



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

Projet fin d'études de MASTER
Spécialité : Ingénierie de matériaux et des surfaces

Thème

Fabrication et caractérisation de superalliages de Nickel par fusion inductive

Encadré par :

Pr Bacha Nacer E

Réalisé par :

Baghdadi Bensouna

Remerciement

D'abord, Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers "Allah", source de toute sagesse et de toute grâce.

Je voudrais remercier mon promoteur monsieur le professeur Bacha Nacer E. pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils.

Mes remerciements s'adressent aux membres de jury qui me fera un grand honneur de porter leurs précieuses appréciations sur mon travail.

Je suis infiniment reconnaissant à mes parents pour tout ce qu'ils ont fait pour moi.

Je souhaite enfin, remercier toutes les personnes qui ont aidé à l'élaboration de ce travail.

DÉDICACE

En signe de respect et reconnaissance je dédie ce modeste travail à :

- ❖ **Mes parents, pour leur soutien et leur encouragement constant tout au long de ce parcours académique. Leur présence bienveillante a été ma source de force et de motivation.**

- ❖ **Mes chers grands-parents, je rends hommage avec respect et affection. Ce mémoire est dédié à leur dévouement, leur amour et à leur influence positive dans ma vie.**

- ❖ **Mes professeurs, pour leur expertise, leur patience et leurs précieux conseils qui m'ont permis de progresser et de m'épanouir dans mes recherches.**

- ❖ **Toutes les âmes qui aspirent à la découverte et à l'innovation, que ce modeste travail puisse inspirer de nouvelles idées et contribuer, à sa manière, à l'avancement du savoir.**

Résumé

Le chauffage par induction est particulièrement intéressant pour la fusion de métaux et alliages au laboratoire car l'opération est relativement facile. Une fois que la machine de chauffage par induction est correctement réglée, chaque pièce est chauffée avec des résultats identiques. Il n'y a pas de dégagement de la fumée et de la saleté qui sont parfois associées aux services de traitement thermique et aux ateliers de forge. La flexibilité et la propreté de la fusion par induction ne peuvent être reproduites par les méthodes conventionnelles de l'aciérie et de fonderie.

L'objectif de ce travail est de prospecter la fusion d'un alliage en forme de poudre et le couler dans des moules en plâtre. Nous tenterons de comprendre et de maîtriser ses principaux paramètres opératoires pour une bonne fusion de l'alliage dans un temps le plus court possible.

La poudre d'Inconel 625 et une poudre composite sont préparées à partir de poudre d'Inconel et d'un alliage à base nickel et carbures de tungstène. Les deux alliages seront coulés dans des creusets en graphite.

La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage muni d'une sonde EDS nous serviront à déterminer les microstructures, les compositions chimiques ainsi que les phases présentes dans les alliages. Des caractérisations tribologique et mécanique s'en suivront.

Les résultats de la coulée des superalliages de nickel ont montré que le chauffage par induction permet la fusion des alliages sans nécessiter une compétence requise de l'opérateur pour la fabrication d'alliages. Ses paramètres opératoires sont simples et permettent un chauffage uniforme sur tout le creuset. La rampe de température est rapide mais elle nécessite une meilleure compréhension sur la structure finale obtenue de l'alliage préparé.

Les moules de plâtre ne sont pas appropriés pour les coulées. Il est nécessaire à l'avenir, d'employer d'autres types de matériaux pour les moules.

Le mélange de l'alliage fondu est très important. Il faut le faire chaque fois que cela est possible pour obtenir un mélange uniforme sans craquelures lorsque sa coulée dans les moules.

Summary

Induction heating is particularly interesting for melting metals and alloys in the laboratory because the operation is relatively easy. Once the induction heating machine is properly adjusted, each part is heated with identical results. There is no release of the smoke and dirt that are sometimes associated with heat treating services and blacksmith shops. The flexibility and cleanliness of induction smelting cannot be replicated by conventional steelmaking and foundry methods.

The objective of this work is to explore the fusion of an alloy in powder form and pour it into plaster molds. We will try to understand and control its main operating parameters for good fusion of the alloy in the shortest possible time.

Inconel 625 powder and a composite powder are prepared from Inconel powder and a nickel-based alloy and tungsten carbides. The two alloys will be cast in graphite crucibles.

Optical microscopy and scanning electron microscopy equipped with an EDS probe will be used to determine the microstructures, chemical compositions and phases present in the alloys. Tribological and mechanical characterizations will follow.

Results from casting nickel superalloys showed that induction heating allows alloys to melt without requiring operator skill required for alloy manufacturing. Its operating parameters are simple and allow uniform heating over the entire crucible. The temperature ramp is rapid but it requires a better understanding of the final structure obtained from the prepared alloy.

Plaster molds are not suitable for castings. It is necessary in the future to use other types of materials for molds.

Mixing the molten alloy is very important. This should be done whenever possible to obtain a uniform mixture without cracking when pouring into the molds.

ملخص

يعتبر التسخين الحثي مثيّرًا للاهتمام بشكل خاص لصهر المعادن والسبائك في المختبر لأن العملية سهلة نسبيًا. بمجرد ضبط آلة التسخين التعريفي بشكل صحيح، يتم تسخين كل جزء مع نتائج مماثلة. لا يوجد إطلاق للدخان والأوساخ التي ترتبط أحيانًا بخدمات المعالجة الحرارية ومحلات الحدادة. لا يمكن تكرار مرونة ونظافة الصهر بالحث من خلال طرق صناعة الصلب والمسبك التقليدية.

الهدف من هذا العمل هو استكشاف اندماج سبيكة في شكل مسحوق وصبها في قوالب الجبس. سنحاول فهم معالم التشغيل الرئيسية والتحكم فيها من أجل الاندماج الجيد للسبائك في أقصر وقت ممكن.

يتم تحضير مسحوق إنكونيل 625 ومسحوق مركب من مسحوق إنكونيل وسبائك أساسها النيكل وكربيرات التنغستن. سيتم صب السبائك في بوتقات من الجرافيت.

لتحديد الهياكل المجهرية والتركيبات EDS سيتم استخدام المجهر الضوئي والمجهر الإلكتروني الماسح المجهز بمسبار الكيمائية والأطوار الموجودة في السبائك. سوف نتبع الخصائص القبلية والميكانيكية.

أظهرت نتائج صب سبائك النيكل الفائقة أن التسخين التعريفي يسمح للسبائك بالذوبان دون الحاجة إلى مهارة المشغل المطلوبة لتصنيع السبائك. معالم التشغيل الخاصة به بسيطة وتسمح بالتسخين الموحد على البوتقة بأكملها. يكون منحدر درجة الحرارة سريعًا ولكنه يتطلب فهمًا أفضل للهيكل النهائي الذي تم الحصول عليه من السبيكة المحضرة.

قوالب الجبس ليست مناسبة للمسبوكات. من الضروري في المستقبل استخدام أنواع أخرى من المواد للقوالب.

خلط السبائك المنصهرة مهم جدًا. ويجب أن يتم ذلك كلما أمكن ذلك للحصول على خليط متجانس دون أن يتشقق عند صبه في القوالب.

Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
Sommaire	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale	1

CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE SUR LES SUPERALLIAGES

1. Les superalliages base nickel polycristallins	2
1.1. Historique.....	2
1.2. Élaboration	3
1.2.1. Mélange des éléments chimiques : techniques de fusion VIM et VAR	3
1.2.2. Métallurgie des poudres	5
1.2.2.1. Production de la poudre	5
1.2.2.2. Consolidation	7
1.2.2.3. Mise en forme	7
1.3. L'alliage Inconel 625.....	8
1.3.1. Définition	8
1.3.2. Historique de l'Inconel 625.....	9
1.3.3. L'origine de l'Inconel 625	9
1.3.4. L'évolution.....	10
1.3.5. État standard de l'alliage 625.....	10
1.4. Le rôle des éléments dans les alliages à base de nickel	11
1.4.1. Le rôle de Nickel (Ni)	11
1.4.2. Le rôle de l'élément cuivre (Cu).....	14
1.4.3. Le rôle des éléments de bore (B) et de silicium (Si).....	14
1.4.4. Le rôle de l'élément chrome (Cr)	14
1.4.5. Le rôle de l'élément molybdène (Mo).....	14

CHAPITRE 2 : PROCEDURES EXPERIMENTALES

2.1. Introduction.....	15
2.2. Sélection des matériaux de base.....	15
2.3. Pesée des poudres	16
2.4. Fabrication des moules.....	17
2.5. Fusion des alliages	18
2.6. Essai d'érosion	20
2.7. Essai de frottement pion-disque :.....	21
2.8. Préparation métallographique	21
2.8.1. Le polissage	22
2.8.2. L'attaque chimique :.....	22
2.8.3. Microscopie métallographique.....	23
2.9. Le microscope optique	23
2.10. La Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	24
2.11. Essai de dureté	24

CHAPITRE 3 : RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. Introduction.....	26
3.2. Caractérisation des poudres utilisées	26
3.3. Expérience de fusion par chauffage par induction.....	27
3.4. Fusion de l'Inconel 625	29
3.5. Fusion de l'alliage composite	36
3.6. Essai de dureté	39
3.7. Essai d'Érosion	39
3.8. Essai d'usure Usure Pion sur Disque	41
Conclusion général.....	42
Références Bibliographiques	

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 Composition chimique de l'alliage INCONEL625(%).....	9
Tableau 2.1 : Composition chimique de la poudre 625.....	15
Tableau 2.2 : Composition chimique de la poudre Ni-50% WC	15
Tableau 3.1 : Essais de dureté	38
Tableau 3.2 : Résultats des essais d'érosion	38
Tableau 3.3 : Essais pion sur disque de l'Inconel 625.	41

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Représentation schématique du procédé VIM.	4
Figure 1.2 : Représentation schématique du procédé VAR	4
Figure 1.3 : Principales techniques de pulvérisation	6
Figure 1.4 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle	6
Figure 1.5 : Conditionnement, densification des poudres et mise en forme	7
Figure 1.6 : Dérivés de l'alliage 625	10
Figure 1.7 : Microstructures de l'alliage 625 conventionnel.....	10
Figure 1.8 : Effet de la teneur en Ni et Nb sur la limite d'élasticité à température ambiante des Ni, Cr, Nb, MO, Al, Ti, Bal recuits et vieillis.	12
Figure 1.9 : Effet de Nb, Mo et Cr sur la résistance au fluage de l'alliage INCONEL 625 Carrés forgés à 1149°C.....	13
Figure 1.10 : Essais de fluage à 816 °C	13
Figure 2.1 : Poudre Inconel 625	16
Figure 2.2 : Poudre Ni-50%WC	16
Figure 2.3 : Balance électronique.....	17
Figure 2.4 : Moules en plâtre avec des formes et des dimensions différentes	17
Figure 2.5 : Chauffage par induction.....	18
Figure 2.6 : Schéma de principe four à induction	19
Figure 2.7 : Porte-échantillon ajustable pour contrôler l'angle d'attaque.....	20
Figure 2.8 : Essai pion sur disque.	21
Figure 2.9 : Polisseuse métallographique.....	22
Figure 2.10 : Microscope optique.	23
Figure 2.11 : Microscope Electronique à Balayage	24
Figure 2.12 : Duromètre Rockwell.....	24
Figure 3.1 : Microstructure du mélange (Acier + Poudre d'Inconel 625).....	27
Figure 3.2 : Microstructure de l'Inconel 625.	28
Figure 3.3 : Microstructure d'Inconel 625 prise par le MEB.....	29
Figure 3.4 : Photo topographique de l'Inconel 625.....	30
Figure 3.5 : Analyse EDX de la zone grise claire de l'Inconel 625 (zone 1).....	31
Figure 3.6 : Analyse EDX de la zone grise claire de l'Inconel 625 (zone 2).....	31
Figure 3.7 : Analyse EDX de la zone grise claire de l'Inconel 625 (zone 3).....	32

Figure 3.8 : Analyse EDX de la zone grise claire de l’Inconel 625 (zone 4).....	32
Figure 3.9 : Courbe TTT de l’alliage Inconel 625	33
Figure 3.10 : Analyse EDX de l’Inconel 625	34
Figure 3.11 : Microstructure de l’alliage composite sans mixage.....	35
Figure 3.12 : Microstructure de l’alliage composite avec mixage.	36
Figure 3.13 : Répartition des éléments présents dans le composite.	36
Figure 3.14 : Microstructure de la poudre composite coulée.	37
Figure 3.15 : Vue de la microstructure de la poudre composite coulée agrandie.	37
Figure 3.16 : Analyse EDX de la poudre composite.....	39
Figure 3.17 : Représentation graphique de l’essai d’érosion	40
Figure 3.18 : Représentation graphique de l’essai pion sur disque.....	41

INTRODUCTION

Le chauffage par induction est particulièrement utile pour les opérations hautement répétitives. Une fois qu'une machine de chauffage par induction est correctement réglée, chaque pièce est chauffée avec des résultats identiques. En général, l'opérateur n'a pas besoin de s'occuper d'autre chose que du chargement et du déchargement des pièces. La capacité du chauffage par induction à chauffer des pièces successives de manière identique signifie que le processus peut être adapté à un fonctionnement entièrement automatique, où les pièces sont chargées et déchargées mécaniquement sans la présence d'un opérateur.

Les conditions de travail autour des machines de chauffage par induction sont donc bonnes et comparables à celles des autres machines-outils modernes pour le travail des métaux. Elles ne dégagent pas la fumée et la saleté qui sont parfois associées aux services de traitement thermique et aux ateliers de forge.

Il existe de nombreuses autres applications de chauffage par induction à haute production. Toutes les applications de chauffage par induction ne sont pas automatiques et n'impliquent pas une production élevée. L'utilisation répandue de l'induction pour la fusion en est un exemple. Des alliages spéciaux, ferreux et non ferreux, sont dans des fours de fusion par induction. La flexibilité et la propreté de la fusion par induction ne peuvent être reproduites par les méthodes conventionnelles de l'aciérie et de fonderie.

L'objectif de ce travail est de prospector la fusion d'un alliage en forme de poudre et le couler dans des moules en plâtre. Nous tenterons de comprendre et de maîtriser ses principaux paramètres opératoires pour une bonne fusion de l'alliage dans un temps le plus court possible.

La poudre d'Inconel 625 et une poudre composite préparée à partir de poudre d'Inconel et d'un alliage à base nickel et carbures de tungstène. Les deux alliages seront coulés dans des creusets en graphite.

La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage muni d'une sonde EDS nous serviront à déterminer les microstructures, les compositions chimiques ainsi que les phases présentes dans les alliages. Des caractérisations tribologique et mécanique s'en suivront.

Ce travail est divisé en trois chapitres :

Le chapitre 1 sera consacré à l'étude bibliographique essentiellement sur l'Inconel 625. Le chapitre 2 sera dédié aux méthodes expérimentales utilisées.

Enfin, le chapitre 3 présentera les résultats ainsi que les résultats et discussions.

Nous terminerons ce projet par une conclusion et une recommandation.

CHAPITRE 1

Bibliographie sur les superalliages

1. Les superalliages base nickel polycristallins

1.1 Historique

Les superalliages ont été "inventés" à la fin des années 20. Les aciers austénitiques ont servi de base à leur développement. L'idée d'une matrice cubique faces centrées pouvant être renforcée guide alors les recherches sur l'amélioration des propriétés des matériaux. Ainsi, dès 1929, des chercheurs ont ajouté de faibles quantités d'aluminium [1], de titane et/ou de niobium aux alliages base fer (aciers austénitiques) ou base nickel (alliages Ni-Cr 80- 20); ils observent alors une amélioration notable de la tenue en fluage grâce à la précipitation de la phase γ' Ni₃Al mais aussi quelques résultats plus défavorables du fait de la précipitation sous forme de plaquettes de la phase η , sa faiblesse [2], puisqu'elle peut se développer au détriment de la phase γ' . Ainsi, l'alliage A286 développé en Allemagne en 1935 ne peut être utilisé à des températures supérieures à 650°C. Au-delà de cette température, la phase γ' métastable se transforme en phase η [3]. C'est vraisemblablement dans cet alliage qu'ont été réalisés les disques de turbine du premier turboréacteur à fonctionner en service, le Junkers Jumo 004 des Messerschmitt Me262. Cet alliage est toujours utilisé de nos jours.

La découverte accidentelle de la phase γ' , grâce à l'introduction des éléments Al, Ti et/ou Nb est géniale. Elle a révolutionné le monde des matériaux pour l'utilisation à haute température. Cette phase renforce en effet la matrice tout en restant quasiment cohérente ; la résistance mécanique est ainsi nettement améliorée sans préjudice de la ductilité. Le développement, au début des années 50 par Eiselstein de l'Inconel 718 [4] permet de mettre en évidence une autre phase intéressante pour les propriétés induites du fait de sa précipitation : la phase γ'' . L'Alliage 718 est du reste le superalliage actuellement le plus utilisé au monde.

Les superalliages base nickel constituent plus de 50 % de la masse des moteurs aéronautiques. Dans les turboréacteurs, ils sont présents dans :

- Les disques de compresseurs Haute Pression et de turbines, et certains arbres, dont les températures de fonctionnement atteignent 650°C,
- Les aubes dont la température est portée à 1000°C,
- La chambre de combustion où la température peut atteindre 1500-1800°C.

Les superalliages sont utilisés dans d'autres applications : fours industriels hautes températures, filaments d'ampoules, électrodes pour fusion de verre, électrode d'électroérosion, chaudières, échangeurs thermiques, vannes pour l'industrie chimique, filtres haute température, filières d'extrusion, moules, matrices de forgeage, outils de coupe... Il existe plusieurs dizaines de superalliages différents. Des compositions différentes ont été mises au point pour les disques d'une part, les aubes d'autre part, puisque, comme nous l'avons vu, ces deux parties de la turbine ne sont pas soumises aux mêmes sollicitations

thermiques et mécaniques. Les formulations des compositions de ces superalliages résultent d'une somme énorme de connaissances sur le rôle des divers éléments d'alliage, d'un compromis entre les requêtes et d'une adaptation non seulement aux conditions d'emploi mais aussi au mode d'élaboration de l'alliage (métallurgie des poudres par exemple).

