de mise en œuvre et par la richesse des informations fournies.

On exerce une force de traction sur un barreau de dimension standardisée, jusqu'à sa rupture, en suivant un processus de mise en charge à une vitesse de déformation constante. L'éprouvette d'essai est prélevée dans le matériau à caractériser et usinée à des dimensions normalisées, afin d'assurer une meilleure comparaison des essais effectués dans différents laboratoires. Pour chaque type de matériau, il existe un type d'éprouvette n



**Figure III.16 :** machine de traction

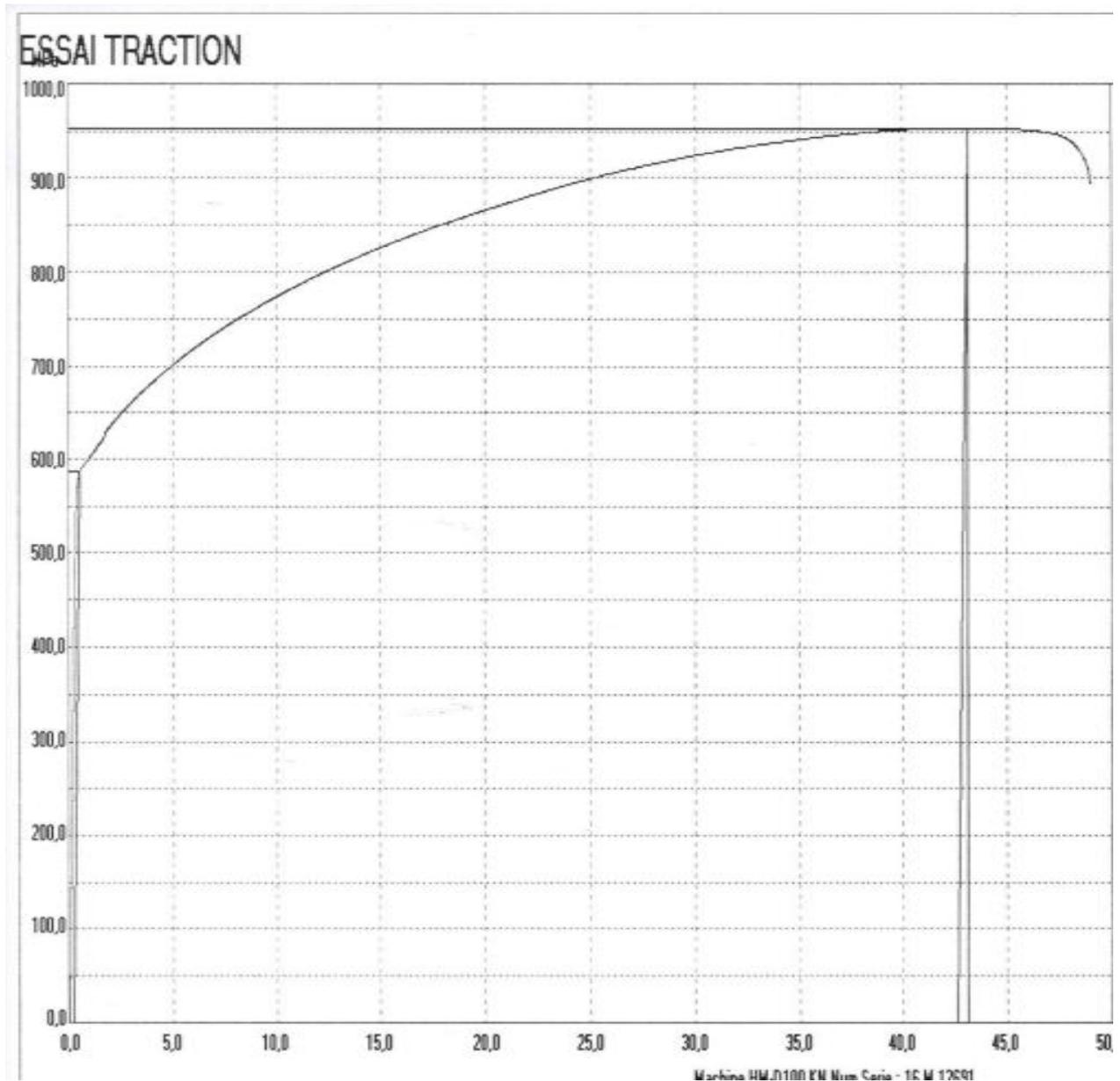


**Figure III.17 :** l'éprouvette

## Matériau et méthodes expérimentales



Date essai	01/06/2021 13:04:16		
Essai num	23		
Comm num	00000		
Pour	UNIVERSITE BLIDA		
Reference	EPROUVETTE N° 01		
Material	ACIER Ni		
Norme	ISO 6892 methode B		
Inspecteur	ZAIT RIAD		
Note 1	25.5 °C		
Note 2			
Note 3			
Eprouv nom			
Eprouv type	Plate		
Eppais T / (a)	0,80	mm.	
Larg W / (b)	12,30	mm.	
Diam D / (D)	0,00	mm.	
Long ini G/(Lo)	50,00	mm.	
Section A/(So)	9,84	mm <sup>2</sup>	
Force max (Fm)	9389	N.	
Resistenc Su/(Rm)	954,1	MPa	
Lim elast YS/(Rp0.2)	587,2	MPa	
