



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA  
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSIT



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Science de l'ingénieur  
Département : Métallurgie  
Domaine : Science et technologies  
Filière : Métallurgie  
Spécialité : Génie des surfaces Métallique

## Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème:

**Les superalliages**

Présenté par : SOULEH houssam

Encadrant : pr. BOUDEBANE .Said

Université Badji Mokhtar annaba

### Jury de Soutenance :

BOUDEBANE .S	Pr	Université Badji Mokhtar annaba	Président
BOUDEBANE S	Pr	Université Badji Mokhtar annaba	Encadrant
BENDRIS .H	doctorant	Université Badji Mokhtar annaba	Co-encadrant
TOUHAMI .M.Z	Pr	Université Badji Mokhtar annaba	Examineur
MECHACHTI .S	Pr	Université Badji Mokhtar annaba	Deuxième examinateur / Membre invité

Année Universitaire : 2019/2020

# SOMMAIRE

Remerciements.....	<i>i</i>
Dédicaces.....	<i>ii</i>
Sommaire.....	<i>iii</i>
Introduction:.....	1
Chapitre I : Généralités sur les superalliages.....	2
I.1 Historique du superalliage:.....	2
I.1.1 Superalliages dans les moteurs d'avions:.....	3
I.1.2 Superalliages dans les turboréacteurs: .....	3
I.2 Groupes d'alliages : .....	4
I.2.1 Les alliages à base de nickel : .....	4
I.2.1.1 Les différents types des superalliages à base de nickel.....	4
I.2.2 Les alliages à base de fer : .....	5
I.2.3 Les alliages à base de cobalt : .....	5
I.3 Caractéristiques général des superalliages: .....	6
I.3.1 Caractéristiques mécaniques:.....	7
I.3.2 Protection contre la corrosion : .....	7
I.4 Les superalliages de nickel : .....	8
I.4.1 Carbure : .....	9
I.4.2 Borures : .....	10
I.4.3 Phases fragiles topologiquement compactes, ou TCP (Topologicalty-Close Packed) ...	10
Chapitre II :Techniques d'élaboration des superalliages.....	12
II.1 Elaboration .....	13
II .1.1 Melange des elements chimiques : techniques de fusion VIM et VAR .....	13
II .1.2 Metallurgie des poudres .....	14
II .1.2.1 Production de la poudre .....	15
II .1.2.2 Consolidation.....	16
II .1.2.3 Mise en forme .....	17
Chapitre III : traitements thermiques des superalliages.....	19
III.1 Introduction .....	20
III.2 Définitions et procédés des traitements thermiques .....	20
III.3 Le but des traitements thermiques .....	21

III.4 Les différents types de traitement thermique .....	23
III.5 Les traitement thermique des superalliages .....	25
III.5.1 Mise en solution .....	25
III.5.2 Traitements de précipitation (revenus) .....	26
III .6 Les traitements spécifiques au l'Udimet 720.....	27
1.6.1 Traitement thermique HS.....	27
1.6.2 Traitement thermique CR .....	30
1.6.3 Adaptations possibles des traitements HS et CR.....	31
III.6.4 Les traitements thermiques pour l'obtention de structure cuboïde .....	32
Chapitre VI- Traitements de surface des superalliages.....	33
VI .1Les sous-couches d'adhérence.....	34
VI.1.1 Revêtements de diffusion.....	34
VI.1.2 Les « overlays ».....	37
VI.2 Revêtement barrière thermique.....	37
VI.2.1 Revêtements conventionnels.....	38
VI.2.2 Nouveaux revêtements et matériaux.....	40
Conclusion.....	42

## Liste des figures

Figure I.1.Coupe du moteur Pratt & Whitney PW400 [1].....	4
Figure I.2.Sollicitations thermiques et mécaniques dans un disque de turbine [2].....	6
Figure I.3.: Représentation schématique des principales phases dans les superalliages à basNi [14].....	8
Figure 1.4: les vues en 2D et 3D de la structure cristalline. [2].....	9
Figure I.5 Représentation schématique de formation dans les superalliages base cobalt [1]..	10
Tableau 1 : Rôle des principaux éléments d'addition dans les superalliages à base Ni [14]..	11
Figure II.1: Représentation schématique du procédé VIM [21].....	14
Figure II.2: Représentation schématique du procédé VAR. [21].....	14
Figure .II.3: Principales techniques de pulvérisation [17] .....	15
Figure .II.4 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle. [18].....	15
Figure.II.5 : Conditionnement densification des poudres et mise en forme [20].....	17
Figure III.1: Principe générale de traitement thermique [78].....	20

Figure III.2: Traitements thermiques[78].....	21
Figure III.3: Les différents cycles thermiques du recuit[78].....	23
Figure.III.4: Étapes du traitement thermique High Strength (HS), d'après [82].....	29
Figure.III.5: Schéma de la microstructure de l'Udimet 720 forgé HS [83].....	30
Figure. III.6 Étapes du traitement thermique Creep Resistant (CR) d'après [Scerzernie1988].....	31
Figure VI.1: diagramme de phase Ni-Al (phase des revêtements de diffusion recherchée en vert) [27].....	35
Figure VI.2: revêtements de diffusion NiAl : (a) haute activité (b) basse activité [26].....	36
Figure VI.3: évolution des températures maximales admissibles pour les matériaux constitutifs des aubes de turbine [58].....	38
Figure VI.4 : morphologie des barrières thermiques conventionnellement utilisées dans l'industrie : projetées par EB-PVD ; (b) déposées par projection plasma atmosphérique [61].....	39
Figure VI.5: étapes du procédé de dépôt par barbotine PARTICOAT [74].....	40
Figure VI.6: différence de température enregistrée entre les surfaces avant et arrière d'un superalliage CM247 exposée à une flamme à 1000°C, échantillon non revêtu (en vert), revêtu d'une barrière thermique élaborée par projection plasma atmosphérique (en rouge), et revêtu d'une barrière thermique PARTICOAT d'épaisseur équivalente (en noir) [75].....	41

## ***Remerciement***

*Je voudrais 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.*

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

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

*Sans oublier tous les enseignants ayant contribué à notre formation de l'école primaire jusqu'à la dernière année d'études.*

*Enfin, je voudrais adresser mes vifs remerciements à tous ceux et celles, de près ou de loin, qui m'ont aidé à élaborer ce mémoire.*

## ***Dédicaces***

*Je tiens à dédier ce modeste mémoire*

*A ma chère mère, et mon cher père*

*à mes Sœurs et mes frères et leurs petites familles*

*Sans oublier tous les amis*

*et tout qui ont influencé sur ma personnalité*

## **Introduction**

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 et une excellente résistance mécanique et une bonne résistance au fluage à haute température,

Ce mémoire a pour objectifs de présenter les superalliages sous divers angles, en mettant en exergue entre autres, les spécificités de leur composition, de leurs techniques d'élaboration, des transformations de phases qui s'y déroulent lors des traitements thermiques et les propriétés qui en découlent.

Toutes ces informations sont résumées dans deux chapitres en plus d'une conclusion finale et d'une liste de références bibliographiques.

**Chapitre I**  
**Généralités**  
**sur Les superalliages**

# **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 :

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 dépôt d'un brevet par la SA Commentry (P Chévenard) en UK en 1929 (UK 371 344) sur NiCrAl [1].

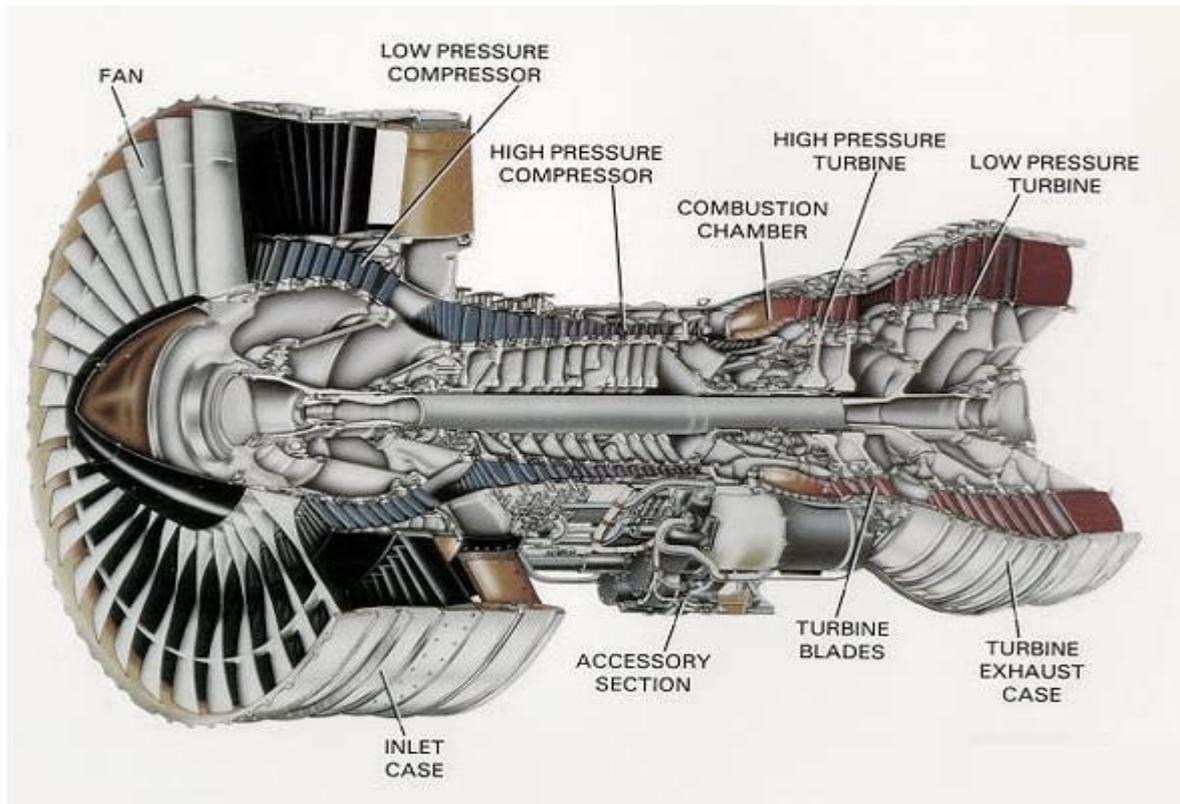
### **I.1.1.Superalliages dans les moteurs d'avions**

Le premier superalliage introduit dans les moteurs d'avions est le « Ti-Ni dur », dérivé de l'alliage P193 développé par la société allemande Krupp et utilisé pour la fabrication d'aubes de turbine forgées du JUMO004 de la société Junker (1936) qui équipera le Messerschmidt ME262 vers la fin de la 2è guerre mondiale. Composition : Fe – 30Ni – 15Cr- 2Ti – 0,8Si – 0,7Mn – 0,15C Al est remplacé par le Ti pour le durcissement  $\eta$  ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ). Cette composition sera optimisée par l'International Nickel Company aux USA pour développer l'A286, base d'une famille de superalliages FeNi [1].