1.2 Élaboration

Nous avons déjà constaté l'amélioration notable des propriétés mécaniques à chaud des aubes de turbine grâce aux progrès réalisés dans le mode d'élaboration du superalliage. De même, des inventions technologiques ont permis de réaliser des superalliages base nickel polycristallins pour disques de turbine toujours plus performants. Ainsi, le développement dans les années 50 de la fusion sous vide (VIM=Vacuum Induction Melting) a permis de beaucoup mieux contrôler la concentration voulue d'éléments chimiques entrant dans la composition des superalliages. La technique dite de la métallurgie des poudres, utilisée pour la première fois pour élaborer les superalliages par Pratt & Whitney dans les années 70, a permis de résoudre un certain nombre de problèmes de ségrégation rencontrés dans la voie classique d'élaboration par coulée et forgeage.

1.2.1 Mélange des éléments chimiques : techniques de fusion VIM et VAR

Les superalliages sont composés de plus de dix éléments chimiques. Un des aspects les plus importants est de savoir bien mélanger ces éléments avant de pouvoir les mettre en forme. En effet, de la qualité du lingot des éléments pré-alliés va dépendre celle de la pièce. Si le mélange est mal fait et que le produit présente des inhomogénéités, des ségrégations, aucun traitement thermique, aucune modification de la composition initiale ou du mode de fabrication de la pièce ne pourra corriger totalement l'inhomogénéité. Le procédé de mélange des différents éléments est donc la clé de voûte de tout le procédé conduisant à la pièce possédant les propriétés mécaniques requises.

Les premiers superalliages, issus des aciers austénitiques, étaient fabriqués à partir de mélanges obtenus en four à arc électrique. Le développement du mélange sous vide par fusion au four à induction (V.I.M., figure 1.1) a permis de mieux contrôler l'addition des éléments comme l'aluminium et le titane, à la base des propriétés remarquables des superalliages. Sous air, l'introduction de ces éléments réactifs avec l'oxygène, l'hydrogène et l'azote, pouvait conduire à des produits très peu ductiles du fait d'importantes ségrégations.

L'application du procédé VIM à l'élaboration des superalliages dans les années 50 a constitué une véritable révolution. Elle a permis l'introduction d'une part, d'un plus grand nombre d'éléments d'alliage et d'autre part, de concentration plus importante, conduisant ainsi à une nette amélioration de la tenue mécanique et de la tenue en température. Toutefois, les lingots ainsi produits n'étaient pas exempts de tout phénomène de ségrégation. Le procédé de refusion VAR (Vacuum Arc Remelting, figure 1.2) [5], utilisé à la suite du VIM, va permettre de limiter les problèmes à la solidification rencontrés avec la seule utilisation du VIM. La plupart des superalliages sont mélangés suivant la séquence VIM/VAR ou VIM/ESR (electroslagremelting = refusion sous laitier électroconducteur).

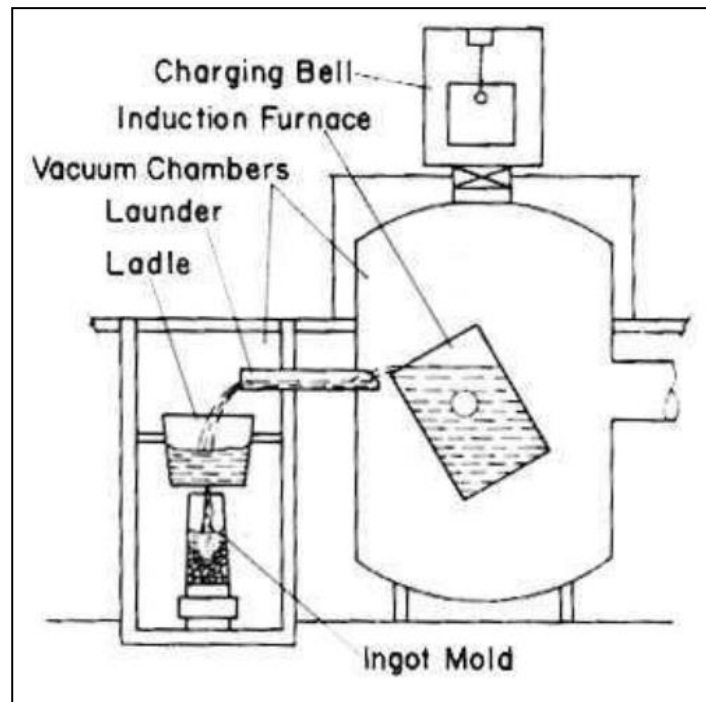


Figure 1.1 : Représentation schématique du procédé VIM. [3]

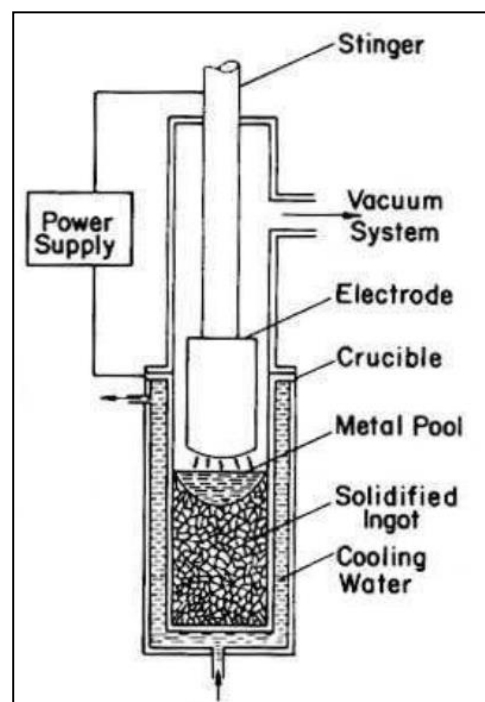


Figure 1.2 : Représentation schématique du procédé VAR [5]

1.2.2 Métallurgie des poudres

L'exigence des motoristes d'obtenir des matériaux pour disques toujours plus performants a conduit au développement de superalliages de plus en plus chargés en éléments d'addition : les concentrations en éléments réfractaires comme le tungstène et le molybdène ont été relevées pour accroître le durcissement de solution solide tandis que l'augmentation des teneurs en aluminium, titane, niobium et tantale a permis d'obtenir des alliages à plus forte fraction de phase. Toutefois, l'amélioration des propriétés mécaniques ne peut avoir lieu que si le matériau peut être mis en forme correctement ! Or, l'utilisation du procédé classique par coulée et forgeage pour élaborer ces compositions fortement chargées en éléments d'alliage, ne permet pas d'éviter les ségrégations chimiques qui vont modifier localement la composition de l'alliage et constituer éventuellement des sites préférentiels d'amorçage de fissure sous certaines sollicitations mécaniques. La technique de la métallurgie des poudres, qui consiste en la pulvérisation de lingots d'éléments préalliés, permet de limiter la taille de ces ségrégations à grande échelle : la clé de ce mode de production réside en effet en une très grande vitesse de solidification depuis l'état liquide, ce qui évite notamment les ségrégations dans les particules préallées, chaque gouttelette solidifiée ayant la même composition moyenne. Il en résulte une microstructure plus fine et plus homogène qui facilite le travail à chaud et une augmentation des performances de l'alliage [6].

L'application principale de la technique 'Métallurgie des Poudres' (MdP ou PM pour Powder Metallurgy) est la production de disques de turbine et de compresseur haute pression des turboréacteurs, pièces soumises à de fortes contraintes, particulièrement sensibles à la présence de défauts. Les alliages obtenus par métallurgie des poudres présentent donc des propriétés mécaniques supérieures aux alliages coulés mais ont un prix de revient élevé. De ce fait, seuls les disques du moteur militaire M88 sont fabriqués en superalliages MdP.

Le procédé MdP consiste en trois grandes étapes : la production des poudres et leur tamisage, la consolidation et la mise en forme.

1.2.2.1 Production de la poudre

Les trois principales techniques d'élaboration des poudres sont présentées dans la figure 1.3. L'atomisation sous argon constitue la principale technique industrielle. Elle consiste à disperser par un jet de gaz l'alliage en fusion qui s'écoule d'un creuset. Les gouttelettes formées sont refroidies très rapidement, elles se solidifient et sont récupérées en bas de la tour d'atomisation (figure 1.4). Les poudres obtenues peuvent être grossièrement assimilées à des sphères de granulométrie comprise entre 30 et 150 μm . [7]

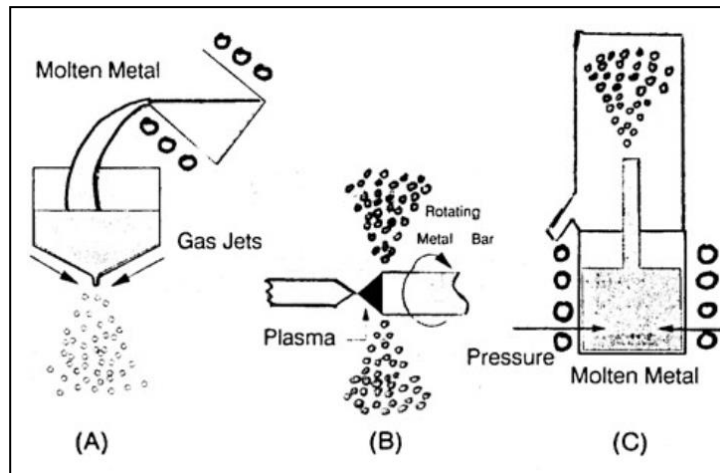


Figure 1.3 : Principales techniques de pulvérisation [6]

(A) Atomisation sous gaz (argon par exemple) (B) Électrode tournante, (C) Atomisation sous vide.

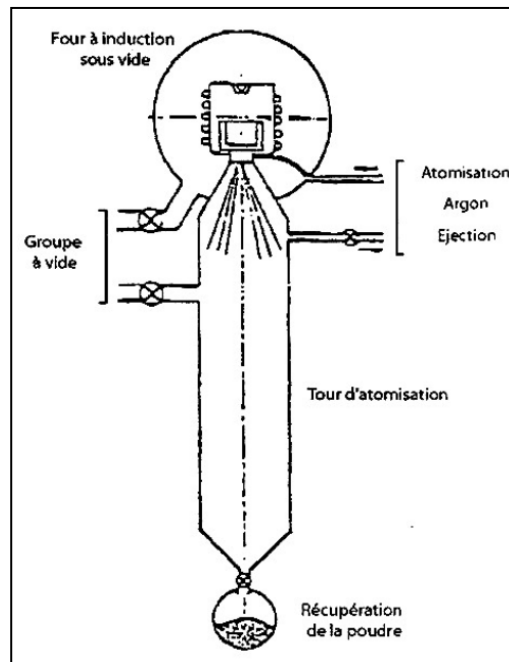


Figure 1.4 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle [7]

La qualité de la production des poudres est considérablement améliorée ces dix dernières années. La manipulation en salles blanches, le choix attentif des éléments réfractaires, le tamisage des poudres à une granulométrie donnée après atomisation ont permis d'améliorer la qualité des poudres obtenues. Le tamisage permet notamment de limiter la présence des particules de céramique les plus grossières provenant des creusets et autres outillages utilisés pendant la coulée et la fusion et d'obtenir les poudres d'une fourchette prédéterminée de granulométries.

Le mélange des poudres issues de plusieurs atomisations, d'une même composition permet d'autre part de minimiser les écarts de composition entre différentes coulées.

L'étape de production de la poudre détermine la propriété de l'alliage. Cette caractéristique est déterminante pour la tenue en fatigue des disques. Les inclusions sont considérées comme des entailles conduisant à l'initiation des fissures. Plus elles sont grosses, moins la tenue en fatigue est bonne.

1.2.2.2 Consolidation

L'étape suivante consiste en la densification simultanée des poudres. Celle-ci n'est possible que par action simultanée de la température et de la contrainte qui est effectuée via une enveloppe étanche qui sert à la fois à contenir les poudres et à transmettre l'effet de la pression. Cette enveloppe doit être suffisamment plastique pour accompagner la déformation de la poudre mais suffisamment rigide pour ne pénétrer profondément entre les grains. Les containers, pour la plupart en acier, sont remplis de poudre. Durant l'entassement, ils sont mis en vibration pour optimiser l'entassement des poudres. Ils sont ensuite scellés sous vide après dégazage. L'opération se déroule sous atmosphère contrôlée.

Deux voies différentes de consolidation sont alors couramment utilisées : la compaction isostatique à chaud (CIC ou HIP pour Hot Isostatic Pressing) ou bien l'extrusion qui peut être précédée d'une compaction uniaxiale (figure 1.5). Tous les constituants restent solides lors de la compaction ; la densification est obtenue par modification de la forme des grains (frittage). Bien que la température soit la variable essentielle dans ce processus, les autres paramètres comme la taille des particules, leur distribution, la durée, l'atmosphère, la pression sont évidemment très importants. [6]

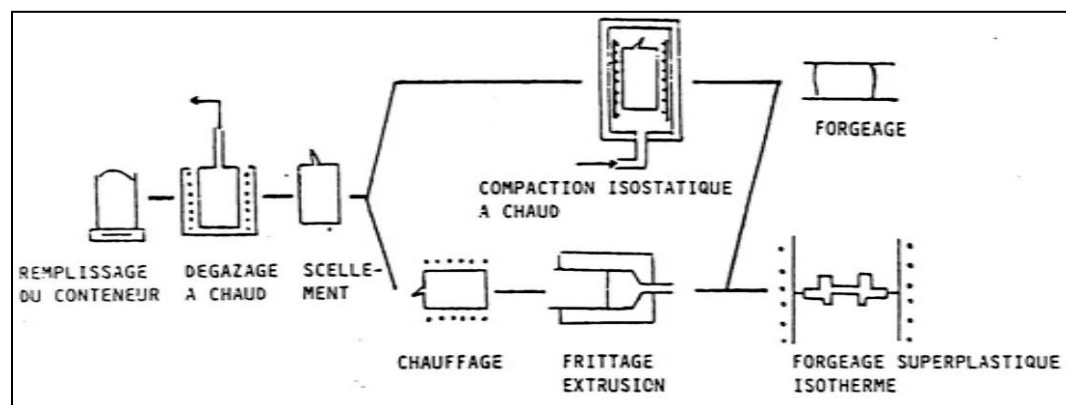


Figure 1.5 : Conditionnement, densification des poudres et mise en forme [8]

1.2.2.3 Mise en forme

Il est possible de procéder à l'usinage de forme directement après la compaction isostatique à chaud. On a présenté [7] l'exemple d'un disque en In100 élaboré de cette manière. Toutefois, il préconise le forgeage systématique afin de parfaire leur homogénéité et leur compacité. Le forgeage traditionnel sous presse hydraulique induit un large gradient de température ce qui provoque une microstructure hétérogène et n'est pas donc utilisé pour la

fabrication des disques de turbine haute pression. Le forgeage en matrice chaude permet de limiter ce gradient de température dans la pièce.

Le forgeage isotherme reste la technique la plus chère mais la plus efficace et la plus recherchée : elle nécessite un outillage spécifique en alliage à base de molybdène ainsi qu'une atmosphère contrôlée sous vide ou gaz inerte afin de protéger la matrice de l'oxydation ; le forgeage en matrice chaude sous vide est préférentiellement utilisé car c'est la technique la plus favorable au maintien de conditions isothermes [9]. Cette méthode n'est utilisée que pour les pièces critiques de la turbine. Ainsi, les disques en N18 sont forgés de cette manière dans la forge de Snecma à Gennevilliers.

L'étape de consolidation a une influence sur la taille de grain. L'extrusion donne une structure à grain fin permettant l'utilisation des propriétés superplastiques pour le forgeage. Le comportement superplastique dépend de la température et de la vitesse de déformation. La superplasticité est une propriété de déformation plastique à haute température ($T > 0,5T_f$ où T_f est la température de fusion du métal exprimée en kelvin) d'un matériau polycristallin qui se caractérise par des allongements à rupture importants pouvant dépasser 1000 % au cours d'un essai de traction. Cette grande stabilité de la déformation est mise à profit pour la mise en forme par thermoformage de pièces souvent complexes et difficiles à mettre en forme selon une autre technique [10].

Beaucoup de superalliages sont superplastiques dans ces conditions et peuvent ainsi subir un forgeage isotherme, souvent effectué à faible vitesse de déformation dans des matrices chaudes sous atmosphère contrôlée, avec d'exceptionnellement basses contraintes d'écoulement, la déformation se produit alors par glissement aux joints de grain. Un forgeage isotherme après une extrusion permet de maintenir une petite taille de grain et d'obtenir une meilleure tenue en fatigue que lors d'une consolidation par CIC.

1.3 L'alliage Inconel 625

1.3.1 Définition

L'Inconel 625 est un alliage à base de nickel, caractérisé par sa haute résistance à la corrosion, à la chaleur et à la traction. Sa composition chimique est donnée au tableau 1.1. Il est principalement composé de nickel (environ 58%), de chrome (environ 20-23%), de molybdène (environ 8-10%), de fer et de niobium (environ 3.15-4.15%). Il contient également des quantités moindres d'autres éléments tels que le titane et l'aluminium, ce qui contribue à renforcer ses propriétés.

La haute teneur en nickel confère à l'Inconel 625 une excellente résistance à la corrosion dans une variété d'environnements, y compris les milieux acides et alcalins, ainsi que dans les atmosphères marines. Le chrome et le molybdène augmentent encore cette résistance à la corrosion, tandis que le niobium améliore la résistance à la fissuration sous contrainte, rendant cet alliage adapté aux applications soumises à des contraintes mécaniques élevées.