Allong El / (A)	48,7	%	
Module E (kN/mm <sup>2</sup> )	188,06	kN/mm <sup>2</sup>	
ratio (Rm/Rp)	1,63		
Graph nom	C:\USERS\HOYTOM\DESKTOP\SAUVEGARDES\210524-1		



**Figure III.18 : courbe de traction obtenue à température ambiante avant le traitement de l'échantillon (brut)**

Les courbes des essais réalisés à température ambiante 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.

**Après le traitement de 6h : l'échantillon refroidi à l'huile H6 (chauffe 1050°C/6h refroidi à l'huile et revenu/4h refroidi a l'air)**

## Matériau et méthodes expérimentales

Date essai	23/09/2021 08:56:49		
Essai num	055		
Comm num			
Pour	UNIVERSITE TIPAZA		
Reference	PAS DE REF		
Material			
Norme	ISO 6892 methode B		
Inspecteur	SABER AZEBAOUI		
Note 1	20.0°C		
Note 2			
Note 3			
Eprouv nom			
Eprouv type	Plate		
Eppais T / (a)	0,80		mm
Larg W / (b)	12,20		mm
Diam D / (D)	0,00		mm
Long ini G/(Lo)	50,00		mm
Section A/(So)	9,76		mm <sup>2</sup>
Force max (Fm)	8089		N
Resistenc Su/(Rm)	828,8		MPa
Lim elast YS/(Rpn)(.2%)	374,8		MPa
Allong EI / (A)	53,0		%
Module E (kN/mm <sup>2</sup> )	189,55		kN/mm <sup>2</sup>
ratio (Rm/Rp)	2,21		