### **I.1.2.Superalliages dans les turboréacteurs:**

Parallèlement en UK, l'optimisation du Nimonic 80 par la société anglaise Wiggin permet de l'introduire dans le moteur Goblin De Havilland (1942) et d'augmenter sensiblement la température de la turbine: c'est le 1er véritable superalliage introduit dans les

turboréacteurs juste après-guerre. Sa Composition est : Ni - 20Cr - 2Ti - 1Al - jusqu'à 3Fe, 1Si et 1Mn. Rupture en traction 1000MPa à 500°C [1].



**Figure I.1.**Coupe du moteur Pratt & Whitney PW400 [1].

## **I.2. Groupes d'alliages**

Les superalliages réfractaires se répartissent en 3 groupes :

- Les superalliages à base de Co ;
- Les superalliages à base de Ni ;
- les superalliages à base de Fe -Ni.

### **I.2.1. 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.2.1.1 Les différents types des superalliages à base de nickel**

- 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.

□ **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.

□ **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 révèlent 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].

### **I.2.2. 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 l'Incoloy 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.

Types répandus :

- Inconel 909 ;
- A286 ;
- Greek Ascoloy ;

### **I.2.3. 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.3. Caractéristiques général 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  $600^{\circ}\text{C}$  à  $700^{\circ}\text{C}$ , l'addition de 20 % en poids de chrome conduit à un alliage dont la résistance à l'oxydation est bonne jusqu'à  $1\ 000^{\circ}\text{C}$ , voire au-delà. Ensuite, un ajout d'aluminium permet de renforcer les propriétés mécaniques à chaud, jusqu'à près de  $1\ 000^{\circ}\text{C}$ , grâce à la précipitation dans la solution solide ternaire nickel-chrome-aluminium d'un composé de type  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . 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 [2].

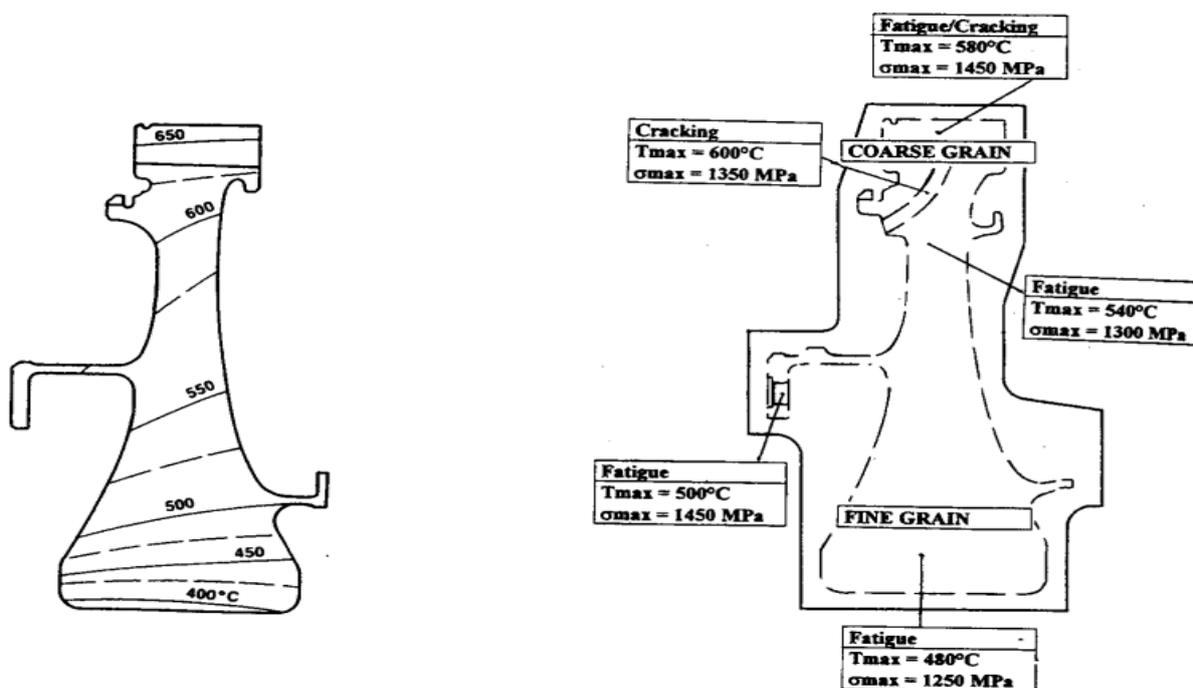


Figure I.2. Sollicitations thermiques et mécaniques dans un disque de turbine [2].

### **I.3.1. 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 bonne tenue au fluage pour limiter les déformations viscoplastiques sous l'effet d'une contrainte moyenne élevée ; ces propriétés sont relativement faciles à quantifier [2].

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 [2]

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 [2].

### **I.3.2. 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 ;

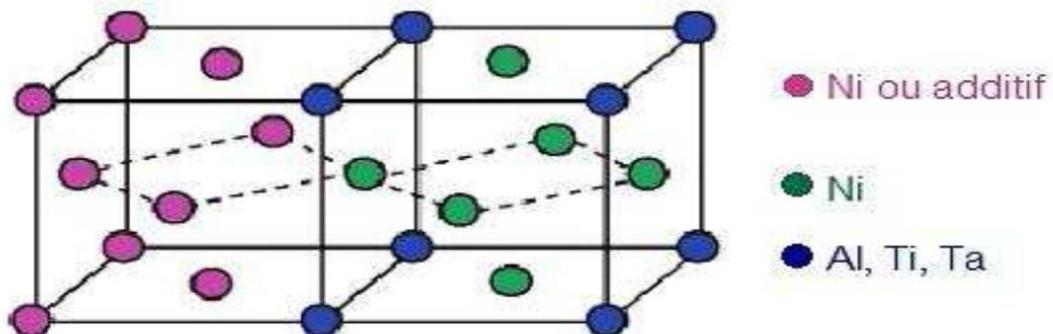
□ entre 550 et 750 °C, la corrosion type II, où les dépôts de sels peuvent former avec le nickel ou le cobalt de l'alliage des composés eutectiques à bas point de fusion empêchant la création d'une couche d'oxydes protectrice Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et conduisant à une 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 zircone) ou d'alliages spéciaux réalisés par projection plasma basse pression, les plus usités étant actuellement MCrAlY (M étant Ni ou Co, l'addition d'yttrium augmentant l'adhérence de la couche d'oxydes) [2].

#### I.4 Les superalliages 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) [7]. 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 [15].

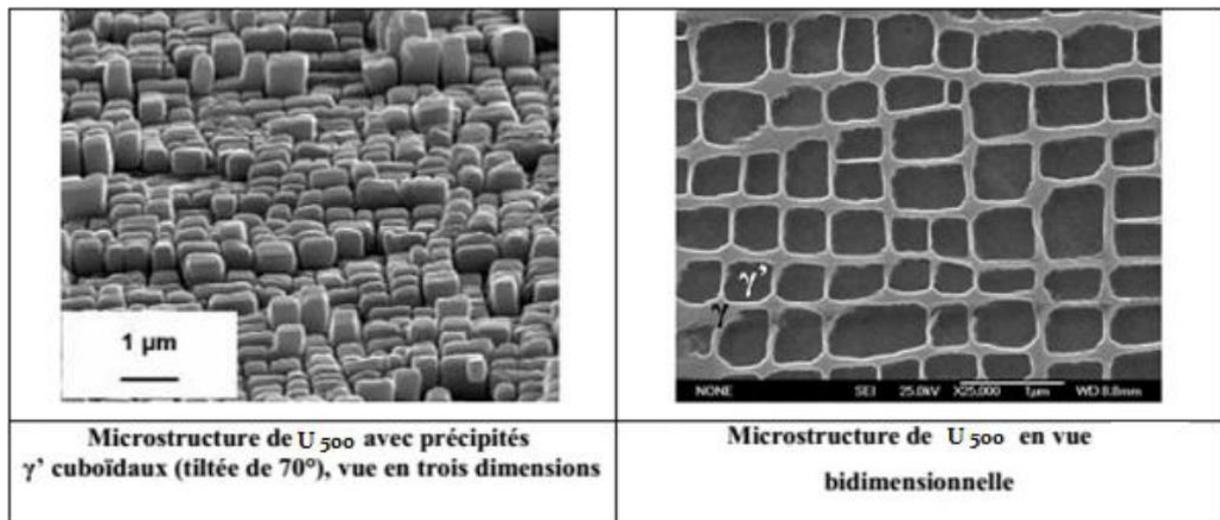
Suivant le type de superalliage, cette matrice est généralement renforcée par la précipitation d'une seconde phase dite  $\gamma'$ , qui est une phase stable de formule chimique  $Ni_3$  (Al, Ti, Ta) [5], [6], [7], [8], [9]. Cette phase est un composé intermétallique dérivé de la structure cubique à 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  $L1_2$  (« notation Strukturbericht ») [10]. 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) [15].



$\gamma$ : Phase désordonnée     $\gamma'$ : Phase ordonnée

**Figure I.3.:** Représentation schématique des principales phases dans les superalliages à base Ni [11]

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  $Ni_3Nb$ , 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].