Tableau 1.1 Composition chimique de l'alliage INCONEL625(%) [11]

Cr	Mo	Nb	Fe	C	Si	Al	Ti	Mn	S
21.5	8	3.6	2	0.05	0.20	0.20	0.20	0.20	0.001

1.3.2 Historique de l'Inconel 625

Le développement de l'alliage INCONEL 625 (UNS N06625) a commencé dans les années 1950 pour répondre à la demande perçue à l'époque d'un matériau à haute résistance pour les conduites de vapeur principales. Après plusieurs années de découverte de la manière dont les divers éléments affectaient les propriétés et la fabricabilité du système d'alliage, une demande de brevet a été déposée le 24 janvier 1962. Le brevet n° 3 160 500 a été délivré à H. L. Eiselstein et J. Gadbut le 8 décembre 1964. [4]

1.3.3 L'origine de l'Inconel 625

Dans les années 1950, il semblait y avoir une opportunité de développer un matériau pour les conduites de vapeur principales des centrales électriques à vapeur supercritiques. L'une de ces centrales, la centrale d'Eddystone près de Philadelphie était construite en acier inoxydable 316. Cette centrale utilisait de la vapeur à 649°C (1200°F) à 13,8MPa (2000psi). Les objectifs de notre développement étaient la soudabilité, une résistance élevée au fluage, la possibilité de fabriquer des tubes, l'absence de durcissement et des propriétés de conception attrayantes selon le code ASME pour les chaudières. Il devait s'agir de ce que nous appelions un alliage à matrice rigide, avec une composition à base de nickel. [11]

Des travaux avaient déjà été effectués dans les années 1950 sur les effets de renforcement de différentes quantités des principaux éléments d'alliage courants. Il a donc été décidé d'utiliser du molybdène et du niobium en combinaison avec des quantités variables de nickel. L'un des objectifs de l'alliage étant la stabilité métallurgique, des échantillons de chaque alliage ont été soumis à un simple traitement de vieillissement, par exemple 704°C (1300°F) pendant 16 heures, puis testés à température ambiante. On espérait que ces essais révéleraient toute tendance au durcissement par vieillissement ou à la fragilisation, ce qui s'est produit de manière spectaculaire. Ces résultats ont retardé le développement de l'alliage 625 et en ont lancé un qui a abouti à l'alliage 718 d'INCONEL.

Une demande de brevet pour l'alliage 718 a été déposée le 13 novembre 1958 et le brevet a été délivré le 24 juillet 1962.

1.3.4 L'évolution

L'alliage 625 a été inventé dans les années 1950 et a été commercialisé pour la première fois en 1962. Au cours des quelque 30 années qui se sont écoulées depuis la fonte du premier matériau de production, plus de 100 millions de livres d'alliage 625 ont été produites par

près de deux douzaines de fabricants. Depuis lors, de nombreuses variantes de l'alliage ont été développées, comme le montre la figure 2 ; L'alliage INCONEL 718, décrit plus haut, est bien sûr celui qui a connu le plus de succès. Une autre modification de l'alliage 718 a été l'alliage 706, un alliage durcissable par vieillissement qui est utilisé pour la fabrication de pièces en acier inoxydable.

Les grandes roues de turbine en raison de sa résistance élevée, de sa bonne usinabilité et de sa capacité à être ductile dans les grandes sections transversales. La figure 1.6[13] présente les dérivés de l'Inconel 625.

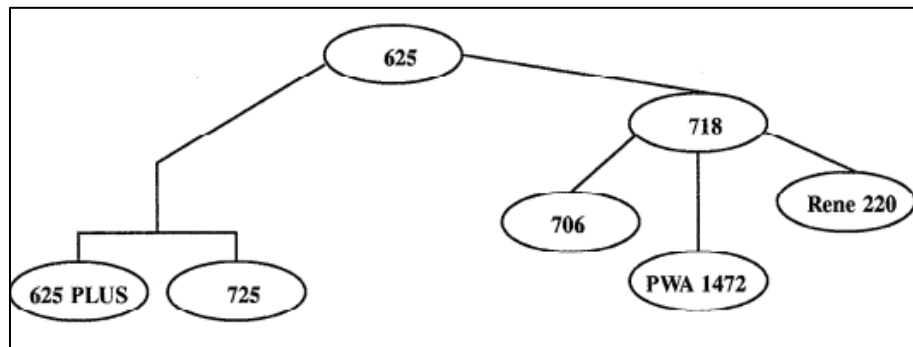


Figure 1.6 : Dérivés de l'alliage 625 [13]

1.3.5 État standard de l'alliage 625

La microstructure conventionnelle de l'alliage 625 dépend du procédé de production, qui détermine la taille des grains, la propreté inclusionnaire, les phases, etc.

La différence majeure est la présence de macles, notamment macles de recuit dans la microstructure. [14]

Un exemple des microstructures de l'alliage 625 conventionnel est donné sur la figure 1.7 [12] à gauche la microstructure de barre forgée avec des macles de déformation ; à droite la microstructure après recuit (1200 °C, 30 minutes de maintien + trempe à l'eau).

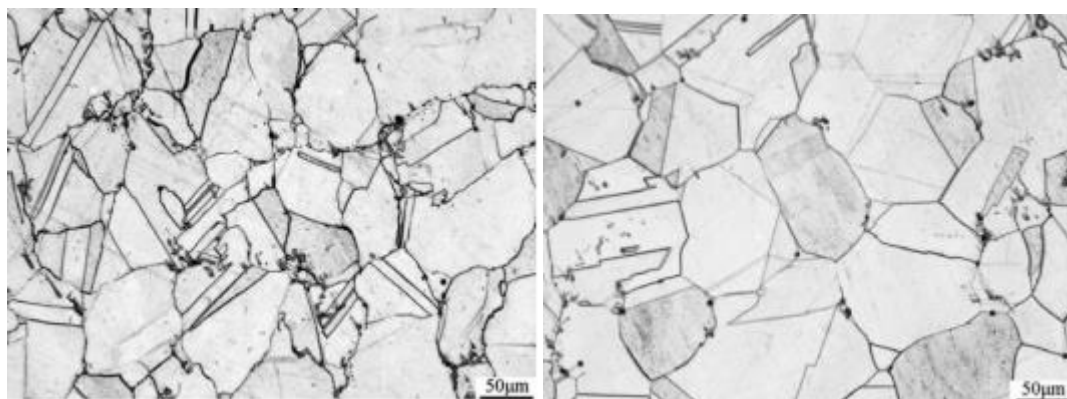


Figure 1.7 : Microstructures de l'alliage 625 conventionnel [12] : a) De barre forgée avec des macles de déformation ; b) Après recuit.

Après l'interruption provoquée par le développement de l'alliage 718, le marché d'un alliage à base de nickel pour la vapeur supercritique avait disparu. La composition de l'alliage à matrice renforcée, nommé MS-2, lorsque les efforts de développement ont repris, était d'environ 60Ni, 1,50, 3Nb, 2Mo, 0,5Ti et le reste Fe. À l'état recuit, cet alliage était un peu plus dur que l'alliage 600 et aurait pu être facilement transformé en tous les produits d'usine standard. Il a ensuite été suggéré que l'alliage pourrait plus facilement concurrencer les alliages déjà établis sur le marché s'il avait des propriétés de traction à température ambiante plus élevées. Heureusement pour le développement de l'alliage 625, les éléments chrome et molybdène utilisés pour augmenter la résistance à température ambiante ont aussi considérablement augmenté la résistance à la corrosion. Ce changement de composition a modifié le cours du développement de cet alliage et augmenté ses opportunités de commercialisation. En raison de la résistance plus élevée, des problèmes se sont posés lors de la fabrication de certains produits, mais la soudabilité n'a pas été altérée. Les teneurs en chrome et en molybdène ont été portées à leurs niveaux actuels de 22 % et 9 % respectivement.

En utilisant des expériences factorielles, les niveaux appropriés de niobium, molybdène, aluminium, titane et chrome ont été déterminés. La solubilité du niobium dans l'alliage semble être d'environ 2,5 % et augmente avec la diminution de la teneur en Mo + Cr. La solubilité de l'aluminium a été déterminée à environ 0,5 %.

1.4 Le rôle des éléments dans les alliages à base de nickel

1.4.1 Le rôle de Nickel (Ni)

L'une des grandes qualités du nickel est d'être 'accueillant' : le nickel peut solubiliser à peu près tous les métaux (à l'exception du plomb, de l'argent, du thorium et des métaux alcalins...). Dans les alliages de nickel, les additifs les plus courants sont le chrome, le molybdène, le tungstène, le cuivre bien sûr, mais aussi le titane, le niobium et l'aluminium, et le cobalt.

Des travaux avaient déjà été réalisés dans les années 1950 sur les effets fortifiants de diverses quantités des principaux éléments d'alliage courants, à savoir le chrome, le molybdène, le niobium, l'aluminium et le titane dans une base d'alliage INCONEL 600. (L'alliage INCONEL X-750, renforcé par du titane et de l'aluminium, existe depuis plusieurs années.) Les effets de renforcement de ces éléments un par un n'étaient pas impressionnants. Il a donc été décidé d'utiliser du molybdène et du niobium en combinaison avec différentes quantités de nickel.

L'objectif de l'alliage étant la stabilité métallurgique, les échantillons de traction de chaque alliage ont été soumis à un simple traitement de vieillissement, par exemple à 704 °C pendant 16 heures, et testés à température ambiante. On espérait que ces tests indiqueraient toute tendance à un durcissement ou à une fragilisation, ce qu'ils ont fait d'une manière spectaculaire. Le résultat net est présenté sur la figure 1.8.

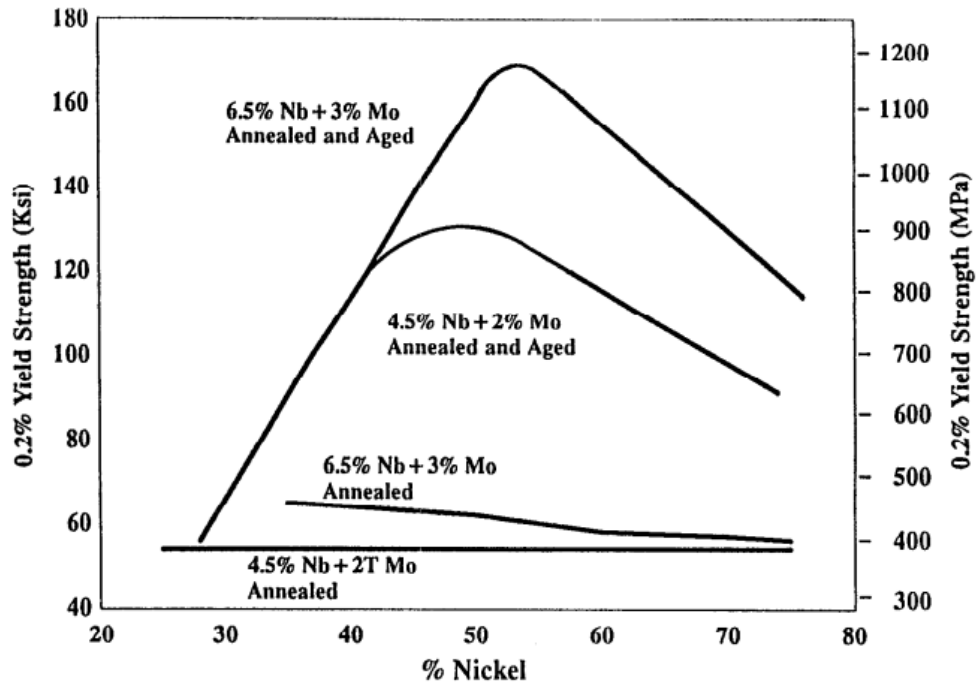


Figure 1.8 : Effet de la teneur en Ni et Nb sur la limite d'élasticité à température ambiante des Ni, Cr, Nb, MO, Al, Ti, Bal recuits et vieillis. [13]

Ces résultats ont retardé le développement de l'alliage 625 et en ont lancé un qui a abouti à l'alliage INCONEL 718. Une demande de brevet pour l'alliage 718 a été déposée en novembre. 13, 1958, et le brevet a été délivré le 24 juillet 1962 (n° 3 046 108).

Peu de changements dans les propriétés ont été observés avec des ajouts de niobium allant jusqu'à 2 %. Le molybdène augmente la résistance de la matrice et peut, seul ou par interaction avec le niobium, augmenter la réponse de durcissement par le vieillissement et diminuer la résistance aux chocs après exposition.

L'augmentation de la teneur en chrome de 16 % à 22 % a provoqué une augmentation de la résistance de la matrice mais ne semble pas avoir d'effet sur la réponse de durcissement par vieillissement à ces niveaux de chrome. Le molybdène, le chrome et surtout le niobium confèrent à l'alliage une résistance au fluage.

Ces effets sont illustrés dans les figures 1.9 et 1.10.

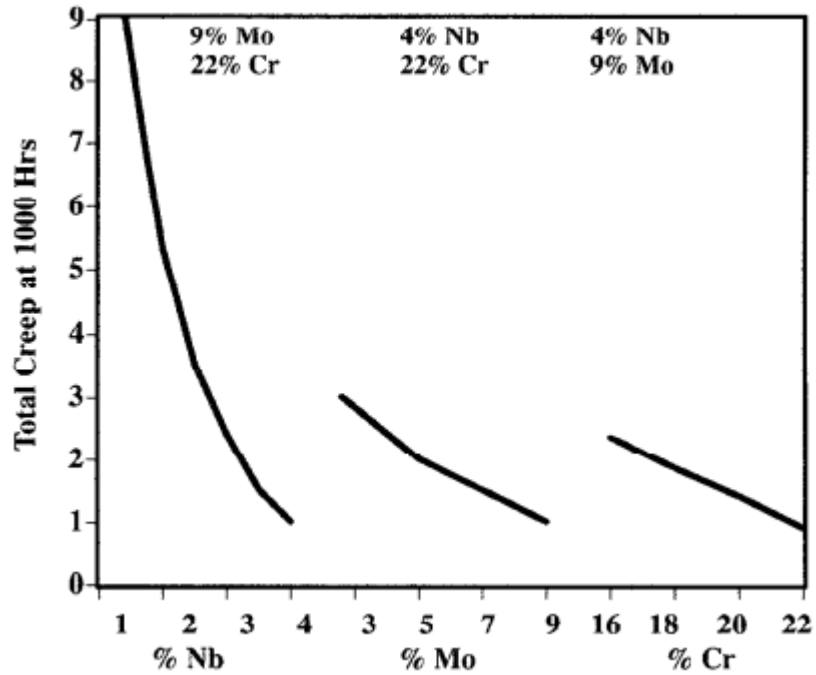


Figure 1.9 : Effet de Nb, Mo et Cr sur la résistance au fluage de l'alliage INCONEL 625 Carrés forgés à 1149°C [13]

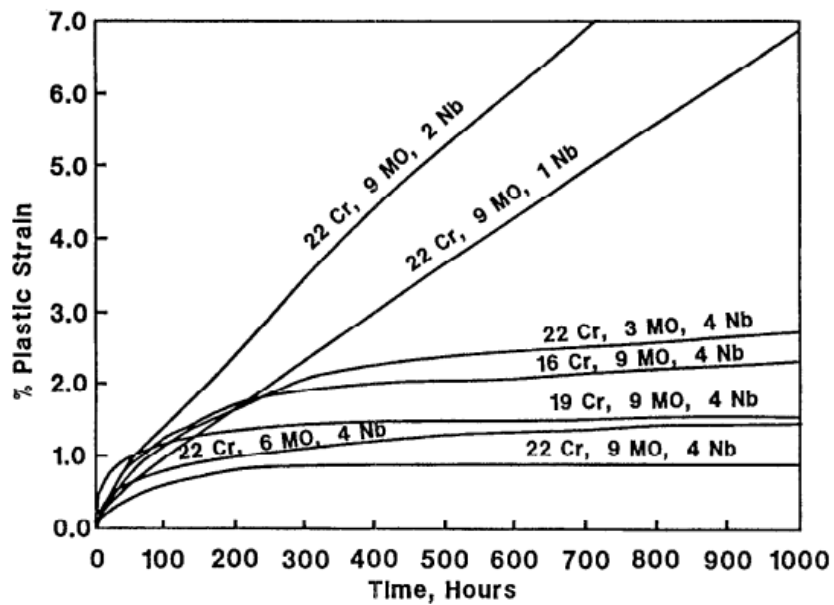


Figure 1.10 : Essais de fluage à 816 °C [13]

1.4.2 Le rôle de l'élément cuivre (Cu)

Améliorer la résistance à la corrosion des acides non oxydants.

1.4.3 Le rôle des éléments de bore (B) et de silicium (Si)

Réduit considérablement le point de fusion de l'alliage, élargit la plage de température solide-liquide et forme un eutectique à faible point de fusion ; Fonction de réduction de la désoxydation et de scorification ; L'effet durcissant et fortifiant sur le revêtement ; Améliorer les performances des processus opérationnels.

1.4.4 Le rôle de l'élément chrome (Cr)

Effet de renforcement de la solution solide, effet de passivation ; Améliorer la résistance à la corrosion et la résistance à l'oxydation à haute température ; L'excès de chrome forme facilement des phases dures de carbure de chrome et de borohydrure de chrome avec le carbone et le bore, améliorant ainsi la dureté et la résistance à l'usure de l'alliage.

1.4.5 Le rôle de l'élément molybdène (Mo)

Avec un grand rayon atomique, le réseau subit une distorsion significative après une solution solide, renforçant considérablement la matrice d'alliage, améliorant la résistance à haute température et la dureté rouge de la matrice ; Il peut couper et réduire la structure du réseau dans le revêtement ; Améliorer la résistance à la cavitation et à l'érosion des alliages de précision à base de nickel [15].

CHAPITRE 2

PROCEDURES EXPERIMENTALES

2.1 Introduction

Ce chapitre aborde notamment les aspects suivants : la sélection des matériaux de base, les techniques de fabrication employées, les paramètres de traitement thermique, les méthodes de caractérisation utilisées pour évaluer les propriétés microstructurales et mécaniques des superalliages, ainsi que les protocoles de test spécifiques mis en place. Chaque étape est justifiée en fonction des objectifs de recherche.

2.2 Sélection des matériaux de base

Le choix des matériaux constitue une étape fondamentale dans la fabrication du superalliage de nickel.