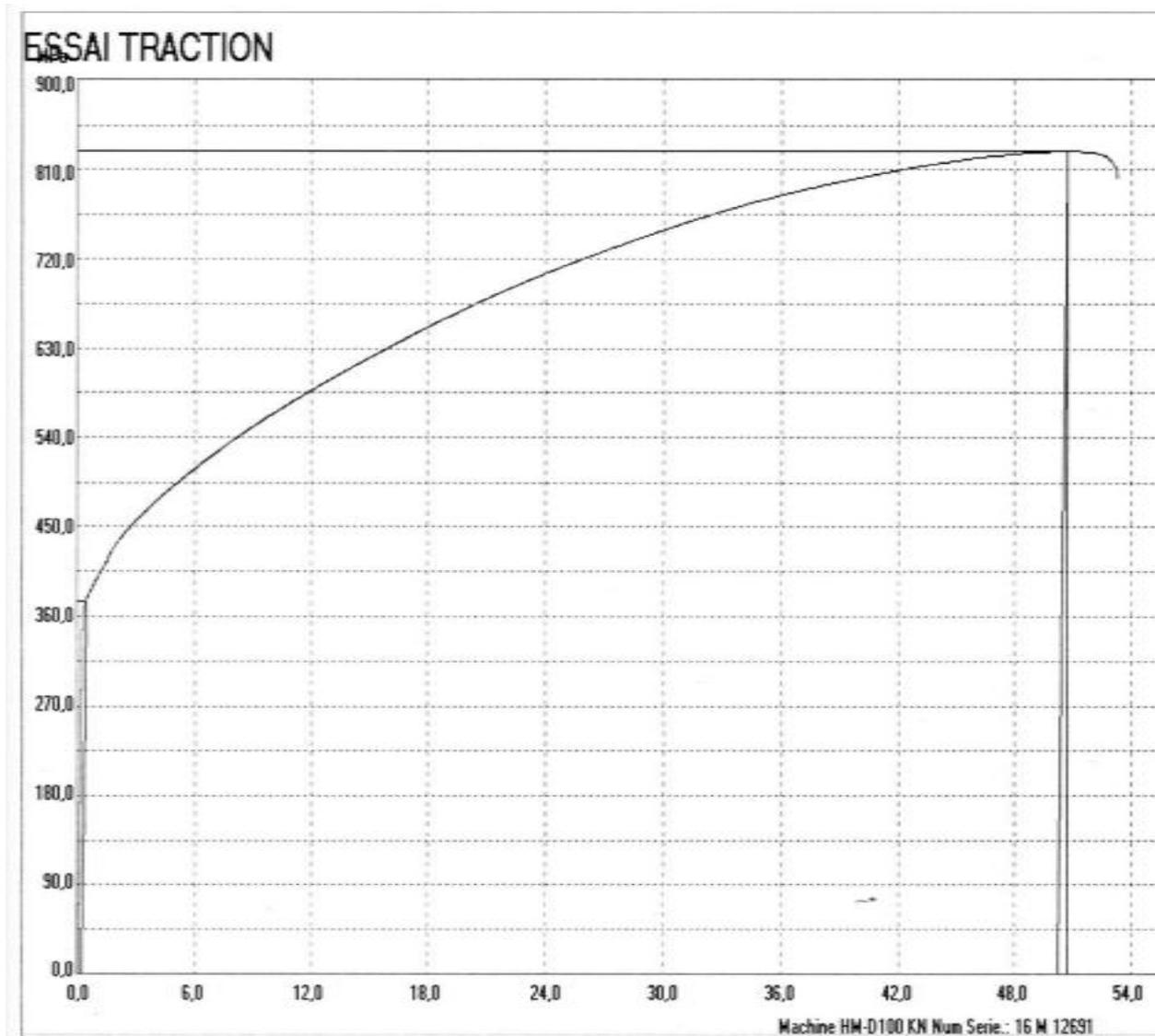


Figure III.19 : courbe de traction obtenue à température ambiante l'échantillon (SR)

### L'interprétation :

Le résultat de l'essai pour l'échantillon brut donne des valeurs en concordance avec la bibliographie en effet, L'échantillon brut on a 954.1MPa pour la résistance mécanique et la limite élastique est de 587.2MPa pour un allongement de 48.7%, un résultat tout à fait en concordance avec les travaux de [33]

Nos résultats comparés aux résultats obtenus par les travaux de Claude Mons [19] la résistance mécanique 828.8MPa qui coïncide avec la bibliographie (830MPa) et une limite élastique de 374.8MPa qui se rapproche de la valeur théorique (414MPa), un allongement 53% plus important (>30% dans la théorie) . **Tableau I.4**

## Matériau et méthodes expérimentales

D'après ceux deux essais nous avons constaté que l'effet des traitements thermiques effectués (pour 6 h de maintien), n'était pas suffisant, puisque une amélioration des propriétés mécaniques n'a pas pu être obtenue, une amélioration de la ductilité est constatée.