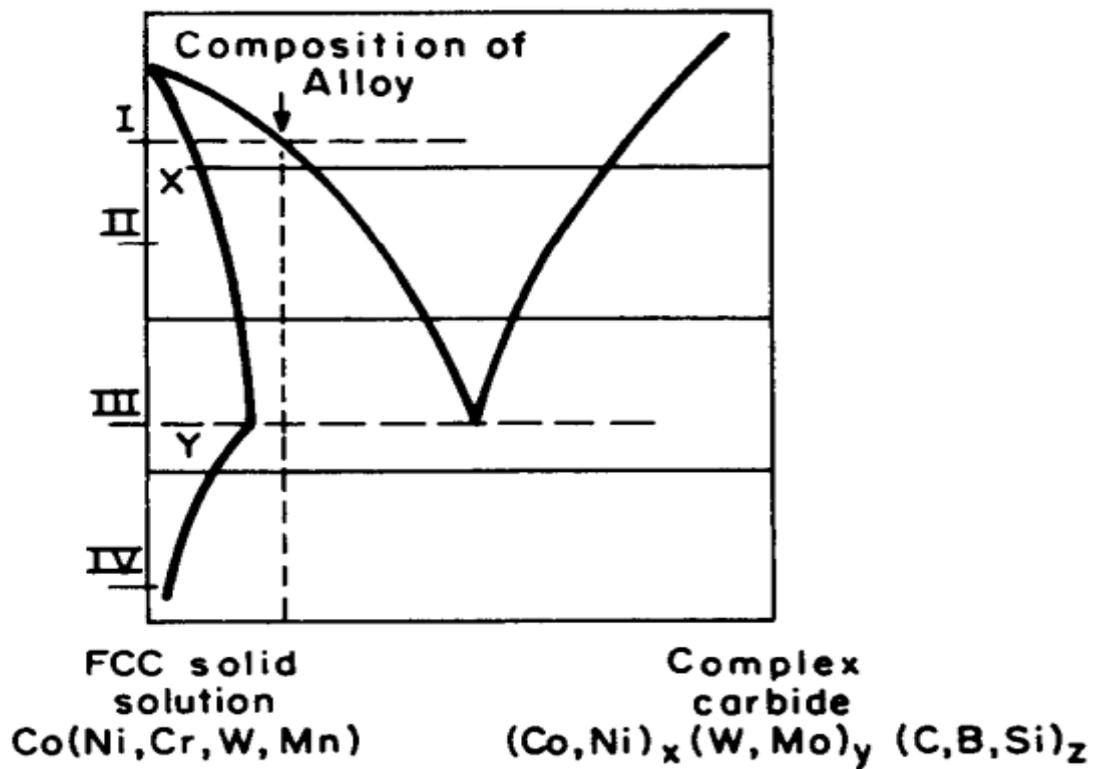


**Figure 1.4:** les vues en 2D et 3D de la structure cristalline. [2]

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 [4]. Parmi les carbures, deux catégories se distinguent : les carbures primaires de formule  $MX$  (où  $M = Ti, Nb, Mo, \dots$  et  $X = C, N$ ) et les carbures dits secondaires de formule  $M_2C, M_3C_3$  et  $M_{23}C_6$  ... 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 [13]. 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 1) [15].

#### **I.4.1 Carbure :**

En quantité limitée (0,05 à 0,15 % C), ils ont un effet bénéfique sur La résistance à la rupture à haute température, mais leur influence est moindre que celle de la phase  $\gamma'$  [1].



**Figure I.5** Représentation schématique de formation des carbures dans les superalliages base cobalt [1].

#### **I.4.2 Borures :**

Le bore, à des teneurs de 50 à 500 ppm (1 partie pour million ( $10^{-6}$ )), est un élément essentiel des superalliages. Il améliore la résistance au fluage et la ductilité des alliages, mais le mécanisme de l'action des borures n'est pas encore totalement compris [2].

#### **I.4.3 Phases fragiles topologiquement compactes, ou TCP (Topology-Close-Packed):**

Il s'agit de phases indésirables (Cr,  $\gamma$ ,  $\chi$ ), 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 1 : Rôle des principaux éléments d'addition dans les superalliages à base Ni [14]  
 (\*) La formation de carbures au sein de ces matériaux est complexe tant en nature, forme taille et localisation (inter-intragranulaire).

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  $\theta$  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 affaiblissement de la résistance mécanique de l'alliage et de sa ductilité. De plus, leur formation appauvrit la matrice en éléments durcissants et par conséquent, ces deux effets conjugués conduisent à une baisse de la durée de vie en fluage et en fatigue [10].

# **Chapitre II**

## **Techniques d'élaboration des superalliages**

## **II .1 Elaboration des superalliages**

Un des principaux usages des superalliages polycristallins concerne les disques de turbines. Leur élaboration se fait essentiellement par l'une ou l'autre des voies suivantes : par coulée d'un lingot suivie d'un forgeage ou par métallurgie des poudres. Le premier procédé est largement employé. Le second, plus coûteux, est surtout utilisé pour élaborer des composants à vocation militaire.[3]

### **II .1.1 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 .II.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 II.2*) [16], 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 (electroslag remelting = refusion sous laitier électroconducteur) [77].

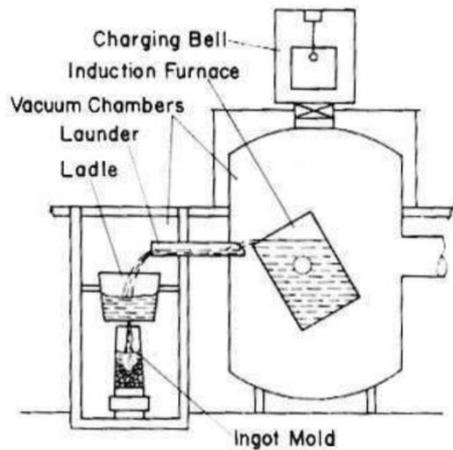


Figure II.1: Représentation schématique du procédé VIM [21]

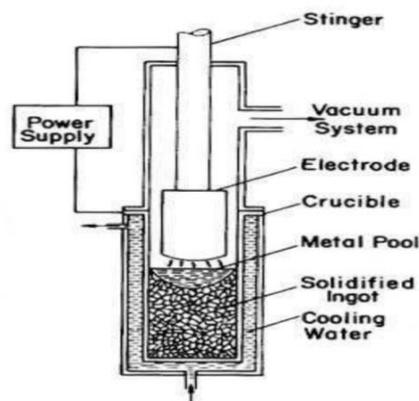


Figure II.2: Représentation du procédé VAR. [21]

## II .1.2 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  $\gamma'$ . 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 préallières, 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 [17].

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 plus élevé.

Le procédé MdP consiste en trois grandes étapes : la production des poudres et leur tamisage, la consolidation et la mise en forme [77].

### II .1.2.1 Production de la poudre

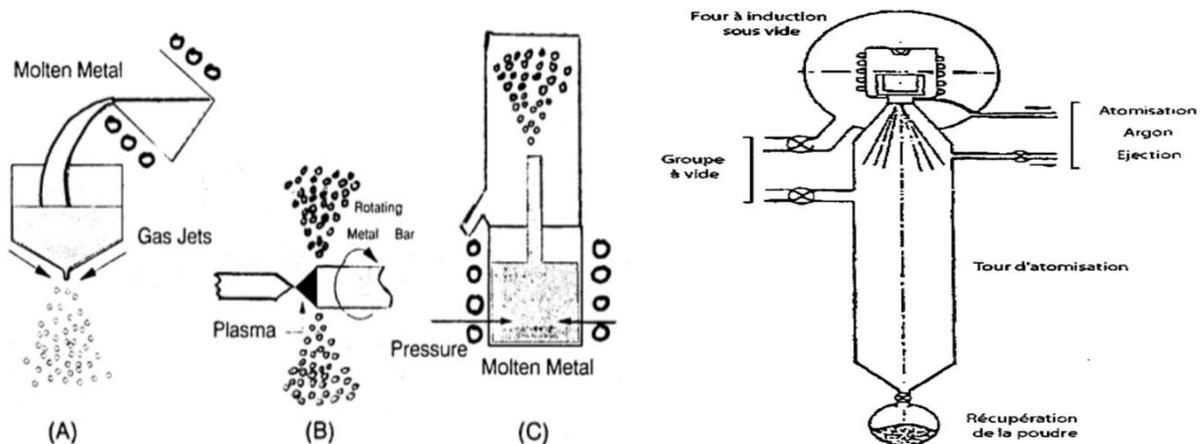


Figure .II.3: Principales techniques de pulvérisation[17] Figure .II.4 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle. [ 18]

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

Les trois principales techniques d'élaboration des poudres sont présentées dans la *figure. II.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 creuse. Les gouttelettes formées sont refroidies très rapidement, elles se solidifient et sont récupérées en bas de la tour d'atomisation (*figure.II.4*). Les poudres obtenues peuvent être grossièrement assimilées à des sphères de granulométrie comprise entre 30 et 150  $\mu\text{m}$  [18].

La qualité de la production des poudres s'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 propreté 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[77].

### **II .1.2.2 Consolidation**

L'étape suivante consiste en la densification 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 pas pénétrer profondément entre les grains Les containers, pour la plupart en acier, sont remplis de poudre. Durant le chargement, 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 consolidations 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.II.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 [17].

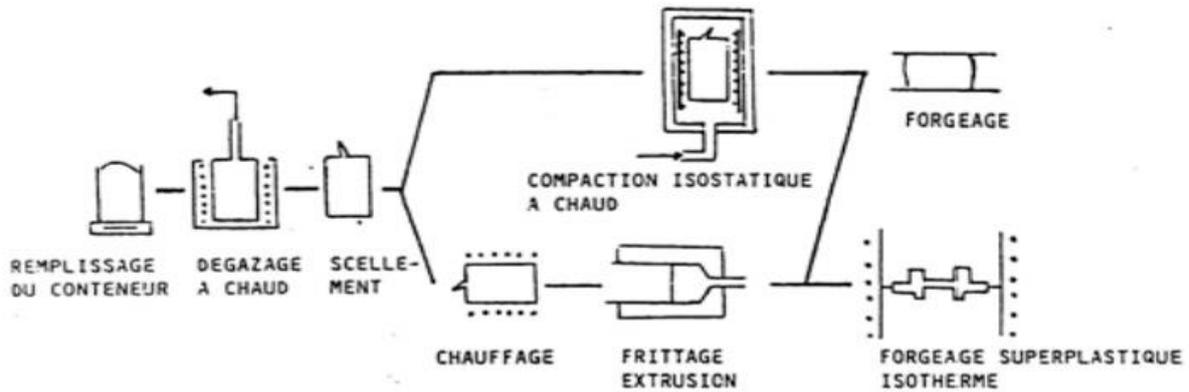


Figure.II.5 : Conditionnement densification des poudres et mise en forme [20]

### II .1.2.3 Mise en forme

Il est possible de procéder à l'usinage de forme directement après la compaction isostatique à chaud. Honorat [1977] présente 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 pas 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 [19]

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 [76].

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[77].

**Chapitre III**  
**Traitements**  
**thermomécaniques**  
**et traitements thermiques**  
**des superalliages**

### III.1 Introduction

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

a. D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique  $R_m$ ,  $R_e$ ,  $A\%$  en donnant une meilleure tenue de l'élément.

- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

b. De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.

c. De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage).