A cause de sa disponibilité au laboratoire LTSM, la poudre d'inconel 625 a été choisie pour étudier sa fusion par chauffage par induction et étudier sa résistance à l'usure. La poudre inconel 625 est fusionnée seule ou mélangée à une autre poudre à base de nickel mais contenant jusqu'à 50 % de carbures de tungstène. Les deux poudres commerciales sont fabriquées par atomisation. Les photos des poudres inconel 625 et poudre Ni-50% WC sont montrées dans les figures 2.1 et 2.2 respectivement. Les tableaux 2.1 et 2.2 donnent les compositions nominales des poudres inconel 625 et poudre Ni-50% WC respectivement.

Tableau 2.1 : Composition chimique de la poudre 625

Ni	Cr	Mo	Fe	Nb	C	Si	Al	Mn	Ti
61	21.5	9	2	3.6	0.05	0.20	0.20	0.20	0.20

Tableau 2.2 : Composition chimique de la poudre Ni-50% WC

Ni	C	Si	Fe	Cr	WC
SOLDE	<0,25	1,2	7,8	16,8	50,00

La préparation de la poudre composite a été réalisé en pesant la quantité voulue de la poudre d'Inconel 625 ainsi que la poudre Ni-50%WC selon le pourcentage voulu. Les deux poudres sont mises dans un contenant en verre et mélangées énergiquement pendant une demi-heure pour s'assurer de l'obtention d'une poudre finale relativement bien mélangée.

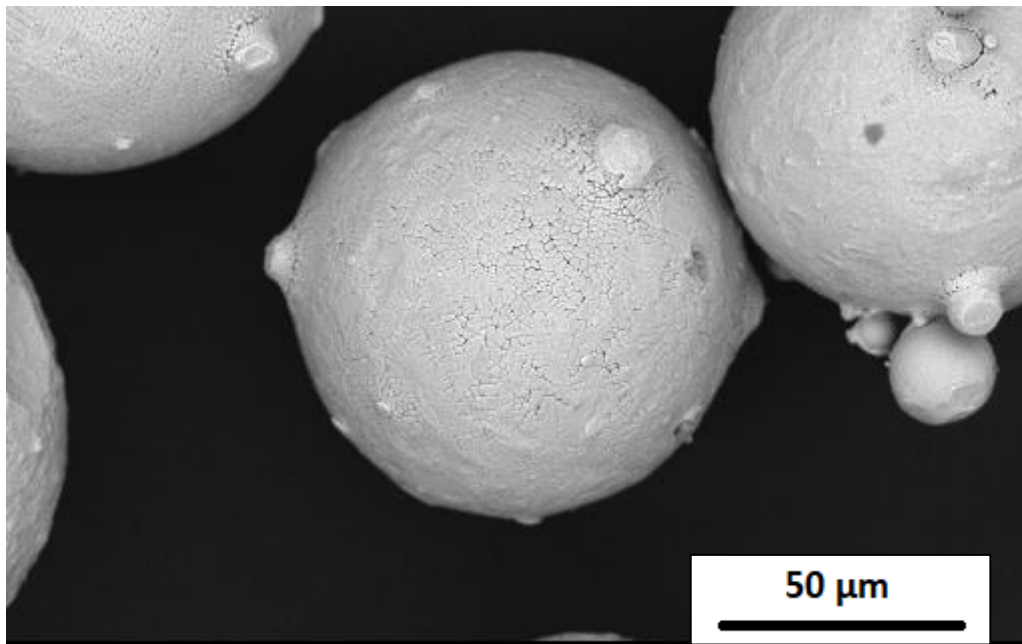


Figure 2.1 : Poudre d'inconel 625

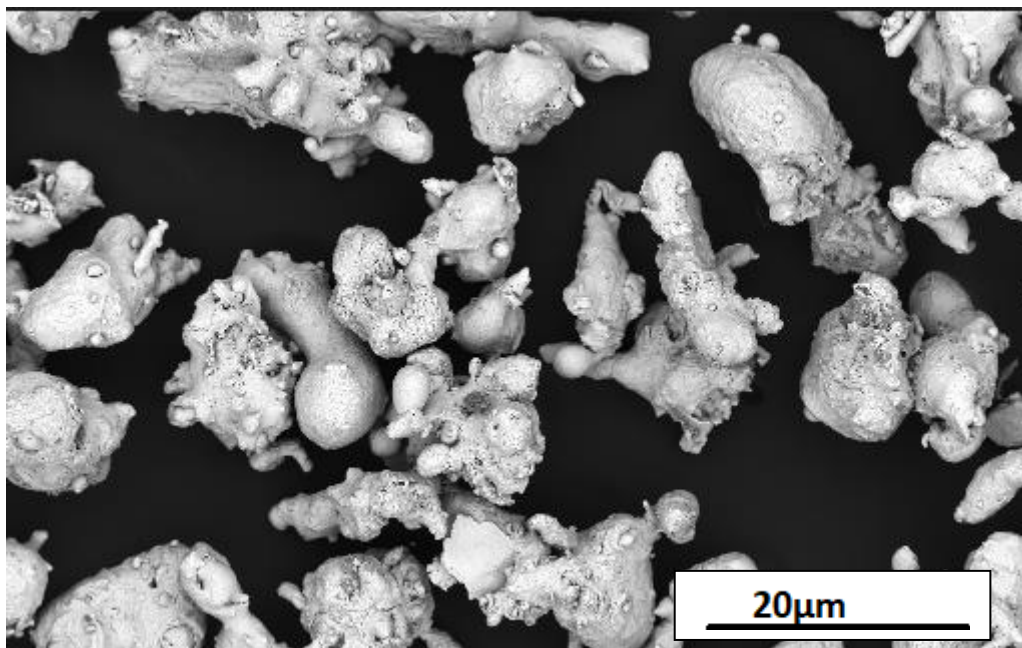


Figure 2.2 : Poudre Ni-50% WC

2.3 Pesée des poudres

La pesée des poudres s'est effectuée à l'aide d'une balance de précision de 10^{-4} g. Chaque poudre est pesée soigneusement et individuellement. Ensuite, les poudres sont placées dans un flacon en verre et mélangées. La figure 2.3 montre une photo de la balance utilisée.

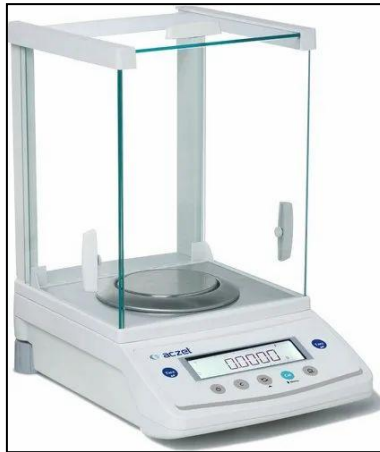


Figure 2.3 : Balance électronique

2.4 Fabrication des moules

Pour préparer les moules des éprouvettes à couler lors de la fusion de la poudre d'Inconel 625 et de la poudre composite (Inconel 625 + Ni-50%WC), nous avons façonné des moules en plâtre. Le plâtre a été choisi car le matériau n'est pas chère et est facilement manipulable. Son désavantage cependant est sa retenue d'eau qui pourrait créer de fortes porosités lors de la coulée de l'alliage. La figure 2.4 montre quelques formes que nous avons préparé à cette fin.



Figure 2.4 : Moules en plâtre avec des formes et des dimensions différentes

Les moules, une fois solide, sont placés dans une étuve à une température de 150 °C pendant plusieurs jours (au moins une semaine) afin de les sécher au mieux.

2.5 Fusion des alliages

Nous avons utilisé le chauffage par induction pour fusionner les poudres dans un creuset en graphite. Ce système génère un champ électromagnétique alternatif qui induit des courants de Foucault à l'intérieur du matériau conducteur. Le système de chauffage par induction est activé, et le creuset contenant la poudre est exposé au champ électromagnétique. Les

courants de Foucault circulent à travers la poudre, la chauffant rapidement et uniformément jusqu'à ce qu'elle atteigne le point de fusion de l'alliage.

Il faut surveiller attentivement la température de fusion des poudres (1380°C) et s'assurer qu'elle atteint le point de fusion approprié sans surchauffer, ce qui pourrait entraîner des problèmes de qualité de la pièce.

La puissance en kilowatts (kW) dans le four à induction est la quantité d'énergie électrique utilisée pour générer le champ magnétique nécessaire au chauffage des matériaux conducteurs placés à l'intérieur du four. La photo de la figure 2.5 montre le dispositif utilisé pour la fusion des poudres.



Figure 2.5 : Chauffage par induction

Bobines d'induction :

La bobine d'induction, ou inducteur, est le composant du système de chauffage par induction qui détermine l'efficacité et le rendement du chauffage de la pièce. La complexité des bobines est très variable, d'un simple enroulement hélicoïdal (solénoïde), formé d'un certain nombre de spires de tube de cuivre enroulées sur un mandrin, aux bobines de précision usinées en cuivre massif et brasées.

La bobine sert à transférer l'énergie de l'alimentation en puissance et de la tête d'induction à la pièce, en créant un champ électromagnétique alternatif. Ce champ produit à son tour un courant qui passe dans la pièce « en miroir » par rapport au courant circulant dans la bobine. En surmontant la résistance de la pièce, le courant génère de la chaleur dans celle-ci du fait des pertes I^2R .

Un deuxième principe est également à l'œuvre quand la pièce est faite d'un matériau magnétique tel que l'acier au carbone : le chauffage par hystérésis. L'énergie est alors produite dans la pièce par le champ magnétique alternatif, qui inverse la polarité magnétique dans la pièce.

Le chauffage par hystérésis de la pièce ne dépasse pas la température de Curie (750 °C pour l'acier), à laquelle la perméabilité magnétique du matériau diminue jusqu'à 1.

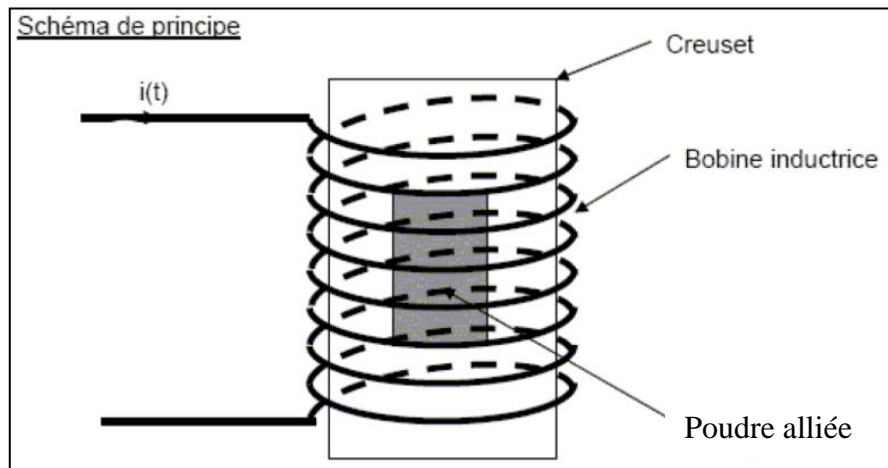


Figure 2.6 : Schéma de principe four à induction

Chargement de la poudre fondue dans les moules :

Une fois que la poudre est entièrement fondue, on doit transférer la poudre fondue dans les moules en plâtre ; en assurant que le transfert est effectué rapidement mais avec précaution pour éviter les déversements ou les pertes de matériau.

Le remplissage des moules avec la poudre fondue d'Inconel en veillant à répartir uniformément le matériau dans tous les creux et les détails du moule.

Refroidissement et démoulage :

Finalement, la poudre fondue se refroidit dans les moules et se solidifie à la température ambiante avec la surveillance du processus de refroidissement pour détecter tout signe de solidification inégale ou de défauts potentiels.

Une fois que la poudre fondue s'est solidifiée dans les moules, on démoule soigneusement notre échantillon.

2.6 Essai d'érosion

L'essai d'usure par érosion (figure 2.7) est une méthode utilisée pour évaluer la résistance à l'usure et à l'abrasion des matériaux.

La quantité d'usure est mesurée en fonction de divers paramètres, tels que la perte de masse de l'échantillon, les changements dimensionnels, ou la morphologie de surface.

Cette méthode est largement utilisée pour évaluer la durabilité des revêtements, des matériaux de construction, des pièces métalliques. En fournissant des données sur la résistance à l'usure et à l'abrasion, cet essai aide à optimiser la sélection des matériaux pour des performances maximales dans des conditions d'utilisation réelles.

Il est essentiel de contrôler à la fois l'angle (figure 2.7), la distance et le temps pour obtenir des résultats d'essai précis et représentatifs. En ajustant l'angle d'incidence des particules abrasives et en gardant la distance constante entre la buse de sablage et la surface de l'échantillon. A cet effet, nous avons confectionné un porte échantillon qui permet la fixation des éprouvettes d'essai tout en modifiant l'angle d'attaque que présente la surface érodée face au jet d'abrasifs (le corindon dans notre cas).

Dans cet essai, un échantillon (2) est exposé à des particules abrasives projetées à haute vitesse à travers une buse (3) en carbure de tungstène. frappent la surface de l'échantillon avec une énergie cinétique élevée, provoquant des dommages progressifs et de l'usure. Un dispositif porte-échantillon (1) spécialement conçu a permis de varier l'angle de projection de l'abrasif. Trois angles différents ont été testés : 90° , 60° , et 45° . Chaque angle a été utilisé pour tester trois échantillons de chaque mélange, permettant une comparaison détaillée des effets de l'angle de projection sur l'érosion.

En contrôlant ces paramètres, nous pouvons optimiser les conditions d'essai pour évaluer de manière approfondie la résistance à l'usure des matériaux.

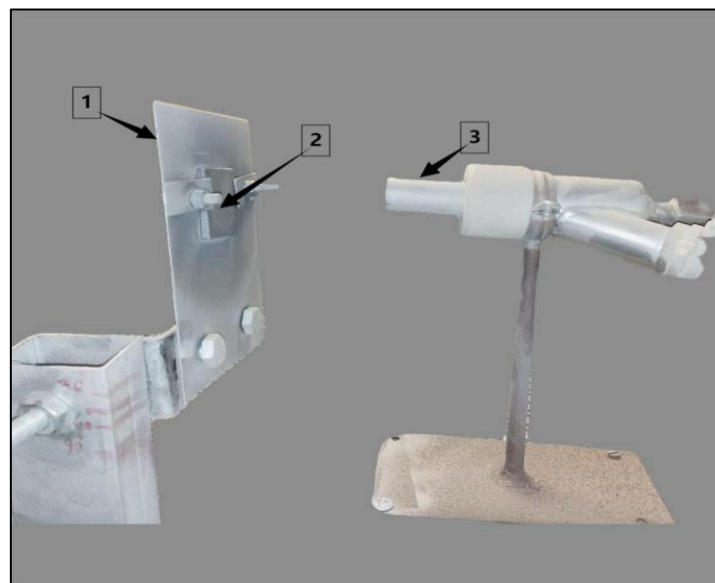


Figure 2.7 : Porte-échantillon ajustable pour contrôler l'angle d'attaque.

2.7 Essai de frottement pion-disque :

L'essai pion-disque est une méthode standard utilisée pour évaluer les propriétés tribologiques des matériaux. Dans cet essai, l'échantillon est soumis à un contact de glissement avec un pion sous une charge spécifiée. Typiquement, l'échantillon est monté sur un dispositif rotatif tandis que le pion est fixé sur un dispositif stationnaire. Pendant l'essai, une force normale est appliquée entre l'échantillon et le pion, et un mouvement relatif est induit entre les deux surfaces, simulant des conditions d'usure réelles. Les paramètres mesurés comprennent la perte de masse de l'échantillon, la morphologie de la surface, et d'autres caractéristiques d'usure. Cette méthode fournit des informations cruciales sur la résistance à l'usure, la durabilité et la stabilité tribologique des matériaux, et est largement utilisée dans diverses industries, notamment l'automobile, l'aérospatiale, et la fabrication d'outils.

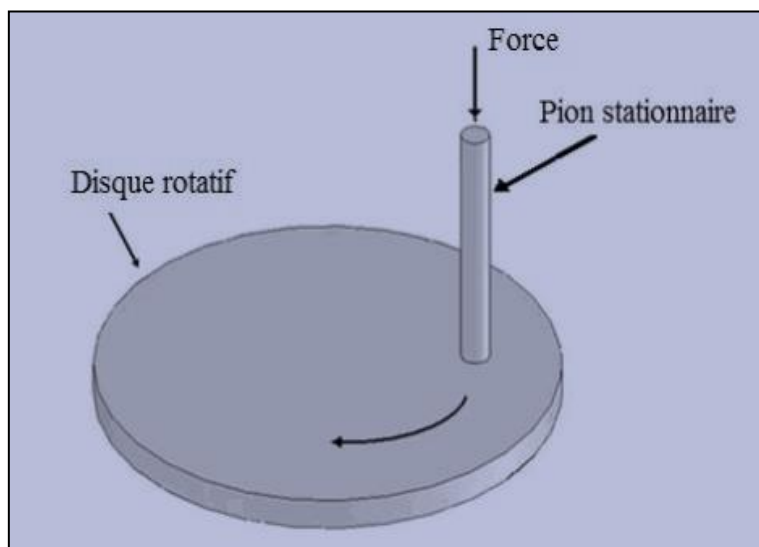


Figure 2.8 : Essai pion sur disque.

2.8 Préparation métallographique

La préparation de surface pour la métallographie est une étape essentielle qui implique plusieurs étapes pour préparer l'échantillon métallique avant son observation au microscope. Les équipements pour la préparation de surface en métallographie incluent des polisseuses et des papiers abrasifs pour le polissage, ainsi que des appareils de nettoyage et des solutions spécifiques pour les attaques chimiques.

Les principales étapes de la préparation de surface pour la métallographie sont les suivantes :

2.8.1 Le polissage

Le polissage est une étape cruciale de la préparation de surface pour la métallographie. Il est utilisé pour obtenir une surface lisse et brillante sur l'échantillon métallique, ce qui permet une observation précise de sa structure microscopique au microscope optique ou électronique.