En effet, des travaux et selon [28] sur l'INCOLEL 625 pour des paramètres se rapprochant des nôtres il fut conclue que :

A l'état de recuit en solution (1093°C minimum), la limite d'élasticité de l'alliage 625 doit être au minimum de 276 MPa. Alors qu'une limite d'élasticité minimale à température ambiante de 414 MPa peut être atteinte (dans des sections transversales jusqu'à 100 mm) et 345 MPa (dans des sections transversales de 100 à 250 mm), sans un travail mécanique poussé, des valeurs minimales plus élevées ne sont réellement réalisables que par durcissement par vieillissement pendant une période prolongée de temps 50 heures voir 100 heures [28]

## Matériau et méthodes expérimentales

### **Conclusion générale**

L'étude bibliographique sur les superalliages nous a permis de connaître cette gamme d'alliages et leurs utilisations dans l'industrie plus précisément l'inconel 625, objet de notre étude. Nous avons pu réaliser des traitements thermiques sur cet alliage en variant le paramètre temps uniquement (par manque de matière et de possibilités de caractérisation)

Nous avons aussi pu, réaliser plusieurs caractérisations à commencer par l'identification de la composition chimique, réalisation de la dureté HV, des observations en Microscopie optique puis en microscopie électronique à balayage. Nous avons essayé de déterminer les phases présentes sur un échantillon par l'utilisation de la diffraction aux rayons X,

Nous avons utilisé un logiciel Image J pour déterminer l'évolution de la taille des grains et des fractions volumiques sur les micrographies optiques obtenues.

Notre étude nous a permis d'étudier les propriétés, mécaniques de l'inconel 625 à travers des paramètres choisis. Nous avons essayé d'identifier l'influence du temps traitement sur la structure obtenue et par conséquent l'influence sur les propriétés mécaniques. Notre conclusion est que les propriétés mécaniques sont affectées par de nombreux facteurs tels que la composition en éléments d'addition, les précipités et les phases obtenues ainsi que la taille des grains et la fraction volumique des phases et plus précisément les traitements subis par le matériau (température et temps de maintien)

En conclusion nous pouvons affirmer que l'alliage inconel 625 ne précipite pas  $\gamma'$  il précipite plutôt une phase métastable  $\gamma''$  et une phase  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  orthorhombique stable. La phase  $\gamma''$  confère le plus de résistance à l'alliage, et c'est la phase la plus utilisée dans le durcissement par vieillissement. La phase orthorhombique  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  n'est pas cohérente avec la matrice et ne contribue pas au durcissement, que nous n'avons pu quantifier faute de moyens de caractérisations.

## Références bibliographiques

- [1] Kadri hadj. Etude de l'usure des pastilles de coupe revêtue lors de l'usinage d'un superalliage à base de cobalt FSX-414.2016.M'sila.
- [2] Technique de L'ingénieur (Comportement Thermomécanique des alliages métallique [Philippe chomel.
- [3] Matériaux de turbines à combustion – Evolution des tendances (Direction des études et recherches) EDF Electricité de France Octobre 1992.
- [3.a] [Stephen Floreen, Gerhard E. Fuchs et Walter J. Yang, « La métallurgie de l'alliage 625 », Superalliages 718, 625, 706 et divers dérivés, The Minerals, Metals and Materials Society, 1994.].
- [4] GHARBI Soufyane. Etude de l'effet thermique sur le superalliage udimet 500 utilisé dans les turbines a gaz.2016. M'sila.
- [5] C. T. Sims et W. C. Hagel, *Superalloys II: [high-temperature materials for aerospace and industrial power]*. New York [etc.]: John Wiley & Sons, 1987.
- [6] P. Yvon et F. Carré, « Structural materials challenges for advanced reactor systems », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 385, no 2, p. 217-222, mars 2009.
- [7] R. C. Reed, *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [8] G. P. Sabol et R. Stickler, « Microstructure of Nickel-Based Superalloys », *physica status solidi (b)*, vol. 35, no 1, p. 11–52, 1969.
- [9] N. Das, « Advances in nickel-based cast superalloys », *Trans Indian Inst Met*, vol. 63, no 2-3, p. 265-274, avr. 2010.

[10] R. Cozar et A. Pineau, « Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  precipitates and thermal stability of inconel 718 type alloys », *MT*, vol. 4, no 1, p. 47-59, janv. 1973.

[11] Isabelle Augustins-Lecallier, « Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines », l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2011.