En dehors du recuit de recristallisation qui permet de supprimer l'écrouissage, les traitements thermiques ne s'appliquent pas aux métaux purs, mais seulement à quelques alliages pour lesquels on recherche principalement une augmentation de la limite élastique et une diminution de la fragilité. Les traitements thermiques sont appliqués surtout aux aciers XC et aciers alliés ZR alliages non ferreux. En général les traitements thermiques ne changent pas la composition chimique de l'alliage.

### III.2 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. III.1) [24].

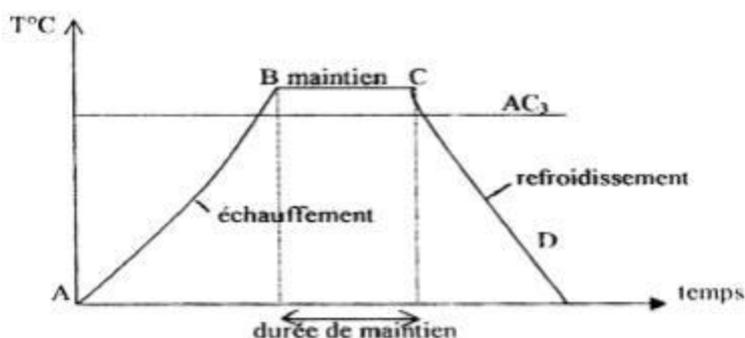
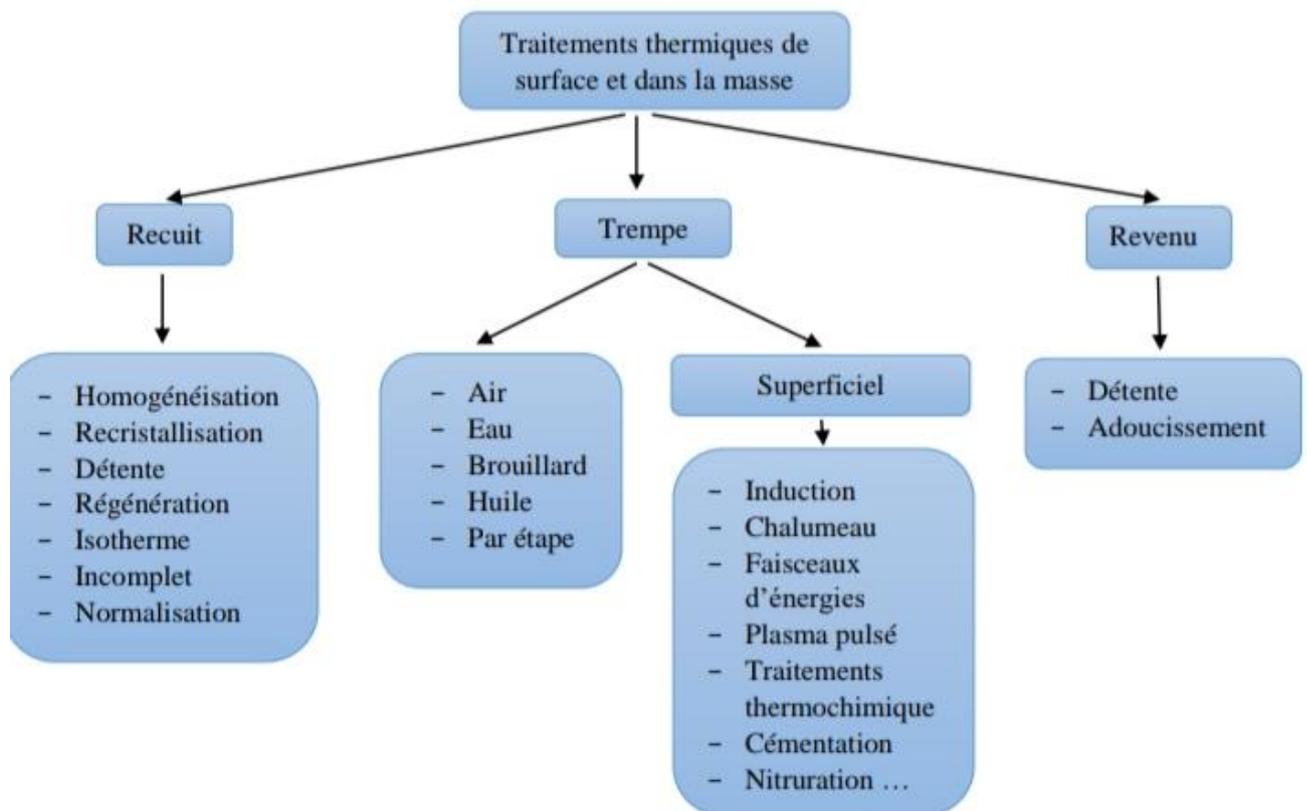


Figure III.1: Principe général d'un traitement thermique [78]

- AB : chauffage à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple : AC3 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).

### III.3 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. III.2). 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 [78].



**Figure III.2:** Différents types de Traitements thermiques [78]

### **III.4 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 [78].

#### **III.4.1 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.

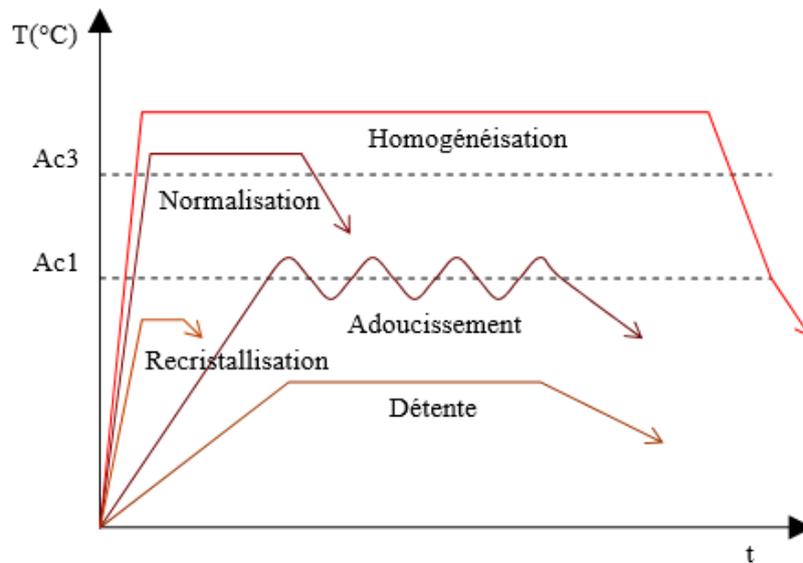
Le recuit a pour but de :

- Diminuer la dureté d'un acier trempé.
- 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.
- Homogénéiser les textures hétérogènes.
- 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 : la figure III.3 les illustre. Les deux températures suivantes varient en fonction du type de métal utilisé,  $A_{c3}$  est température au-delà de laquelle il y a homogénéisation, normalisation. En deçà et aux alentours de la température  $A_{c1}$  il y a l'adoucissement, la recristallisation, la détente [78].



**Figure III.3:** Les différents cycles thermiques du recuit [78]

### III.4.2 Trempe

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 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) :



#### III.4.2.1 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[78].

#### III.4.2.2 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) [78].

### III.4.3 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) [78].

L'importance de suppression des contraintes et 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) [78]

### III.5 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 à la corrosion sèche.

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 établie, 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.

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**[78].

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 [79].

Les traitements thermiques seront organisés pour favoriser l'état métastable de structure biphasée [78].

### **III.5.1 Mise en solution**

L'objectif de ces traitements thermiques est de mettre en solution la phase durcissant  $\gamma'$  (ou  $\gamma''$ ) précipitée parfois de façon incontrôlable en fin de forgeage, afin d'obtenir, lors du revenu, une précipitation répondant aux critères morphologiques et de distribution les plus efficaces, en regard des objectifs souhaités en terme de propriétés d'usage. Ils exercent principalement leur influence sur la taille des grains et la répartition de la phase durcissant[78].

#### **o Mises en solution subsolvus et supersolvus, phase $\gamma'$**

La mise en solution de la phase  $\gamma'$  peut s'effectuer de façon plus ou moins complète en jouant sur la température et la durée du traitement.

Les temps métallurgiques (temps de maintien de la partie de pièce, généralement la plus à cœur, se stabilisant thermiquement en dernier) de mise en solution varient de 30 min à quelques heures pour les alliages les plus chargés en éléments durcissant.

Deux familles de traitement de mise en solution sont couramment utilisées:

- mise en solution subsolvus (partielle) à des températures généralement situées entre 50°C sous le solvus et le solvus  $\gamma'$  primaire ;

- mise en solution supersolvus (complète) à des températures généralement situées entre le solvus  $\gamma'$  primaire et la brûlure de l'alliage [80].

#### **o Mise en solution étagée**

Dans le cas des superalliages mis en œuvre en fonderie de précision, il peut être utile de se rapprocher le plus possible du seuil de brûlure local. Cette opération présente l'intérêt d'homogénéiser la microstructure en réduisant la proportion d'eutectique  $\gamma/\gamma'$ , ce qui s'accompagne d'une amélioration des propriétés moyennes de l'alliage mais surtout d'un gain important sur leur dispersion, et donc de la valeur d'usage globale des pièces produites.

L'approche du seuil de brûlure (début de fusion de l'eutectique) se fait dans ce cas par une montée en température par paliers successifs avec rampe de montée contrôlée. Les paliers préliminaires jouent le rôle de mise en solution partielle et de diffusion (homogénéisation). Ces traitements sont cependant coûteux et ils nécessitent des fours spéciaux.

#### o **Vitesse de refroidissement après mise en solution**

Le but de la trempe des superalliages est de maintenir à température ambiante la solution solide sursaturée obtenue au cours de la mise en solution. La vitesse de refroidissement lors de la trempe est un facteur majeur de la répartition des précipités. Dans les alliages fortement chargés durcis par  $\gamma'$ , la trempe rapide permet de limiter l'apparition de précipités  $\gamma'$  au refroidissement alors que des traitements à faible vitesse permettront cette apparition, particulièrement aux joints de grains[78].

### **III.5.2 Traitements de précipitation (revenus)**

Les traitements de revenu ont pour but de précipiter le maximum de fraction volumique de phases durcissantes, ainsi que les carbures et borures, et d'optimiser leur morphologie.

#### **□□ Précipitation $\gamma'$**

Elle est gouvernée, en partie, par l'histoire thermomécanique du matériau et, dans le cas des superalliages évolués, par la vitesse de trempe. Elle s'effectue principalement en deux phases :

- précipitation proprement dite ;
- précipitation secondaire ou coalescence.

L'organisation des traitements de revenu peut se faire en ordre de température décroissante ou croissante.