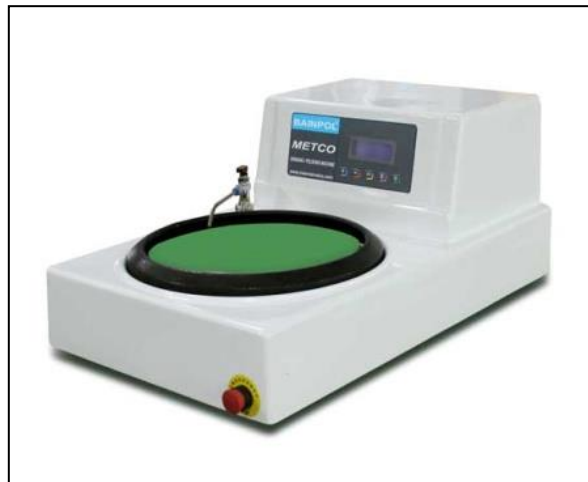


Figure 2.9 : Polisseuse métallographique

2.8.2 L'attaque chimique :

L'attaque chimique est une technique utilisée en métallographie pour révéler la microstructure des échantillons métalliques. Elle implique l'immersion de l'échantillon dans une solution chimique spécifique qui réagit sélectivement avec certains constituants de l'alliage, mettant ainsi en évidence sa structure interne.

Cette étape est cruciale car elle permet de visualiser les grains, les phases, les inclusions et d'autres caractéristiques microstructurales, ce qui est essentiel pour comprendre les propriétés et le comportement du matériau dans diverses applications industrielles et scientifiques.

2.8.3 Microscopie métallographique

Cette technique, souvent associée à la microscopie, consiste à préparer des échantillons métalliques en les polissant et en les attaquant chimiquement afin de révéler leur structure interne. Les observations microscopiques permettent d'analyser des caractéristiques telles que la taille des grains, la distribution des phases, les inclusions et les défauts de structure. La métallographie est largement utilisée dans les industries de la métallurgie, de la science des matériaux et de l'ingénierie pour contrôler la qualité des matériaux, optimiser les processus de fabrication et développer de nouveaux alliages métalliques aux propriétés améliorées.

Dans la métallographie, on utilise principalement des microscopes optiques et électroniques pour examiner la structure interne des métaux et des alliages à une échelle microscopique.

2.9 Le microscope optique

Le microscope optique est un outil essentiel en métallographie, utilisé pour observer la structure interne des métaux et des alliages à une échelle microscopique. Son principe repose sur l'utilisation de la lumière visible pour illuminer l'échantillon métallique préparé, permettant ainsi aux chercheurs et aux ingénieurs d'observer les détails de sa structure. Le but principal de l'utilisation du microscope optique en métallographie est d'analyser la taille des grains, la distribution des phases, les inclusions et les défauts de structure dans les matériaux métalliques. Ces observations fournissent des informations cruciales pour comprendre les propriétés physiques, mécaniques et chimiques des métaux, ce qui est essentiel pour concevoir et fabriquer des produits de haute qualité dans diverses industries.

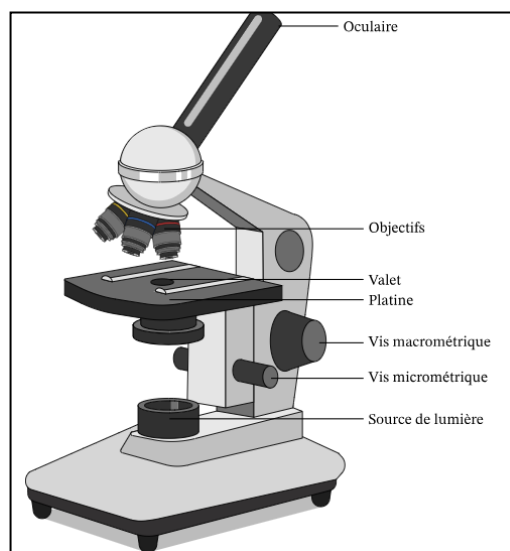


Figure 2.10 : Microscope optique.

2.10 La Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

La Microscopie Électronique à Balayage (MEB) est une technique d'imagerie permettant d'observer la structure microscopique des matériaux à une résolution élevée. Elle utilise un faisceau d'électrons pour sonder la surface de l'échantillon, produisant des images détaillées qui révèlent la topographie et la composition des matériaux.

Le principal objectif de la MEB est d'étudier la microstructure des matériaux, ce qui inclut la taille et la forme des grains, la distribution des phases, ainsi que la détection des défauts et des inclusions.



Figure 2.11 : Microscope Electronique à Balayage)

2.11 Essai de dureté

Cet essai consiste à évaluer la résistance d'un matériau à la déformation plastique ou à la pénétration d'une pointe ou d'une bille, généralement en appliquant une force spécifique selon une méthode normalisée. Il existe différentes méthodes d'essai de dureté, telles que l'essai de dureté Brinell, l'essai de dureté Vickers, l'essai de dureté Rockwell, etc. Chacune de ces méthodes utilise un dispositif spécifique et fournit des valeurs de dureté qui peuvent être comparées pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux.

Dans notre expérience, nous avons employé la méthode de dureté Rockwell. Cette méthode utilise une pointe sphérique pour enfoncer légèrement la surface de l'échantillon sous différentes charges. La profondeur de pénétration est mesurée, puis convertie en une échelle de dureté Rockwell, qui est lue directement sur l'appareil.



Figure 2.12 : Duromètre Rockwell

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation et à l'analyse des résultats obtenus lors de notre étude sur la fabrication et la caractérisation des superalliages de nickel. Après avoir défini les concepts clés et détaillé les méthodologies utilisées dans les chapitres précédents, nous nous concentrons ici sur les données expérimentales et les observations. Les résultats incluent une évaluation approfondie des différentes techniques de fabrication, telles que la métallurgie des poudres et les procédés de solidification dirigée. Pour caractériser les superalliages produits, nous avons utilisé diverses méthodes, notamment la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), les essais d'érosion et les mesures de dureté. À travers ces analyses, nous mettons en lumière les corrélations entre les processus de fabrication, la microstructure et les performances des superalliages de nickel.

Ce chapitre vise à fournir une compréhension détaillée et critique des performances des superalliages, en vue d'améliorer leur conception et leur application dans des environnements exigeants.

3.2 Caractérisation des poudres utilisées

Nous avons sélectionné deux types différents de poudres à base de nickel pour notre étude. Le MEB nous permet d'obtenir des dimensions précises et des tailles de particules, révélant ainsi des différences significatives de structure et de distribution des particules entre les deux poudres.

Étant donné que les formes des particules des deux poudres sont différentes, nous examinerons les dimensions de chacune afin de comparer les différences dimensionnelles entre ces deux poudres.

La taille moyenne des particules de l'inconel 625 est de 74,81 μm , tandis que celle de la poudre Ni-50% WC est de 148,66 μm .

En général, la poudre avec des particules plus petites présente une distribution plus homogène et une surface spécifique plus élevée, ce qui peut influencer les propriétés mécaniques et la microstructure des superalliages fabriqués.

À l'inverse, la poudre avec des particules plus grandes peut offrir une meilleure fluidité lors des processus de fabrication, mais pourrait nécessiter des ajustements pour optimiser les propriétés finales des alliages.

D'après les mesures, les dimensions des particules des deux poudres sont différentes.

Pour obtenir un mélange homogène et assurer une répartition uniforme des propriétés dans l'expérience, il est essentiel de mélanger soigneusement les deux poudres.

Ce mélange permettra d'utiliser de manière optimale les caractéristiques uniques de chaque poudre et d'améliorer la cohérence des résultats expérimentaux.

3.3 Expérience de fusion par chauffage par induction

Dans cette section, nous présentons et analysons les résultats obtenus à partir des examens métallographiques des échantillons fusionnés.

Ces analyses ont été effectuées afin de caractériser la microstructure des alliages produits et d'évaluer les effets des différentes conditions de fusion sur les propriétés métallurgiques.

Les images et observations microscopiques fournissent des informations cruciales sur la composition, la distribution des phases, et les éventuels défauts présents dans les échantillons.

Ces résultats permettent de mieux comprendre les interactions entre les poudres utilisées et d'optimiser les processus de fusion pour les applications futures.

Lorsque nous avons essayé pour la première fois le chauffage par induction pour fusionner notre alliage, nous avons ajouté la poudre Inconel 625 à un creuset qui contenait déjà de l'acier au carbone solidifié dans le fond. Afin d'utiliser ce même creuset, nous avons simplement ajouté la poudre d'Inconel. La puissance du chauffage par induction était de 17 KW et nous avons fusionné le contenu du creuset (acier + poudre d'Inconel 625) pendant 40 secondes. Une seconde fusion était nécessaire pour obtenir un alliage complètement fondu. Dans cette expérience, nous n'avons pas remué le mélange. L'alliage fondu était coulé dans les moules en plâtre. Les éprouvettes obtenues sont découpé et préparées métallographiquement pour une observation au microscope optique.

La section suivante présente les résultats obtenus par microscopie optique, mettant en évidence les caractéristiques microstructurales des échantillons préparés.

La figure 3.1 montre des photos des microstructures obtenues à partir d'un mélange (Acier + Poudre d'Inconel 625).

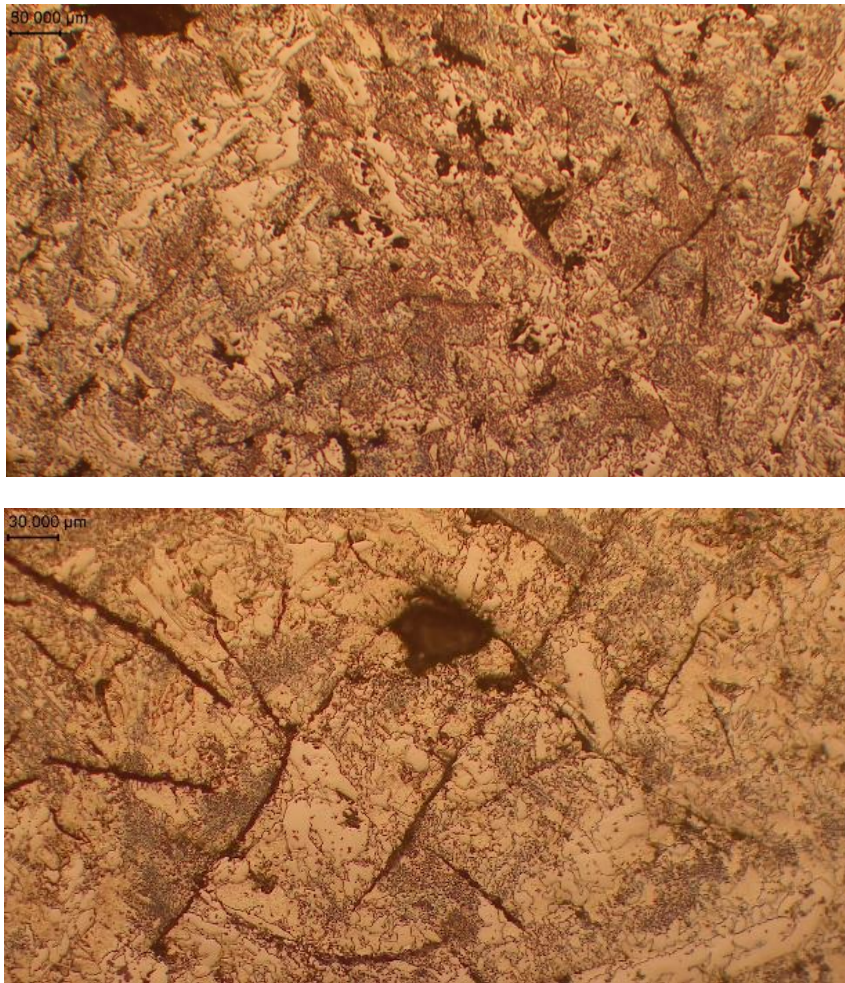


Figure 3.1 : Microstructure du mélange (Acier + Poudre d'Inconel 625)

Ces premières expériences ont démontré la faisabilité d'une préparation d'un alliage par le chauffage par induction. La microstructure de l'alliage est saine. Nous n'avons pas poussé l'analyse plus loin car l'objectif de cette expérience est de vérifier l'obtention d'un alliage sain via le chauffage par induction.

3.4 Fusion de l'Inconel 625

Pour la fusion de l'Inconel 625 par chauffage par induction, nous avons réglé la puissance à 17 KW et un temps de maintien de 100 secondes. Il n'y a pas de mélange de la poudre lors de la fusion.

L'alliage fusionné est coulé dans les moules en plâtre de forme ronde, carrée et d'éprouvette de traction.

La première remarque à faire est que lors de la coulée, il y a eu un dégagement de vapeur des moules de plâtre bien que ces derniers ont été étuvés pendant plusieurs jours.

La présence de l'eau dans le plâtre rendait difficile l'obtention d'éprouvettes avec des surfaces bien plates. La vaporisation de l'eau provoquait des creux qui rendaient difficilement les éprouvettes exploitables pour de futures caractérisations.

L'éprouvette destinée à l'essai de traction n'avait pas de forme régulière ce qui a obligé à écarter son utilisation.

Cependant, nous avons quand obtenu des pièces de forme carrées pour les essais d'usure. D'autres éprouvettes coulées ont été utilisées pour la caractérisation microstructurale et mécanique.

Une coupe transversale de l'alliage d'Inconel 625 obtenu est montrée à la figure 3.2.

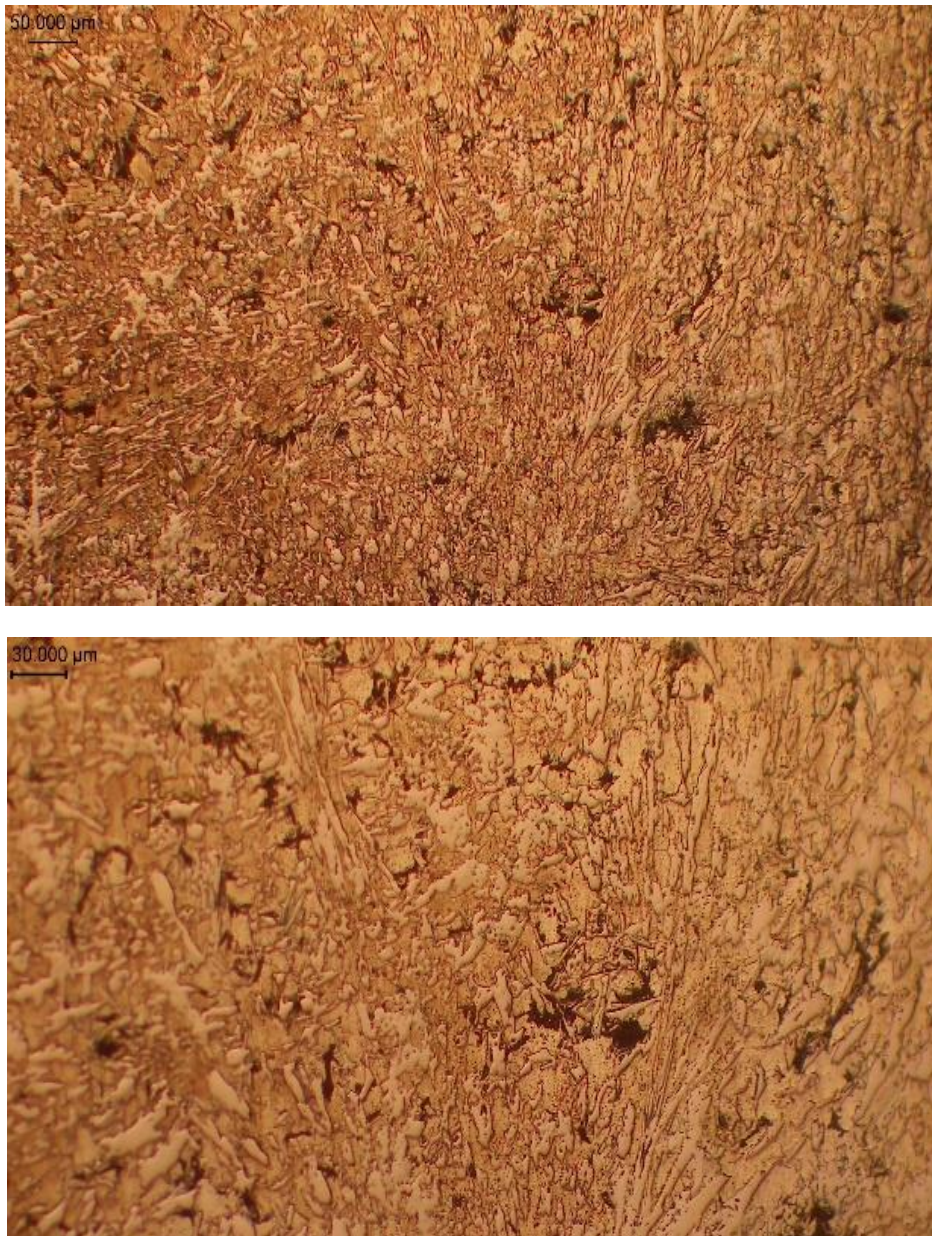


Figure 3.2 : Microstructure de l'Inconel 625

On peut dire qu'à partir de cette expérience que le chauffage par induction propose la fusion des alliages les avantages suivants:

- Chauffage mains libres
- N'implique aucune compétence d'opérateur requise pour la fabrication
- Répartition uniforme du chauffage
- Rampe de température rapide et contrôlable
- Résultats cohérents.

L'étude de la microstructure a été réalisée à l'aide d'un microscope optique et d'un microscope électronique à balayage. A partir de la microstructure observée au microscope optique, on distingue, mais vaguement, la présence de carbures qui nous croyons, en blanc clair. Des zones grises et d'autres plus sombres sont aussi notées.

L'analyse de ces zones nécessitent leur observation au microscope électronique à balayage. Une photo de cette microstructure est présentée à la figure 3.3. La figure 3.4 montre une photo topographique.