[12] « résultats et interprétations thèse Etude de l'oxydation à haute température d'un alliage de type Incoloy 800H », Scribd.

[13] S. Azadian, L.-Y. Wei, et R. Warren, « Delta phase precipitation in Inconel 718 », *Materials Characterization*, vol. 53, no 1, p. 7-16, sept. 2004.

[14] Benoît Ter-Ovanesian, « Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien », Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2011.

[15] M. Durand-Charre, *The microstructure of superalloys*. Amsterdam, The Netherlands: Gordon and Breach Science Publishers, 1997.

[16] Sébastien Chollet. Étude des modifications microstructurales de superalliages à base nickel induites par nitruration assistée plasma. 2014. Poitiers. France.

[17] 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)

[18] 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)

[19] Techniques de l'Ingénieur, Traitement thermiques des superalliages, MD1, M1165, M500, 1996

[20] Moore, I.J., Taylor, J.I., Tracy, M.W. et al. (2 more authors) (2017) Grain coarsening behaviour of solution annealed Alloy 625 between 600–800°C. Materials Science and Engineering: A, 682. pp. 402-409. ISSN 0921-5093

[21] S. Dubier , R .Couturier , L.Getz , H.Burlet, Comportement et endommagement en fluage d'un superalliage à base de nickel élaboré par compression isostatique à chaud CEA-GRENOBLE, 2002

[22] Shankar, V. ; Valsan, M. ; Rao, K.B.S. ; Mannan, S.L. Effects of temperature and strain rate on tensile properties and activation energy for dynamic strain aging in alloy 625. Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.2004, 35A, 3129–3139.

[23] Dokme, F.; Kulekci, M.; Esme, U.; Dokme, F.; Kulekci, M.K.; Esme, U. Microstructural and Mechanical Characterization of Dissimilar Metal Welding of Inconel 625 and AISI 316L. Metals 2018, 8, 797.

[24] N. Birks, G.H. Meier, F.S. Pettit, Introduction to the High-Temperature Oxidation of Metals, Cambridge University Press, 2006

[25] souadia hacene. influence des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure des superalliages à base de nickel riche en cobalt : cas des turbines à gaz.2016.annaba

[26] Livre Des Materiaux, Editions Des Ecoles Polytechniques De Montreal 2eme Edition, J.M.Dorlot, J.P.Bailian, J.Mascunare, Pages.301, 302, 303

[27] S. Floreen, G. Fuchs, W. Yang, The metallurgy of Alloy 625, in: E. Loria (Ed.), Proceedings of the International Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1994, pp. 13–37.

[28] Stephen Floreen, Gerhard E. Fuchs, and Walter J. Yang, “The Metallurgy of Alloy 625”, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, The Minerals, Metals and Materials Society, 1994.

F. Garzarolli, A. Gersha, and K. P. Francke, Zeit. Metalk. Vol. 60, 1969, p. 643.

R. Cozar, M. Rouby, M. Mayonobe and C. Morizot “Superalloy 718/625”, TMS 1991, p. 423.

I. Kirman, “Precipitation in the Fe-Ni-Cr-Nb system,” J. Iron and Steel Inst., 207 (1969), 1612-18.

[29] Randy Bowman. "Superalliages: Une amorce et une histoire". TMS

[30] Dunand, David C. "Materials Science & Engineering 435: High Temperature Materials". Université du Nord-Ouest, Evanston. 25 février 2016. Conférence.].

[31] Simulation of TTT Curves for Additively Manufactured Inconel 625  
G. LINDWALL, C.E. CAMPBELL, E.A. LASS, F. ZHANG, M.R. STOUTD,  
A.J. ALLEN, and L.E. LEVINE]

[32] Xiongjie Liu, « Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation », université de technologie de Compiègne, 18 janvier 2017

[33] Mechanical Behavior of Inconel 625 at Elevated Temperatures Mauro M. de Oliveira 1,2, Antônio A. Couto 1,3 , Gisele F. C. Almeida 1,3,\* , Danieli A. P. Reis 4,5 , Nelson B. de Lima 1 and Renato Baldan 6