Dans le premier cas, on effectue un premier revenu dans un domaine de l'ordre de 800 à 1050°C, engageant la précipitation d'un grand nombre de particules  $\gamma'$  stables, puis un second à une température plus basse, complétant cette précipitation pour accroître la fraction volumique de  $\gamma'$  [79].

Dans le second cas, le premier revenu s'effectue à plus basse température, au voisinage de 650°C, le second à température supérieure ayant pour but de coalescer les précipités et d'ajuster leur taille. Les écarts microstructuraux entre ces deux versions sont faibles et demandent une observation fine sur lames minces. Lorsque la précipitation est principalement gouvernée par la vitesse de trempe, les variations sur les propriétés mécaniques classiques apparaissent comme étant du second ordre [78].

#### □□ Précipitation des carbures/borures aux joints de grains

Elle est utile pour les fonctionnements dans les domaines de températures intermédiaires, ces précipités ancrant les joints de grains. De même que pour les précipités  $\gamma'$ , il sera nécessaire d'optimiser leur taille et leur répartition.

Dans la plupart des superalliages, un traitement de précipitation dans le domaine des 800°C est pratiqué, suivi d'un maintien à 650/700°C plutôt destiné à la coalescence des carbures de joints de grains. Ce dernier traitement, généralement plus long, stabilise la microstructure pour une limite donnée de température d'emploi.

Les carbures continus sont à proscrire pour leur rôle néfaste sur la ductilité (cas des précipitations à basse température) et sur la propagation de fissures en milieu oxydant dans les conditions où la fissuration est inter-granulaire (il y a alors combinaisons de l'aspect mécanique et de l'oxydation des carbures). Le maintien sous contrainte de traction accélère encore ce processus [79].

Dans la pratique, on s'efforcera d'organiser les traitements de précipitation des phases durcissant de façon à limiter la complexité et la durée de ces opérations. La finesse recherchée dans l'approche microstructurale ne devra pas faire oublier les aspects industriels et les coûts.

### **III.6 Les traitements spécifiques au l'Udimet 720**

Deux types de traitements thermiques standards sont généralement appliqués à l'Udimet 72 forgé [82]. Il s'agit d'un traitement appelé "**High Strength**" (HS), conduisant à

un matériau à grain fin optimisé pour la traction et la fatigue, et d'un traitement appelé "**Creep Resistant**" (**CR**) conduisant à un matériau à gros grains optimisé pour le fluage. Les traitements thermiques HS et CR diffèrent essentiellement par leurs températures de mise en solution. Ainsi, au cours du traitement thermique supersolvus **CR**, les précipités  $\gamma'$  primaires, issus de la solidification du lingot, sont dissous, permettant un grossissement de la taille de grain austénitique.

Dans le cas du traitement **HS**, la croissance des grains austénitiques est bloquée par les précipités  $\gamma'$  primaires non dissous. La température  $T_{\gamma'_{\text{solvus}}}$  de l'Udimet 720 forgé est mesurée à 1147°C par analyse thermique différentielle (ATD) [82].

L'influence des deux traitements HS et CR est détaillée dans les deux paragraphes suivants.

### **III .6.1 Traitement thermique HS**

Le traitement thermique HS est constitué d'un palier de mise en solution et de deux vieillissements [82] :

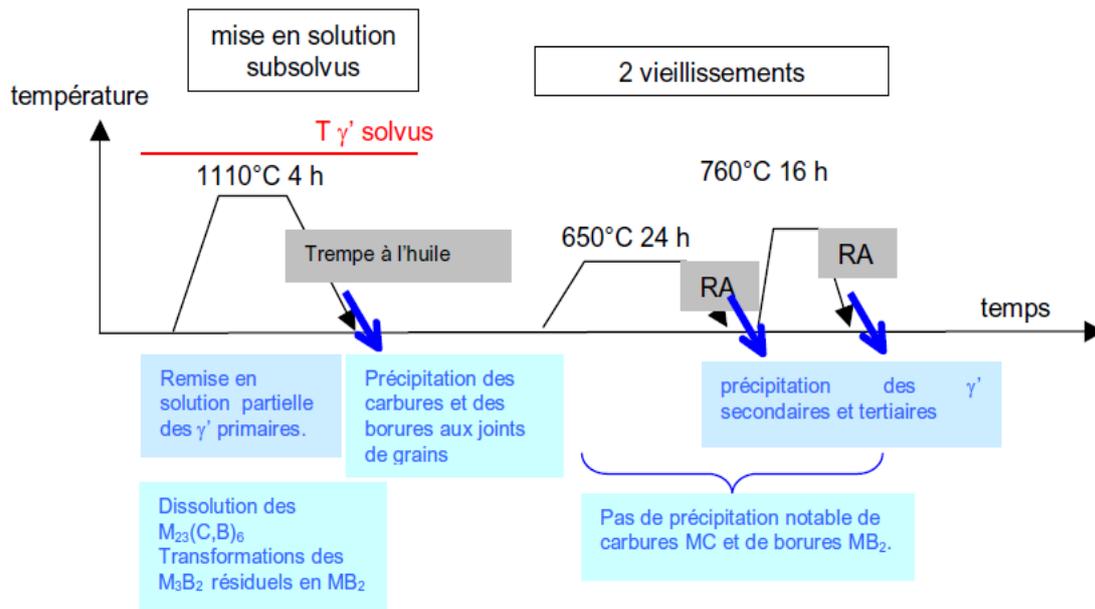
- mise en solution subsolvus ( $T < T_{\gamma'_{\text{solvus}}}$ ) à 1110°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'huile,
- vieillissement à 650°C pendant 24 h, suivi d'un refroidissement à l'air,
- vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Pendant le palier de mise en solution subsolvus, les précipités  $\gamma'$  primaires sont partiellement dissous : seuls les précipités  $\gamma'$  intragranulaires, les plus fins, sont dissous. Les gros précipités  $\gamma'$  primaires situés aux joints de grains sont peu affectés et limitent la croissance du grain (ancrage de type Zener).

La cinétique de précipitation des fins précipités  $\gamma'$  intragranulaires varie selon les auteurs : pour Sczerzenie, la trempe à l'huile restreint la précipitation de fins précipités  $\gamma'$  pendant le refroidissement. La précipitation de très fins précipités  $\gamma'$  se produit pendant le premier palier de vieillissement à 650°C. Pour Jackson en revanche, la phase  $\gamma'$  précipite pendant la trempe et grossit pendant les vieillissements [83].

Durant la trempe, des carbures et des borures précipitent aux joints de grains.

Les étapes du traitement thermique HS sont données en figure.III.4

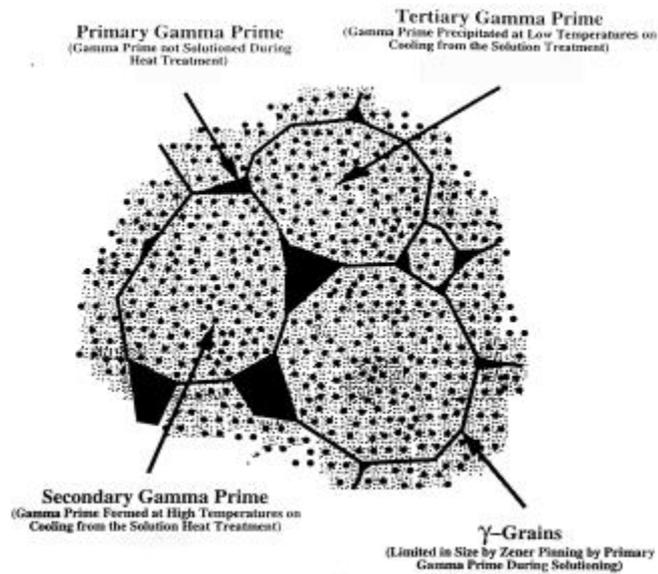


**Figure.III.4:** Étapes du traitement thermique **High Strength (HS)**, d'après [82]  
 RA : refroidissement à l'air

Un schéma de la microstructure de l'Udimet 720 forgé à l'issue du traitement thermique HS est représenté sur la figure.III.5 La taille de grain austénitique varie entre 5 µm et 20 µm. Les précipités γ' primaires, situés aux joints de grains, mesurent entre 1 µm et 10 µm de diamètre.

Jackson distingue deux populations de précipités γ' intragranulaires en fonction de leur taille. Les précipités γ' secondaires possèdent un diamètre compris entre 70 nm et 120 nm et les précipités γ' tertiaires entre 15 nm et 50 nm [Jackson 1999]. Ces mesures ont été réalisées à partir de répliques extractives observées au MET.

La taille des précipités γ' décroît à chaque nouvelle étape du traitement thermique à cause de la déplétion en aluminium et en titane qui s'opère à chaque précipitation [84].



**Figure.III.5:** Schéma de la microstructure de l'Udimet 720 forgé HS [83]

### III .6 .2 Traitement thermique CR

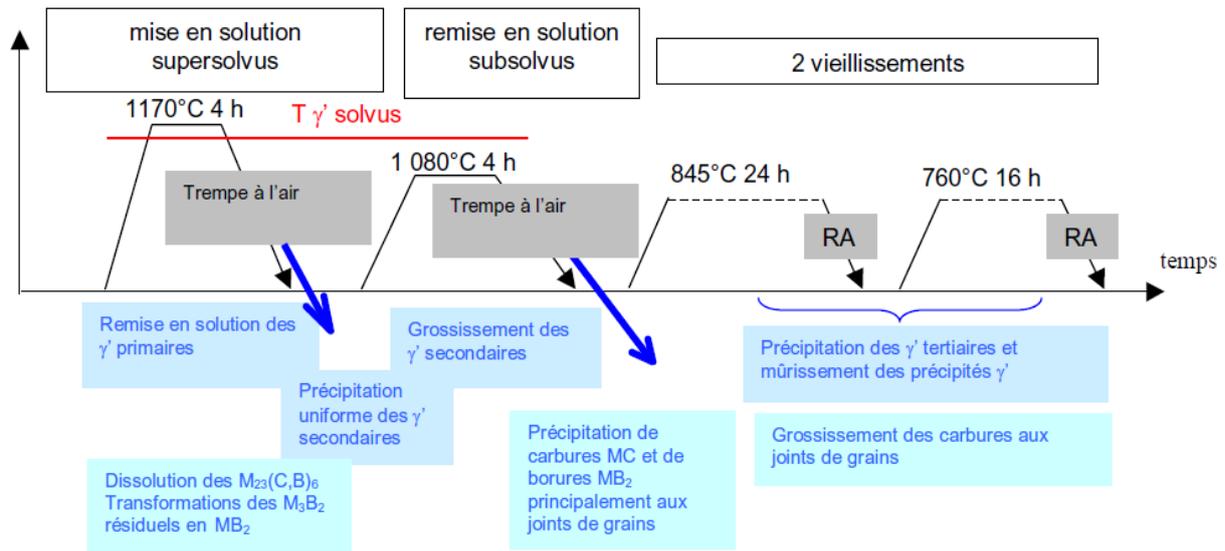
Le traitement thermique CR est constitué de deux paliers de mise en solution et de deux vieillissements [82] :

- mise en solution supersolvus ( $T > T_{\gamma' \text{ solvus}}$ ) à 1170°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air,
- mise en solution subsolvus ( $T < T_{\gamma' \text{ solvus}}$ ) à 1080°C pendant 4 h, suivie d'une trempe à l'air,
- vieillissement à 845°C pendant 24 h, suivie d'un refroidissement à l'air,
- vieillissement à 760°C pendant 16 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Pendant le palier de remise en solution supersolvus, les gros précipités  $\gamma'$  primaires et les carboborures  $M_{23}(C,B)_6$  sont presque tous remis en solution. La croissance des grains austénitiques est donc rendue possible. La taille de grain après le traitement CR est comprise entre 180  $\mu\text{m}$  et 350  $\mu\text{m}$ . Une répartition fine et uniforme de précipités  $\gamma'$  secondaires intragranulaires se forme pendant la trempe à l'air.