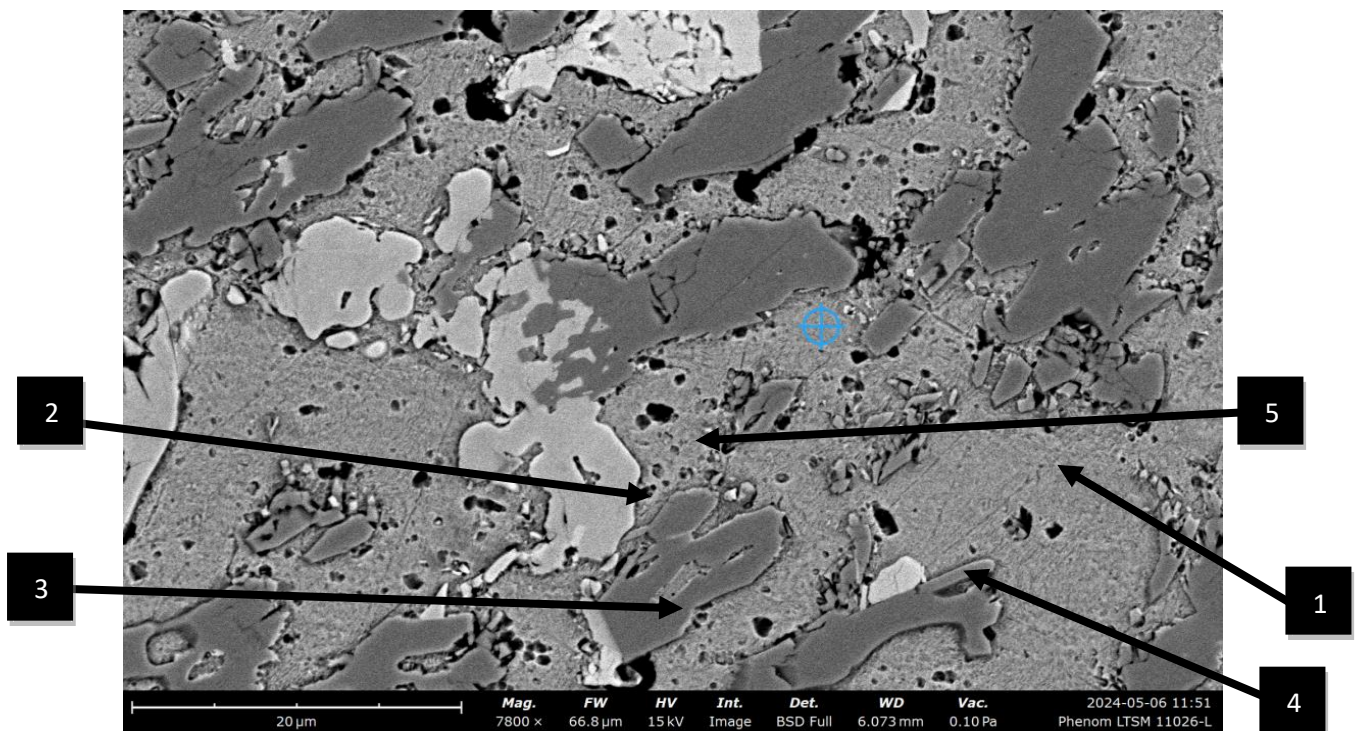


Figure 3.3 : Microstructure d'Inconel 625 prise par le MEB.

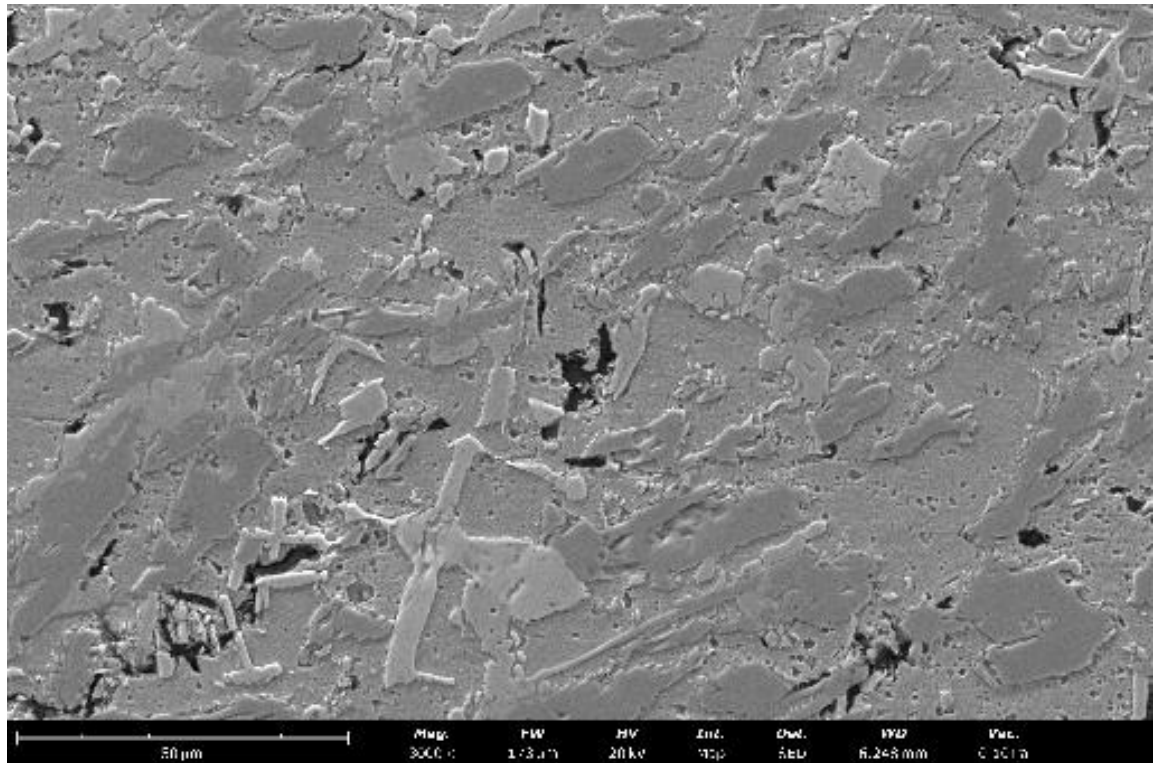


Figure 3.4 : Photo topographique de l'Inconel 625.

La zone grise claire est la matrice austénitique de la phase γ constituée de nickel.

Une analyse EDX (zone 1) dans la Figure 3.5 montre qu'outre le nickel, il y a évidemment la présence du chrome et du molybdène. Dans cette zone, c'est la phase γ qui domine [17].

Les zones plus noires (zone 5) sont identifiées comme étant des carbures de $M_{23}C_6$ [18] notamment des carbures de chrome.

L'analyse EDX des autres (zone 2, 3 et 4) sont montrées dans les figures 3.6, 3.7 et 3.8 respectivement.

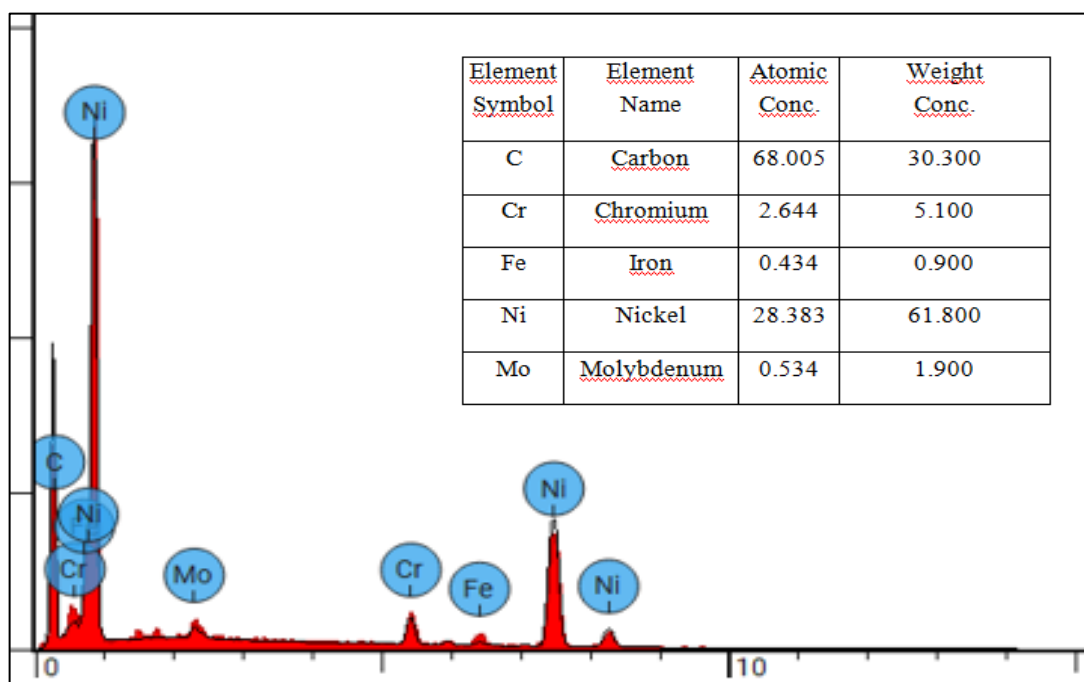


Figure 3.5 : Analyse EDX de la zone grise claire de l’Inconel 625 (zone 1).

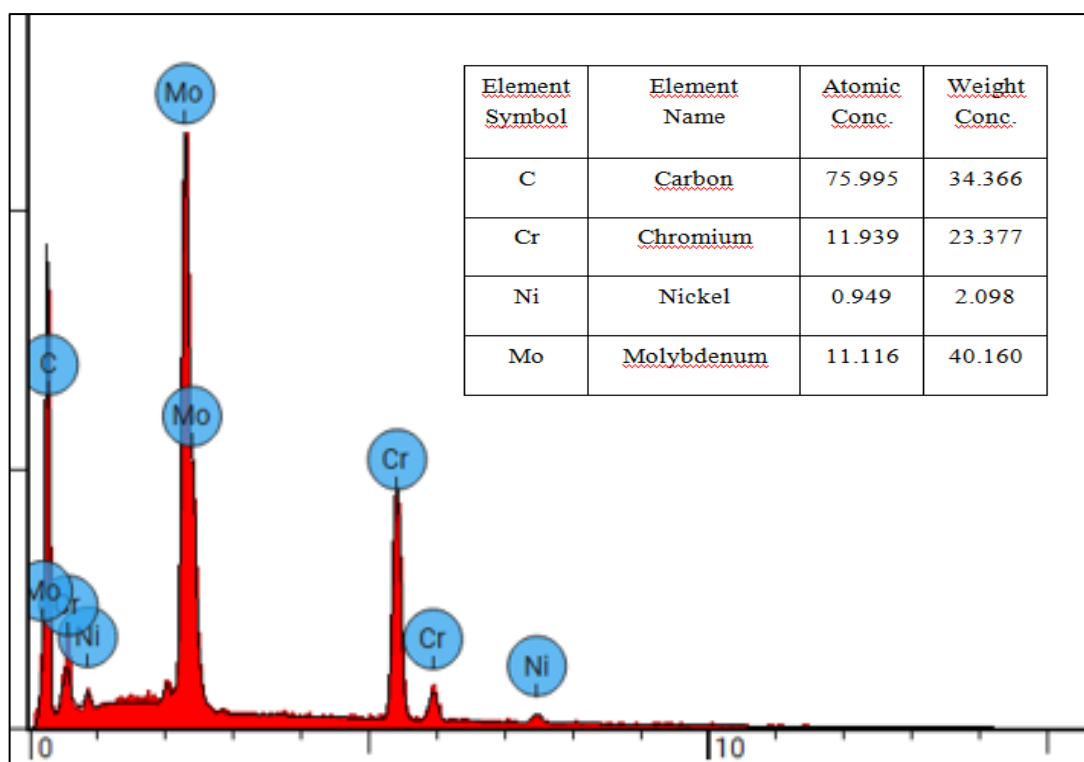


Figure 3.6 : Analyse EDX de la zone grise claire de l’Inconel 625 (zone 2).

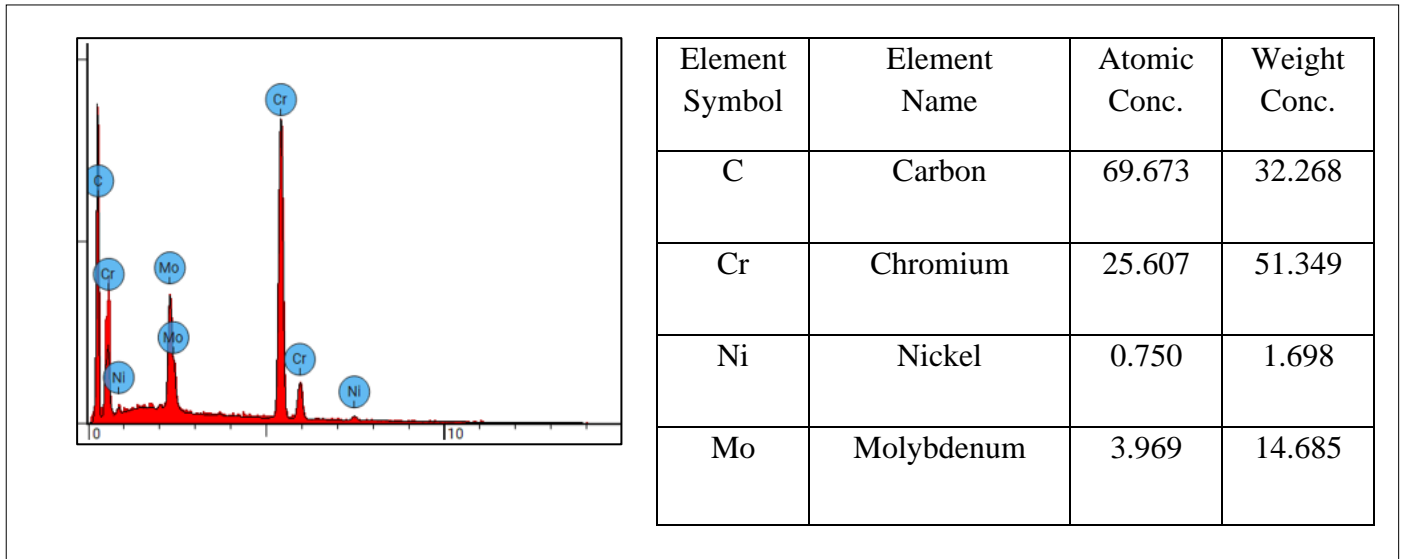


Figure 3.7 : Analyse EDX de la zone grise claire de l’Inconel 625 (zone 3).

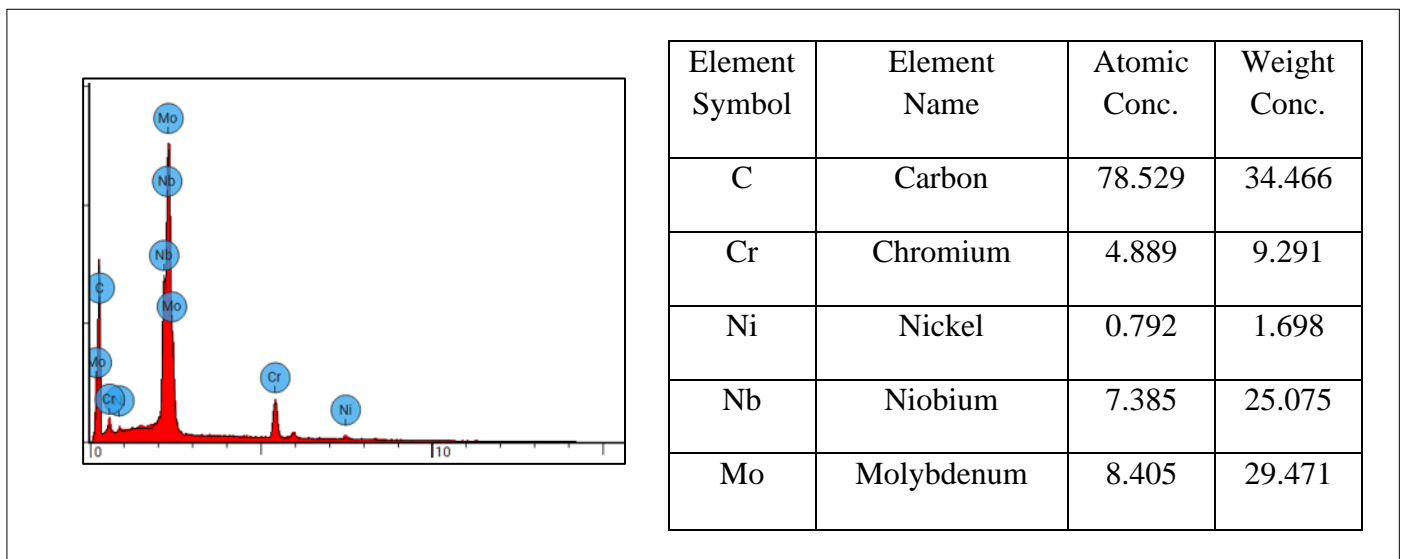


Figure 3.8 : Analyse EDX de la zone grise claire de l’Inconel 625 (zone 4).

Bien que l’alliage ait été initialement conçu comme un alliage durci en solution solide, il a été observé qu’une précipitation de phases intermétalliques et de carbures se produit lors de la soumission de l’alliage à un traitement de vieillissement dans la plage [580°C, 750°C] [16]. Il a également été rapporté que la phase δ se formait directement à partir de la solution solide sursaturée lors du vieillissement à des températures supérieures à 1023 K.

La précipitation des carbures $M_{23}C_6$, M_6C et MC se produira dans la plage [1033 K, 1253K] [19].

Il a été observé que la précipitation de la phase δ commence dans les régions enrichies en Nb et Mo des carbures des joints de grains et de la matrice. Il est donc tout à fait possible que ces régions enrichies favorisent la précipitation précoce de la phase δ responsable de l'augmentation rapide de la limite élastique de l'Inconel 625.

La microstructure de l'Inconel 625 sous le microscope optique À un faible grossissement, la structure semblait homogène, présentant une texture fine et régulière. Cependant, à un Zoom plus élevé, des détails plus fins sont apparus, révélant une structure plus complexe avec des grains de différentes tailles et des limites de grains bien définies. De plus, des inclusions et des précipités peuvent être observés, fournissant des informations précieuses sur la composition et les propriétés mécaniques de l'alliage Inconel 625.