Au cours de la seconde mise en solution les précipités  $\gamma'$  secondaires grossissent. Simultanément, des carbures MC et des borures  $MB_2$  précipitent, principalement aux joints de grains. Pendant les deux paliers de vieillissement, la phase de précipités  $\gamma'$  tertiaires intragranulaires précipite et les carbures grossissent. La précipitation des précipités  $\gamma'$  tertiaires pourrait également se produire pendant le refroidissement suivant le palier de mise en solution à 1080°C d'après Jackson [83].

Les étapes du traitement thermique CR sont données en figure.III.6



**Figure. III.6** Étapes du traitement thermique **Creep Resistant (CR)** d'après [82]  
RA : refroidissement à l'air

### 1.6.3 Adaptations possibles des traitements HS et CR

Dans son étude de l'Udimet 720 forgé, Jackson remet en cause l'intérêt des deux vieillissements du traitement thermique HS préconisés par Sczerzenie pour la nuance initiale d'Udimet 720, car les deux vieillissements survieilleraient la nuance LI et altèreraient ses propriétés en fluage. Il montre en effet qu'un unique vieillissement de 24 h à 700°C augmente les propriétés de fluage à 750°C de l'Udimet 720 LI.

Furrer confirme qu'un unique palier de vieillissement est suffisant et plus pertinent pour l'Udimet 720 LI forgé ou CIC [85]. Cependant, il propose un vieillissement à 760°C. De plus, pour obtenir des propriétés mécaniques optimales, Furrer recommande un traitement thermique supersolvus suivi d'une trempe avec palier isotherme à  $T < T_{\gamma' \text{ solvus}}$  pour favoriser la formation de joints de grains dentelés et de fins précipités  $\gamma'$ . Koul rappelle également que les joints de grains dentelés possèdent un effet bénéfique sur le temps à rupture en fluage de l'IN 738 et sur la vitesse de propagation de fissure de l'Udimet 720 [86].

Les dentelures aux joints de grains permettent de limiter le glissement intergranulaire et de mieux redistribuer les contraintes[83].

### **III.6.4 Les traitements thermiques pour l'obtention de structure cuboïde**

Après les traitements de mise en solution et de vieillissement les intermétalliques  $\gamma'$  sont précipitées avec petite taille et de forme sphérique donc il faut soumettre les superalliages à d'autres traitements de long terme de maintien atteignant de 1000 heures jusqu'à 2500 heures avec des températures entre 900 °C et 1000 °C pour obtenir des précipités cuboïdes, de taille approximativement grande et de fraction volumique de pourcentage supérieur à 40 % et inférieur à 60 % [83].

# **Chapitre VI- Traitements de surface des superalliages**

## VI .1 Les sous-couches d'adhérence

Pour assurer la protection du superalliage contre les atmosphères corrosives complexes ( $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $SO_2$ ) et les températures élevées, il est nécessaire d'appliquer un revêtement de surface qui va favoriser la croissance lente d'une couche d'alumine dense, stable, adhérente et continue [22] pour des températures supérieures à  $900/950^\circ C$ .

Ces revêtements dits « alumino-formeurs » vont protéger les aubes de turbines haute et basse pression contre l'oxydation. Ils pourront être recouverts d'une barrière thermique dans les parties les plus chaudes du moteur. La couche d'alumine développée sert également de couche de liaison en permettant de créer une liaison chimique (métal/céramique/céramique) et mécanique (gradient de coefficient d'expansion thermique) entre le substrat et la barrière thermique[87].

### VI .1.1 Revêtements de diffusion

Les revêtements de diffusion sont généralement utilisés pour protéger les aubes de turbine. Leur élaboration est basée sur un processus de diffusion qui, *in fine*, conduit à la formation d'une phase  $\beta$  - NiAl, dont le domaine de stabilité à haute température est large (Figure VI.1) et dont le point de fusion est supérieur à celui du substrat.

Trois procédés industriels, proche des techniques CVD (Chemical Vapour Deposition), sont employés pour enrichir les pièces en aluminium. La CVD thermique utilise un précurseur gazeux ( $AlCl_3$ ) généré en dehors du réacteur CVD. Ce précurseur se transforme à chaud en  $AlCl$  (g) et se réduit sur la pièce à revêtir en milieu réducteur ( $Ar/H_2$ ) [23].

Dans le procédé APV « out-of-pack », un mélange de poudre Al/Cr et un halogénure ( $NH_4F$ ) qui joue le rôle d'activateur composent la source d'aluminium (cément). Lorsque la température s'élève, l'halogénure réagit avec l'aluminium pour former un précurseur gazeux d'halogénure d'aluminium. Celui-ci va se décomposer au contact de la surface du superalliage et libérer l'aluminium, qui, par diffusion à l'état solide et réaction avec le substrat, formera la phase NiAl [24]. Dans ce procédé, le substrat est situé au-dessus du cément. Ces revêtements peuvent être réalisés sur des pièces de géométrie complexe grâce à l'utilisation d'une phase gazeuse contenant un précurseur de l'élément à déposer [23, 25].

Lorsque le cément est en contact direct avec le substrat, on parle de procédé de cémentation en caisse (« Pack cementation »). Dans ce cas, de la poudre d'alumine est ajoutée comme diluant pour éviter l'agglomération des poudres. On pourra noter que les revêtements

obtenus par le procédé « out-of pack » sont libres d'impuretés (particules de poudres) contrairement à ceux obtenus par pack cémentation [26].

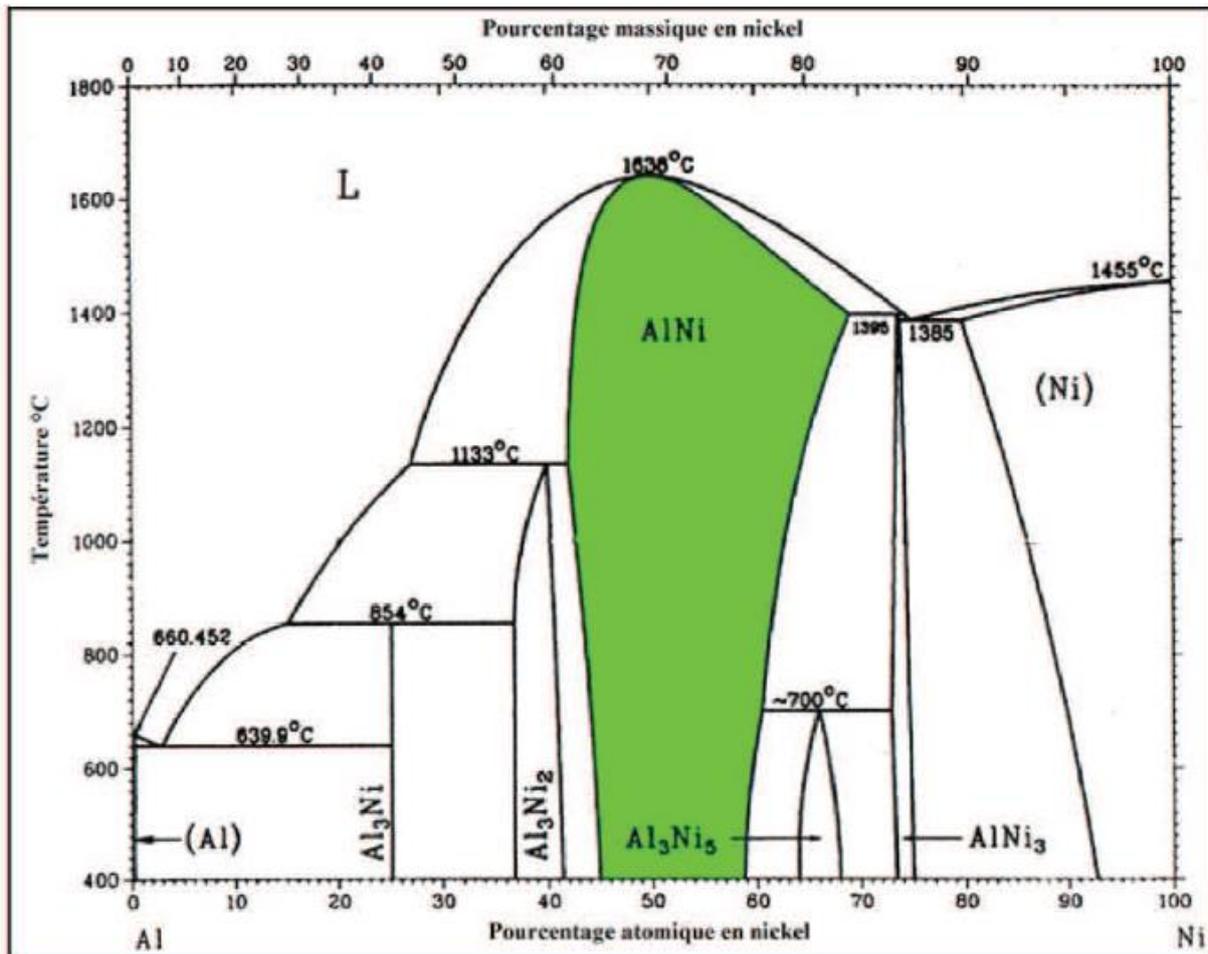


Figure VI.1: diagramme de phase Ni-Al (phase des revêtements de diffusion recherchée en vert) [27].

De tels revêtements de diffusion d'aluminium peuvent également être obtenus par CVD thermique, mais les cinétiques de dépôt sont alors plus lentes en raison de la distance entre la source d'Al et les pièces à traiter [23]. Le procédé CVD utilisant un lit fluidisé [28] permet d'activer le transport thermique et massique mais la taille de la pièce est alors le facteur limitant.

Les revêtements obtenus à partir de barbotine contenant de l'aluminium sont également utilisés [26, 29], notamment pour les réparations locales car ils peuvent être appliqués sous forme de peinture ou par projection, avant application d'un traitement thermique de diffusion.

En fonction du procédé, deux types de morphologie de revêtements peuvent être obtenus (Figure VI.2) selon l'activité en aluminium de la phase gazeuse (et donc dans la source), du temps et de la température de diffusion [26].

**Les revêtements « haute activité »** sont réalisés autour de 700-900°C [29]. Ils sont caractérisés par une forte concentration en aluminium (haute activité dans le ciment) et une diffusion préférentielle de l'aluminium vers l'intérieur du substrat dans cette gamme de températures [30]. Une phase fragile riche en aluminium,  $\delta$ -Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, se développe, qui peut être transformée en phase  $\beta$ -NiAl sous l'effet d'un traitement thermique ultérieur (températures supérieures à 1000°C) [31].

Les revêtements obtenus, d'épaisseur 50-80  $\mu$ m, sont parsemés de précipités d'éléments réfractaires (Cr, W, Mo, Ta) sur toute leur épaisseur car ces éléments diffusent peu à ces températures et sont peu solubles dans la phase  $\beta$ -NiAl [19, 32].

Une zone d'inter-diffusion riche en précipités sépare la phase NiAl de la phase  $\gamma/\gamma'$  du substrat. Les procédés industriels d'aluminisation par cémentation en caisse et par barbotine, souvent avec une haute activité d'aluminium, donnent alors naissance à ce type de morphologie (Figure VI.2).

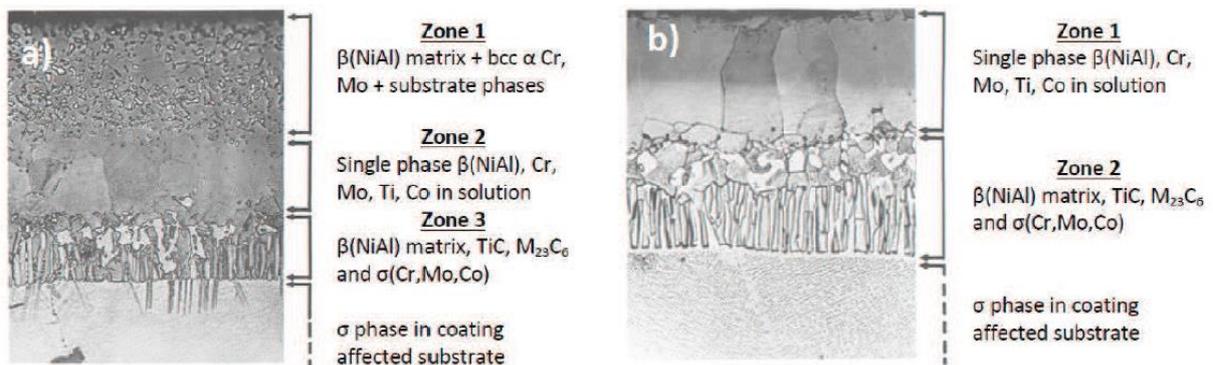


Figure VI.2: revêtements de diffusion NiAl : (a) haute activité (b) basse activité [26].

Les revêtements « basse activité » résultent de la diffusion majoritaire du nickel du superalliage vers l'extérieur à des températures élevées (1000-1200°C) [29]. L'activité de l'aluminium est faible dans le ciment [26], ce qui donne lieu à la formation directe de la phase  $\beta$ -NiAl avec une concentration en Al proche (ou légèrement supérieure) de 50 at.% en surface [31]. Aucun traitement thermique supplémentaire n'est nécessaire.

Les revêtements sont exempts de précipités dans leur zone externe mais présentent une zone d'inter-diffusion plus importante (fig. VI.2b). Le procédé « out of pack », souvent avec une basse activité en aluminium, donne une morphologie similaire. Cette même morphologie a récemment été obtenue à partir d'une barbotine à base aqueuse contenant un mélange de poudres Al/Cr [33].

Il est à souligner que les revêtements basse activité ont de meilleures propriétés de résistance à la corrosion et à l'oxydation du fait de l'absence de précipités dans la zone externe du revêtement [34-36].

### **VI .1.2 Les « overlays »**

Les « overlays » sont des revêtements obtenus sous forme de dépôts par apport de matière sur la surface du métal. Ils ne nécessitent ni réaction ni diffusion avec le substrat et autorisent par conséquent une large gamme de compositions [45, 46].

Les revêtements MCrAlY font partie de cette catégorie. L'espèce M représente Ni, Co ou Fe, Cr et Al sont utilisés respectivement pour la résistance à la corrosion et à l'oxydation [47], Y améliore quant à lui l'adhérence des couches d'oxyde [48].

Les procédés de dépôt généralement mis en oeuvre sont la projection plasma sous pression réduite ou sous argon (« Low Pressure Plasma Spray » - LPPS ou « Vacuum Plasma Spray » - VPS), les dépôts physiques assistés par faisceaux d'électrons (EB-PVD) et, dernièrement, les techniques de projection thermique (type High Velocity Oxy-Fuel - HVOF) et la co-déposition électrolytique [30, 44, 48].

Un traitement thermique additionnel assure l'adhérence et l'homogénéité de la composition des dépôts [48]. Ces revêtements sont majoritairement appliqués dans le cas des turbines terrestres.

De nouveaux revêtements « overlays » protecteurs contre l'oxydation à haute température ont été récemment étudiés et développés au sein du LaSIE [49]. En effet, B. Bouchaud a pu obtenir, par voie électrochimique, des dépôts relativement épais d'oxyde(s) d'éléments de terres rares, connus pour leurs effets bénéfiques sur le comportement des superalliages à haute température [50] (faibles cinétiques d'oxydation et meilleure adhérence des couches d'oxydes notamment).

Contrairement aux dépôts de même nature élaborés par méthodes CVD [51, 52], cette voie de synthèse à haut rendement est mise en oeuvre à température ambiante, elle est peu coûteuse et non polluante, et permet l'obtention de dépôts d'épaisseur variable, de quelques microns jusqu'à plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$ [87].

## **VI .2 Revêtement barrière thermique**

Afin de protéger la structure métallique des aubes de turbine haute pression, placées dans un environnement à température particulièrement élevée, il est nécessaire de revêtir les

systèmes précédemment présentés par une couche additionnelle à faible conductivité thermique (effet bouclier ou barrière thermique), destinée à abaisser la température ressentie par le substrat, effet qui viendra s'ajouter à celui du refroidissement interne des pièces (Figure VI.3).

En effet, la température des gaz chauds, qu'on cherche encore à augmenter pour améliorer le rendement thermodynamique du moteur, avoisine la température de fusion des matériaux utilisés.

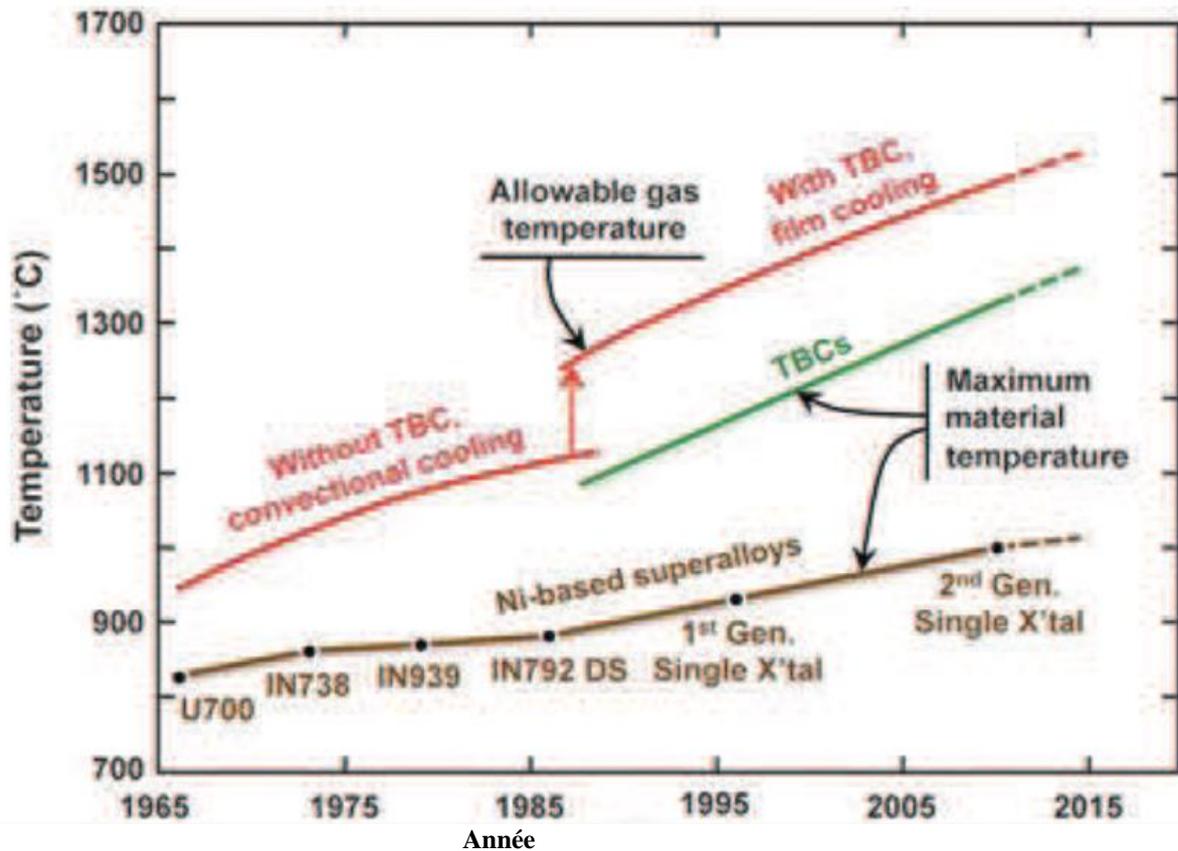


Figure VI.3: évolution des températures maximales admissibles pour les matériaux constitutifs des aubes de turbine [58].