La réaction de solidification dominante dans les deux alliages est l'enrichissement du liquide interdendritique restant en niobium, et la formation qui en résulte d'une phase de Laves riche en niobium et/ou de carbure de niobium au cours des étapes finales de solidification. la caractéristique principale dans les superalliages de nickel est l'augmentation de la teneur en Nb dans le liquide final à solidifier (zone 4).

Beaucoup de phases secondaires de carbures de type MC , $M_{23}C_6$, M_6C et M_7C_3 , des précipités comme γ' et γ'' qui sont trop petits pour être détectés au microscope optique. γ' est trouvé dans les alliages de nickel sous la forme de $Ni_3(Al, Ti)$. γ'' est trouvé dans les alliages de nickel en présence du Nb. C'est une phase tétragonale centrée sous forme de Ni_3Nb [20]. Elle a une structure proche de δ (Ni_3Nb). Les phases laves (Fe_2Nb , Fe_2Ti or Fe_2Mo) peuvent être trouvées dans les pièces coulées et laminées.

La figure 3.9 donne un exemple des courbes TTT de l'inconel 625. La figure 3.10 regroupe l'ensemble des analyses EDX de l'Inconel 625.

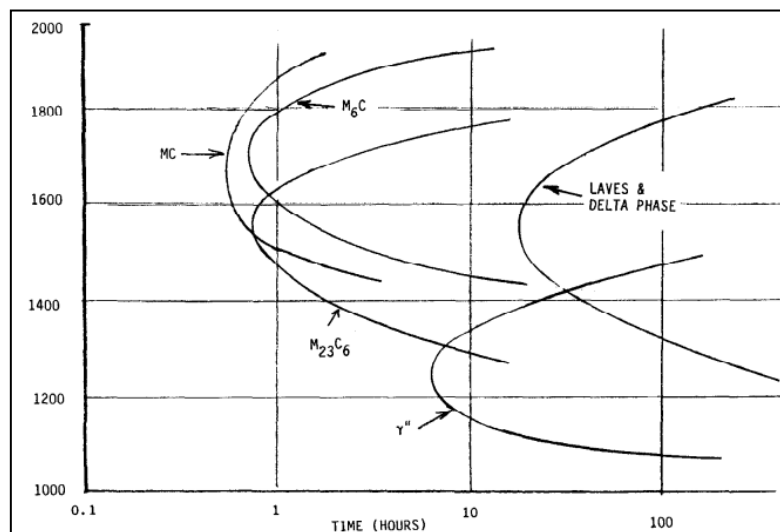


Figure 3.9 : Courbe TTT de l'alliage Inconel 625 [20].

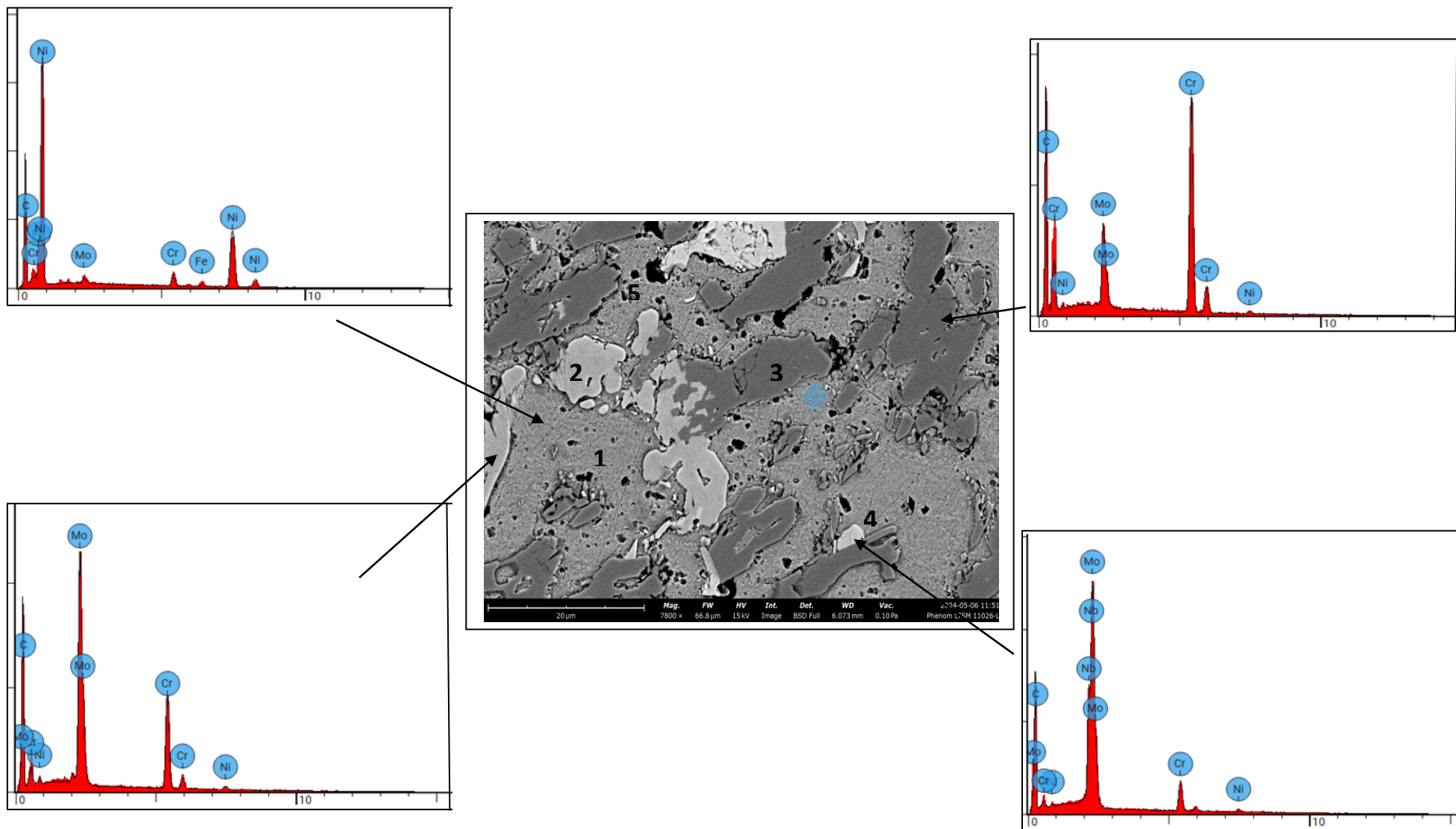


Figure 3.10 : Analyse EDX de l'Inconel 625

3.5 Fusion de l'alliage composite

Dans cette série d'expérience, nous avons versé dans le creuset en graphite, une poudre composite constituant de l'Inconel 625 avec une poudre à base de nickel contenant 50 % de carbures de tungstène. Nous voulions prospecter si on pouvait, avec le chauffage par induction, fusionner différents matériaux et étudier sommairement leur microstructure ainsi que leur résistance mécanique. Ici, c'est l'usure érosive qui a été choisi car, pour nous, elle est très facile à réaliser. Le mélange a été préparé comme décrit précédemment au chapitre 2. La poudre composite est versée dans le creuset en graphite, et la puissance de chauffage était fixée à 17 KW pour une durée 150 secondes. Avec nos expériences précédentes, on pouvait savoir si l'alliage est complètement fondu ou non juste en regardant le déroulement de la fusion dans le creuset. Le bain liquide ainsi obtenu est coulé dans les moules de plâtre. Cependant, dans ces expériences, nous avons deux façons de préparer l'alliage composite. La première fusion était faite sans remuer le bain liquide avant sa coulée. La seconde expérience était faite avec un mélange du bain liquide à l'aide d'une barre d'acier de 12 mm de diamètre. La barre était plongée lorsqu'on obtient la fusion du composite et le temps de mélange ne durait que quelques secondes. Ceci est fait pour s'assurer que la barre ne fusionnera pas et qu'il n'y est pas de diffusion de l'acier vers le bain.

La microstructure de l'alliage composite est montrée à la figure 3.11. La figure 3.12 montre la microstructure de l'alliage composite remué avant d'être coulé.

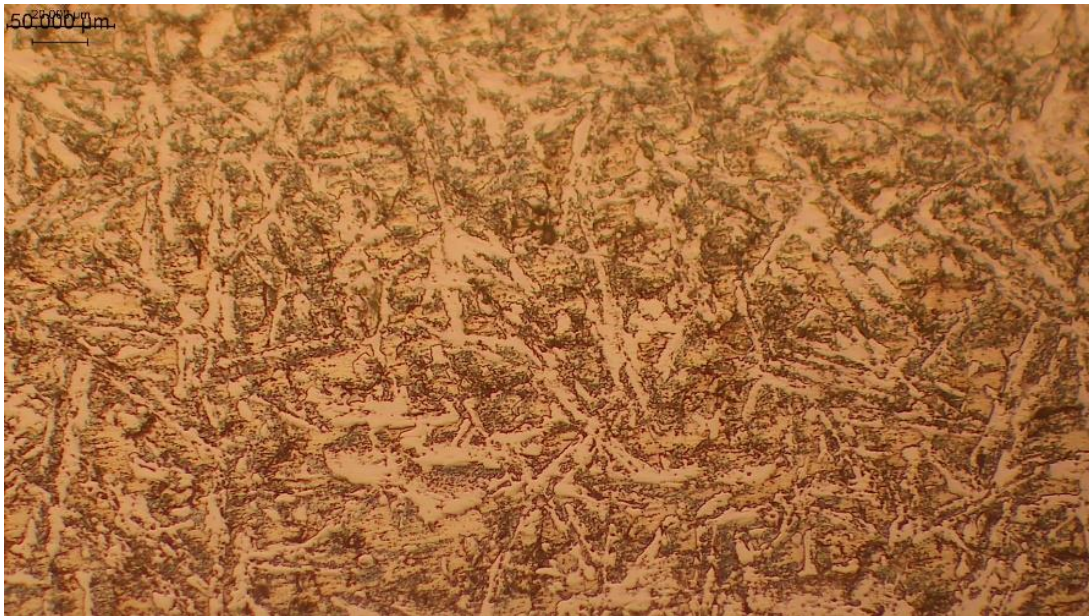


Figure 3.11 : Microstructure de l'alliage composite sans mixage.

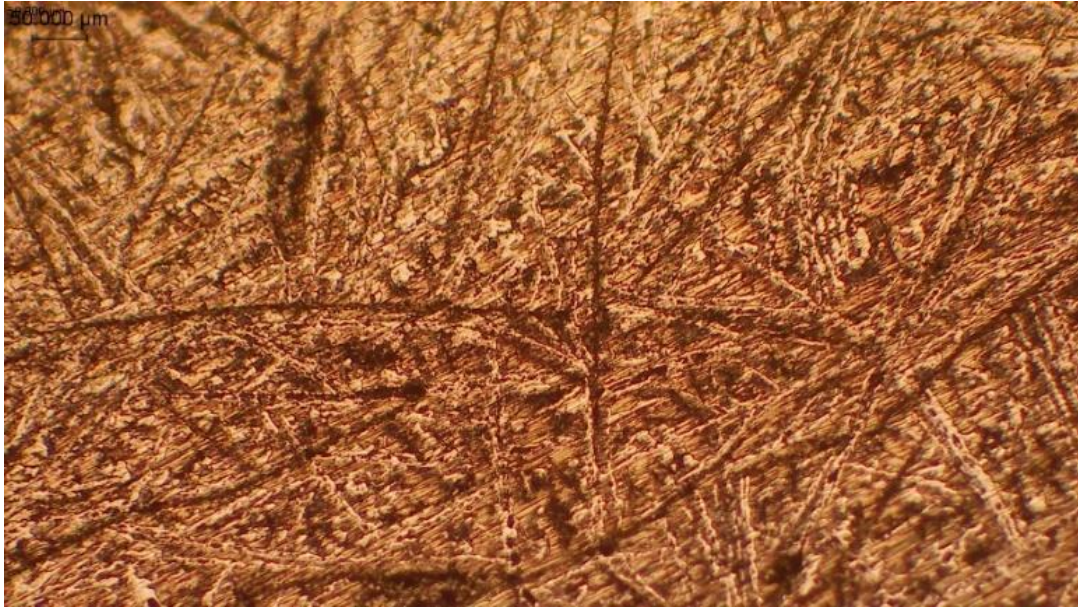


Figure 3.12 : Microstructure de l’alliage composite avec mixage.

Les deux micrographies sont peu exploitables. Cependant, nous notons visuellement que la microstructure de l’alliage composite mixé est très différente de celle obtenue à partir du liquide sans mixage. Cela suggère au moins que le mixage du bain de fusion a une influence sur la microstructure finale de l’alliage coulé.

La figure 3.14 prise au MEB montre déjà une différence significative par rapport à celles prises au microscope optique. On voit la microstructure est constituée d’une matrice en phase γ parsemée de sorte d’aiguilles. La figure 3.15 illustre le zoom sur la photo de la figure 3.14. Il nous semble que les aiguilles soient des carbures que l’analyse EDS nous aidera à identifier. La Figure 3.13 montre les éléments présents dans l’alliage composite.

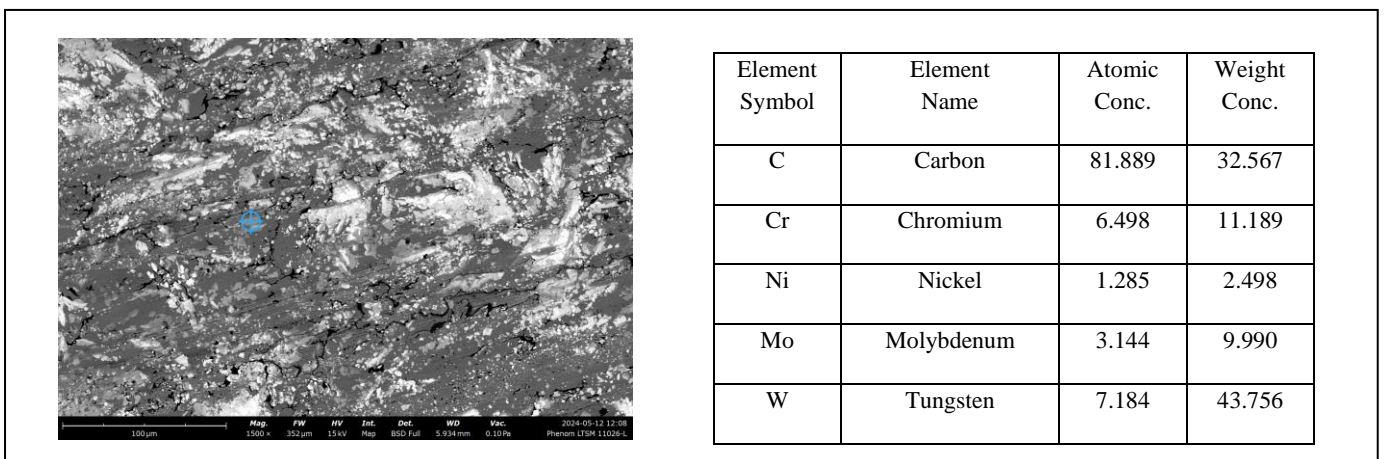


Figure 3.13 : Répartition des éléments présents dans le composite

Le fort pourcentage de carbone indique seulement qu’en est en présence de carbures.

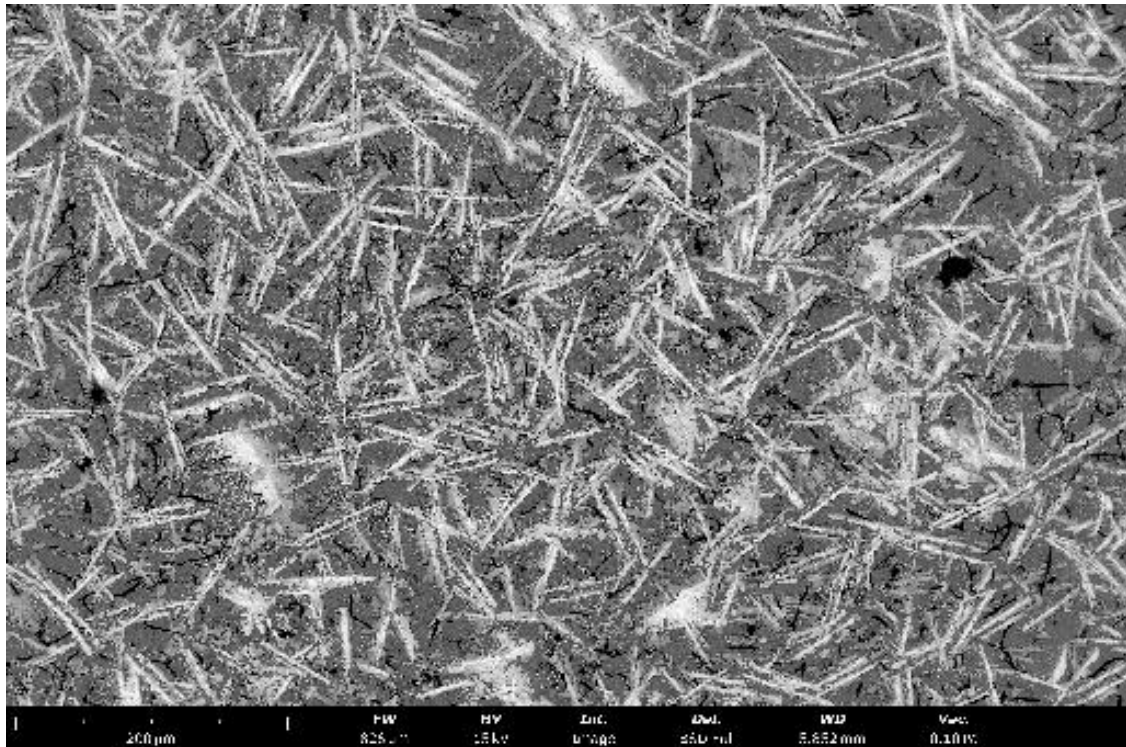


Figure 3.14 : Microstructure de la poudre composite coulée.

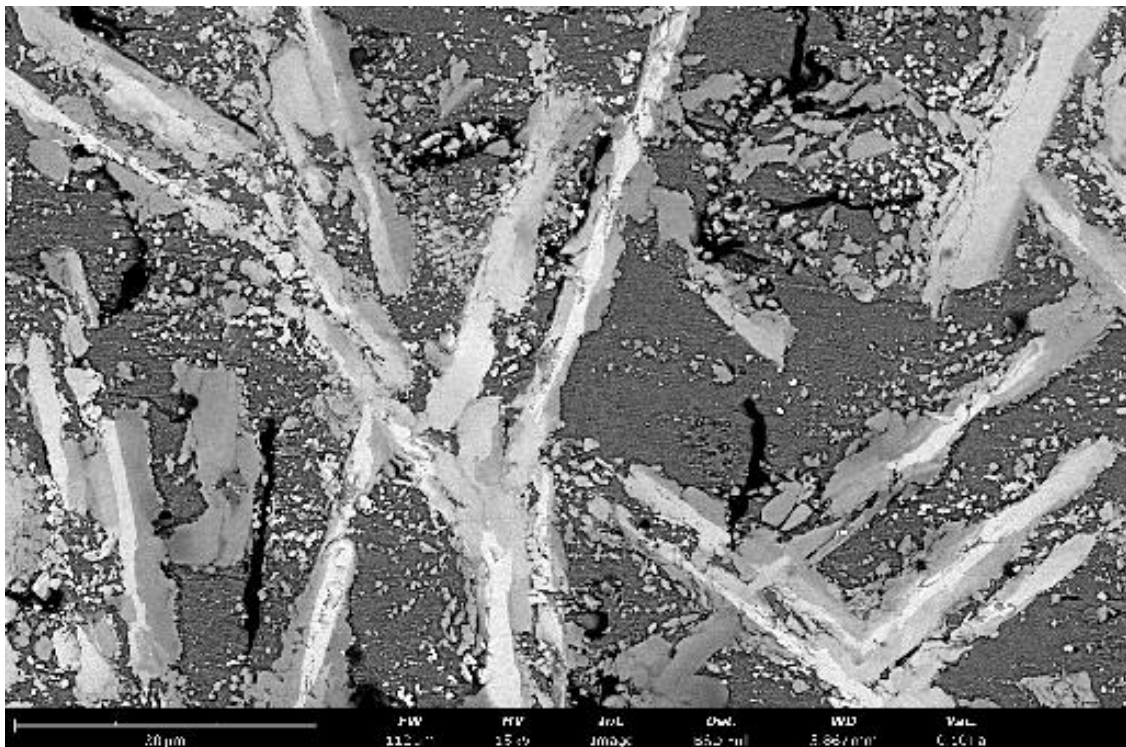


Figure 3.15 : Vue de la microstructure de la poudre composite coulée agrandie.

La figure 3.16 nous donne une vue globale de la microstructure avec les différentes de l'EDS. La présence de carbures de tungstène dans la poudre composite modifie profondément la nature de l'alliage Inconel 625. Il est intéressant de poursuivre cette étude pour vérifier si les formes d'aiguilles de ces carbures ne sont pas au détriment des

propriétés mécaniques de l'alliage Inconel 625. Il y a un mélange complexe de carbures de tungstène, de chrome, de molybdène, de niobium et d'autres carbures composés. L'interaction de ces carbures mérite que l'on engage une étude sur le pourcentage de la poudre composite à ajouter à l'Inconel 625 et étudier les caractéristiques mécaniques qui en découlent.

3.6 Essai de dureté

Le tableau 3.1 donne les mesures de dureté Rockwell des alliages Inconel 625 et poudre composite.

Tableau 3.1 : Essais de dureté

Echantillon	Dureté Moyenne HRC
Inconel 625	41,3
Poudre composite	42,8

Nous remarquons que les duretés des deux alliages sont très proches.

3.7 Essai d'Érosion

Nous avons réalisé des essais d'érosion sur trois échantillons d'Inconel 625 et trois échantillons de la poudre composite (Inconel 625 + alliage Ni + WC). Les angles d'attaque des particules abrasives ont été fixés à de 90°, 60°, et 45°. Les essais ont été effectués à une distance de 10 cm et pendant une durée de 1 minute. Les résultats de ces essais sont regroupés au tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Résultats des essais d'érosion

Angle (°) $\Delta m(g)$	Inconel 625	Poudre composite
90	0.6217	0.3276
60	0.3056	0.2927
45	0.1811	0.0705

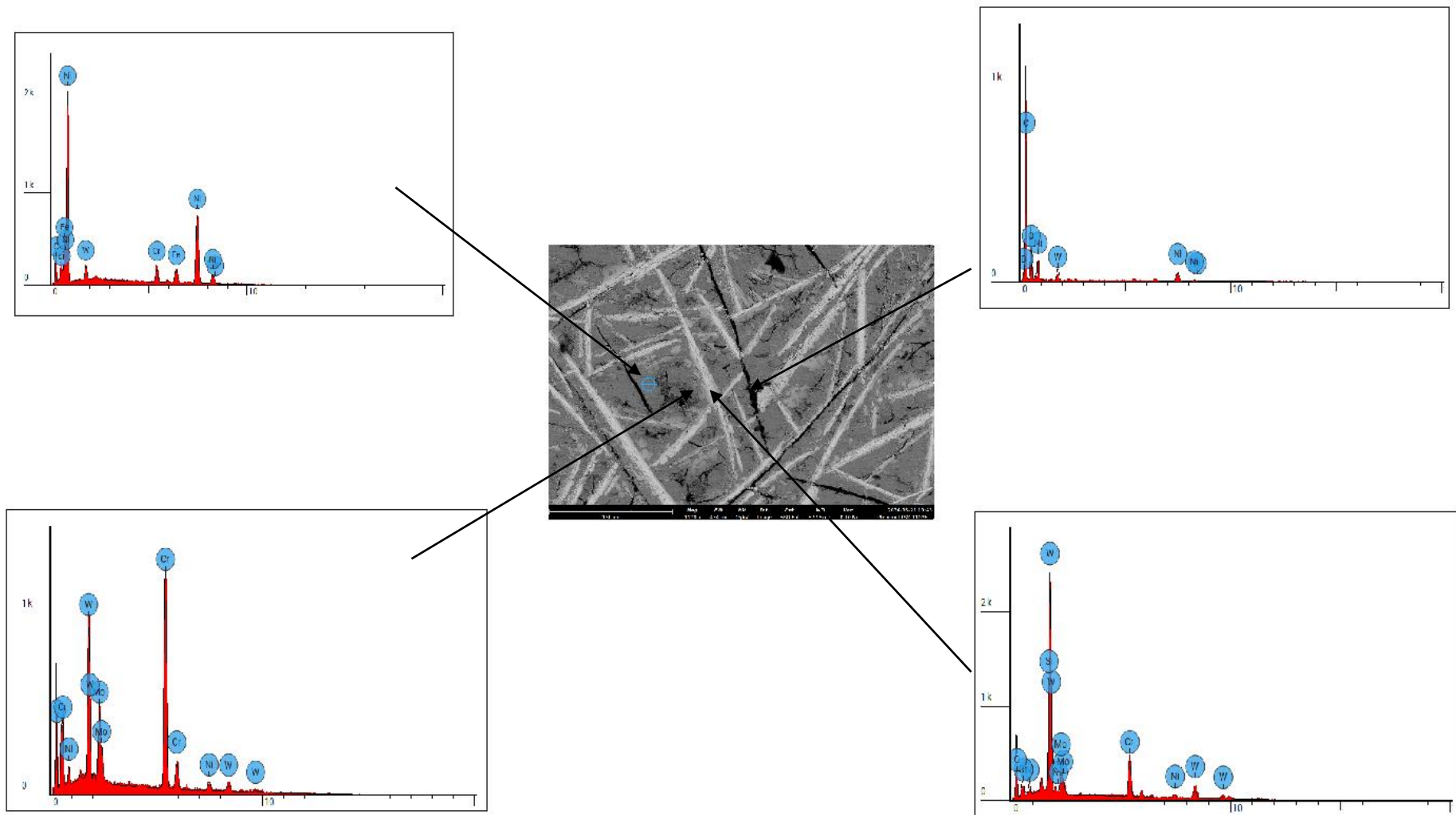


Figure 3.16 : Analyse EDX de la poudre composite

Les résultats du tableau 3.2 sont tracés sous forme de courbes à la figure 3.17. L'érosion est maximale pour les alliages, Inconel 625 et poudre composite. L'usure érosive augmente progressivement pour les deux alliages de 45° à 90°. Ce sont des matériaux durs qui contiennent beaucoup de carbures. Il est donc normal que l'usure soit maximale à l'angle d'attaque de 90°. Cependant, il est remarquable de noter que la poudre composite possède une résistance à l'usure bien meilleure que celui de l'Inconel 625.

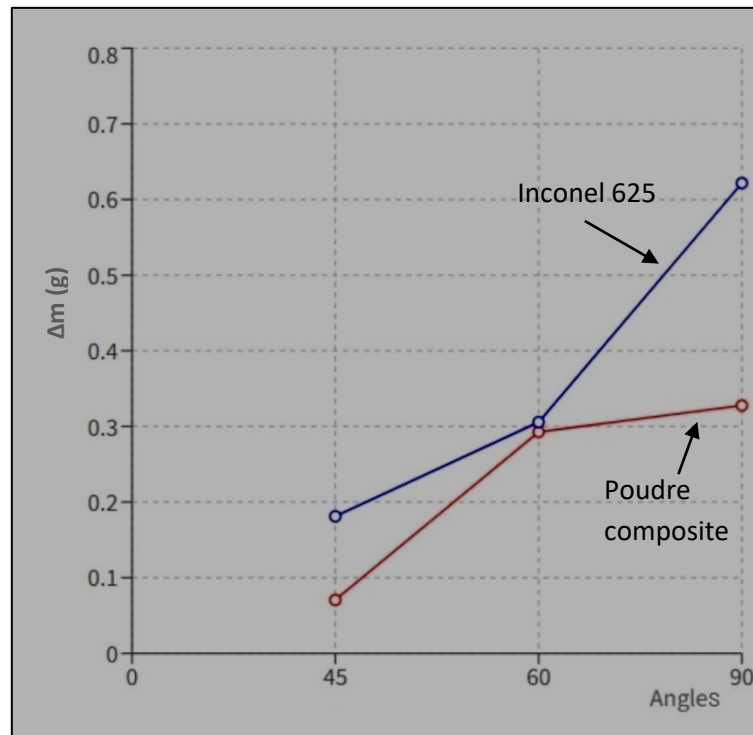


Figure 3.17 : Représentation graphique de l'essai d'érosion

3.8 Essai d'usure pion sur disque

L'essai d'usure pion sur disque a été effectué sur les alliages Inconel 625 seulement. Pour des problèmes de coulée rencontrés avec les moules de plâtre, nous n'avons pas pu préparer des éprouvettes de forme carrée pour les essais de pion sur disque de la poudre composite.

L'essai a été effectué en fixant la durée à 1 minute pour chaque test, et en variant la charge appliquée sur le pion de 0,5 kg, 1 kg et 1,5 kg. Les échantillons ont été pesés avant et après chaque essai pour déterminer la différence de poids "Δm" due à l'usure.

Le tableau 3.3 regroupe les résultats obtenus pour l'Inconel 625.

Tableau 3.3 : Essais pion sur disque de l’Inconel 625.

Charge appliquer (Kg)	0.5	1	1.5
Poids Avant L’essai (g)	64.897	64.865	64.820
Poids Après L’essai (g)	64.832	64.757	64.708
Δm (g)	0.065	0.108	0.112

Les résultats sont aussi regroupés dans la courbe de la figure 3.18.

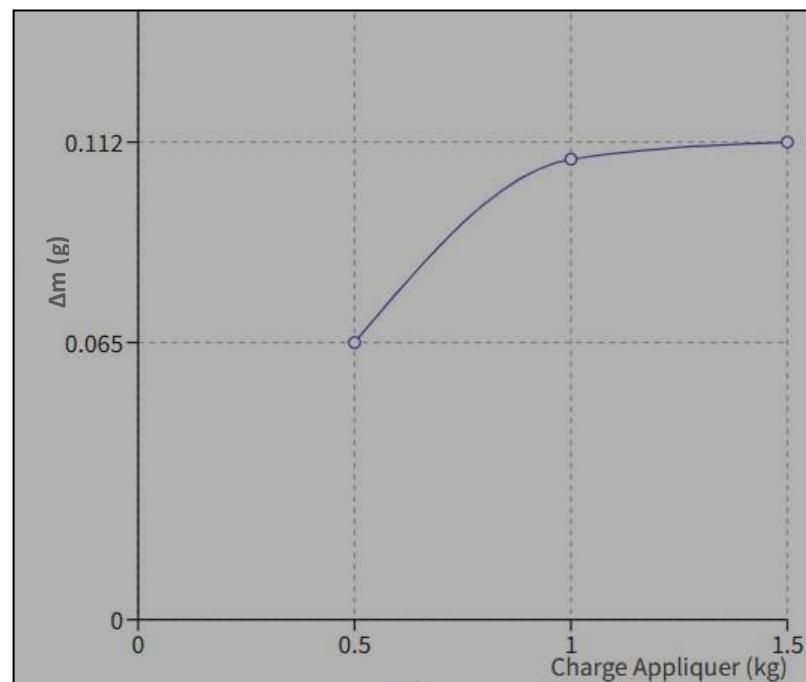


Figure 3.18 : Représentation graphique de l’essai d’usure pion sur disque.

On peut seulement dire que l’usure augmente avec la charge appliquée pour les conditions d’essai que nous avons fixé.

CONCLUSION

L'objectif de ce travail était de prospecter la fusion d'alliage avec le chauffage par induction. Il fallait vérifier la faisabilité de la fusion des alliages, apprécier les difficultés que l'on rencontre et de noter les paramètres qui pourraient influencer la qualité du moule obtenu.

Le chauffage par induction permet la fusion des alliages sans nécessiter une compétence requise de l'opérateur pour la fabrication d'alliages.

Le chauffage par induction est facile à mettre en œuvre. Ses paramètres opératoires sont simples et permettent un chauffage uniforme sur tout le creuset.

La rampe de température est rapide et dépend de la puissance de chauffe choisie. Cependant, elle nécessite une meilleure compréhension sur la structure finale obtenue de l'alliage préparé.

Les moules de plâtre sont simples à préparer et sont peu coûteux. Cependant, la rétention d'eau dans les moules est importante même après plusieurs jours d'étuvage. Ils provoquent des dégagements de vapeur d'eau qui se transforme en gaz et créent des cloques dans le métal fondu. Il est nécessaire à l'avenir, d'essayer d'autres types de matériaux pour les moules.

Le mélange de l'alliage fondu est très important. Il faut le faire chaque fois que cela est possible pour obtenir un mélange uniforme sans craquelures lorsque sa coulée dans les moules.

Nous recommandons qu'une étude d'une chambre à atmosphère contrôlée soit réalisée pour les projets futurs. Cela permettra de contrôler l'oxydation du bain de fusion.

Références Bibliographiques

- [1] COUVEINHES P. Annales des Mines. Pierre Antoine Jean Sylvestre CHEVENARD (1888-1960).
- [2] SIMS C.T. A history of superalloy metallurgy for superalloys metallurgists. Superalloys, 1984, Seven Springs, p. 400-419.
- [3] SIMS C.T., STOLOFF N. S., HAGEL W.C., Superalloys II; High temperature materials for aerospace and industrial power. New York, Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons, 1987, p. 615.
- [4] EISELSTEIN, H. L. Age-hardenable nickel alloy. Brevet US3046108. 1958.
- [5] GENERAL ELECTRIC. Improvements in Cast Alloy Ingot. Brevet GB1174342. 1969.
- [6] LHERBIER L.W., KENT W. B. PM Superalloys: Technical and Economic Considerations. The International Journal of Powder Metallurgy, 1990, vol 26(2), p. 131-137.
- [7] HONNORAT Y. Sur les différents processus de fabrication des disques de turbine à partir de poudres préallliées. Matériaux et Techniques, 1977, novembre-décembre, p. 713-722.
- [8] RAISSON G. Propriétés et applications des superalliages, métallurgie des poudres, élaboration et procédés, cours du 15 novembre 2000, CACEMI.
- [9] FURRER D. Ni-Based Superalloys for turbine discs. Journal of Metals, 1999, vol. 51(1), p.14- 17.
- [10] BLANDIN J.J., SUERY M. Mise en forme des matériaux et fonderie : la superplasticité. In : Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1996, vol. MC2, n. M613, p. 1-18.
- [11] H. L. Eiselstein, "Metallurgy of a Columbium-Hardened Nickel-Chromium-Iron Alloy", Publication 369, ASTM, 1965.
- [12] Li D, Guo Q, Guo S, Peng H and Wu Z 2011 The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy Materials & Design 32 696–705
- [13] H. L. Eiselstein and D. J. Tillack, 'The invention and definition of alloy 625', The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, pp 1-14.
- [14] J. Kolts, J.B.C. Wu, P.E. Manning, and A.I. Asphahani, "Highly Alloyed Austenitic Material for Corrosion Resistance", Corrosion Reviews, 6(4)(1986) 279-3
- [15] <https://www.epowermetals.com/fr/nickel-based-superalloys-a-guide-to-the-selection-and-application-of-nickel-based-alloys.html>

- [16] Vani Shankar, K. Bhanu Sankara Rao , S.L. Mannan, 'Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy', Journal of Nuclear Materials 288 -2001) 222-232.
- [17] G. Ravi , N. Murugan & R. Arulmani, 'Microstructure and mechanical properties of Inconel-625 slab component fabricated by wire arc additive manufacturing', MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY, Institute of Materials, Minerals and Mining, 2020, pp 1-12.
- [18] Zbigniew PAKIEŁA, 'Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy', Obróbka Plastyczna Metali t. XXI nr 3 (2010), pp 143- 155.
- [19] Stephen Floreen, Gerhard E. Fuchs, and Walter J. Yang, 'The Metallurgy of Alloy 625', The Minerals, Metals&Materials Society, 1994, pp 13- 48.
- [20] G.F. Vander Voort, 'Metallography of Superalloys', Materials Characterization, Industrial Heating, octobre 2003, 40-44.