### VI .2.1 Revêtements conventionnels

Bien que la fonction principale d'un tel système BT soit de réduire la température à la surface d'un métal, d'autres propriétés sont requises pour un fonctionnement optimal :

- Une faible conductivité thermique ( $< 2 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ ).
- Un coefficient d'expansion thermique (« Coefficient of Thermal Expansion », CTE) compatible avec celui du système métal/oxyde à recouvrir pour accommoder au mieux les contraintes thermomécaniques ( $\text{Al}_2\text{O}_3$   $10.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - superalliage  $14\text{-}15.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  à  $1100^\circ\text{C}$ ).
- Une bonne stabilité thermodynamique de l'ambiante à la température de fonctionnement.

- Une bonne résistance à l'érosion (« Foreign Object Damage », FOD).
- Une bonne résistance chimique (Calcium, Magnésium, Aluminium, Silicates, CMAS) et structurale.
- Un faible taux de frittage.
- Une compatibilité chimique vis-à-vis de la couche de  $Al_2O_3$ .

Deux procédés de dépôt physique à caractère fortement directionnel sont actuellement utilisés dans l'industrie pour réaliser les revêtements barrière thermique. Il s'agit de l'EB-PVD, qui permet d'obtenir des revêtements à structure colonnaire (Figure VI.4a) et de la projection plasma, qui donne naissance à une morphologie à porosité fermée lamellaire (Figure VI.4 b) [59].

En aéronautique, les dépôts type EB-PVD sont les plus fréquents car la morphologie colonnaire permet une meilleure accommodation des contraintes thermomécaniques induites par un cyclage thermique. En revanche, la conductivité thermique de tels revêtements est plus élevée ( $1,4-1,8 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ ) que celle des barrières thermiques élaborées par projection plasma ( $0,7-0,9 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ ) [60]. Le coût de l'EB-PVD est aussi beaucoup plus important que celui de la projection plasma en raison d'un très faible rendement[87].

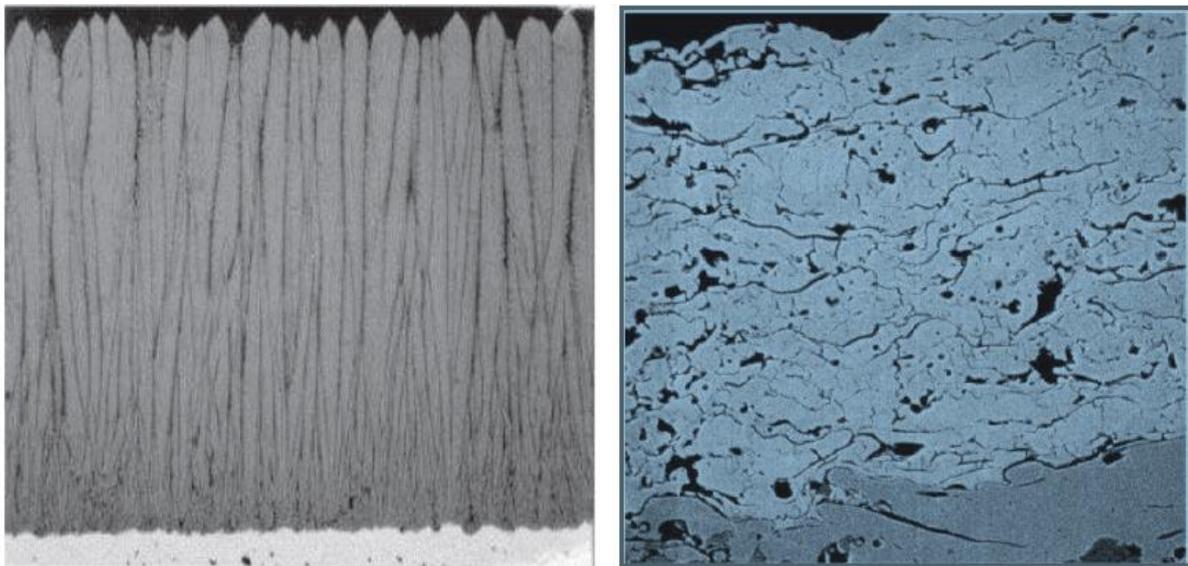


Figure VI.4 : morphologie des barrières thermiques conventionnellement utilisées dans l'industrie :

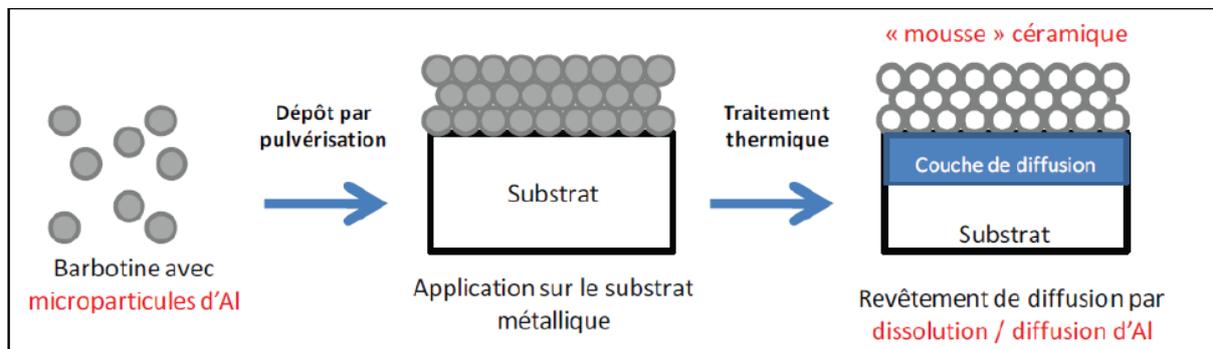
(a) projetées par EB-PVD ; (b) déposées par projection plasma atmosphérique [61].

Le matériau le plus largement adopté par les industriels est la zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (6-8 m.%) sous sa forme quadratique (ou tétra  $t'$ ) [30]. Cette céramique possède en effet d'excellentes propriétés de résistance mécanique et de ténacité.

Son inconvénient majeur est son instabilité structurale au-delà de 1200°C : elle passe alors de la phase quadratique  $t'$  à la phase monoclinique  $m$  avec un changement de volume engendrant des contraintes susceptibles de provoquer l'apparition de fissures [60].

## VI .2.2 Nouveaux revêtements et matériaux

Un procédé plus simple et plus économique a été récemment développé au laboratoire La SIE dans le cadre du projet européen PARTICOAT [71-73]. Il s'agissait d'élaborer en une seule étape un système barrière thermique complet à partir d'une barbotine contenant des microparticules d'aluminium (cf. Figure VI.5ci-dessous).



**Figure VI.5: étapes du procédé de dépôt par barbotine PARTICOAT [74].**

La « mousse » d'alumine restant en surface après traitement thermique, très poreuse et tortueuse, présente des propriétés d'isolation thermique comparables à celles des barrières thermiques actuelles (YSZ), déposées par projection thermique atmosphérique (APS) [75] (Figure VI.6 ), en dépit de la conductivité thermique plus élevée de l'alumine, qui varie de 30 ( $T_{amb}$ ) à  $5,8 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (1100°C) [76].

De plus, la compatibilité chimique avec la couche d'oxyde thermique (TGO) sous-jacente est excellente en raison de leur même nature chimique (alumine alpha), ce qui permet in fine d'accommoder plus facilement les contraintes thermomécaniques (CTE égaux). En revanche, les propriétés de résistance mécanique de la « mousse », notamment à l'érosion, sont très insuffisantes.

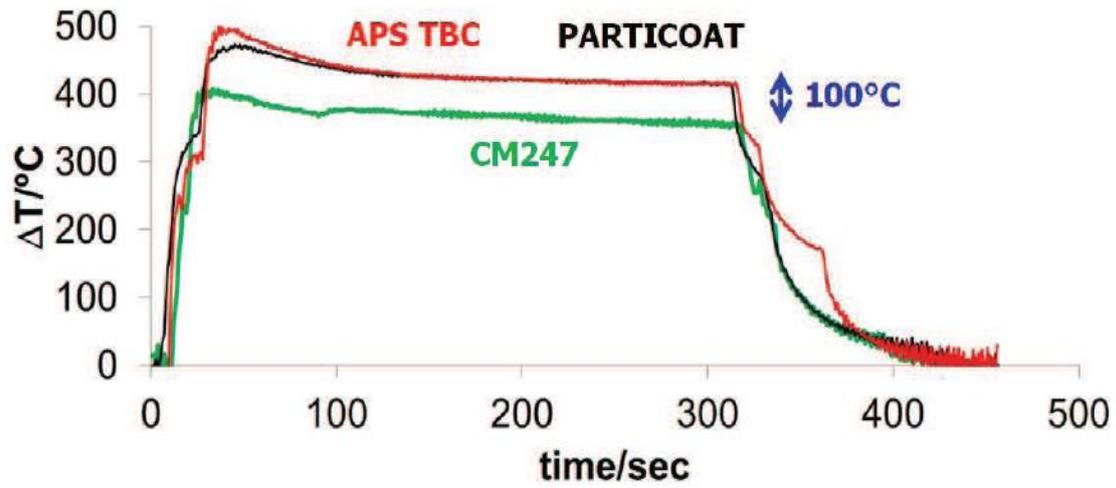


Figure VI.6 : différence de température enregistrée entre les surfaces avant et arrière d'un superalliage CM247 exposée à une flamme à 1000°C, échantillon non revêtu (en vert), revêtu d'une barrière thermique élaborée par projection plasma atmosphérique (en rouge), et revêtu d'une barrière thermique PARTICOAT d'épaisseur équivalente (en noir) [75].

## CONCLUSION

Cette étude bibliographique portant sur les superalliages nous a permis de renforcer nos connaissances sur ces matériaux spécifiques et particulièrement sur leurs compositions chimiques, leurs techniques d'élaboration, leurs traitements thermiques et thermomécaniques ainsi que leurs traitements de surface.

1- Concernant leurs compositions, nous retenons ce qui suit :

- Base de l'alliage : Ni
- Eléments d'alliage : Co, Cr, Mo, W, Al, Ti (Nb), Fe, C.

2 Les techniques de leur élaboration sont basées sur :

- Fusion sous arc électrique + refusion sous vide
- Fusion sous arc électrique + refusion sous laitier électro-conducteur (pureté maximale)
- Atomisation de bain métallique + compression + frittage (minimise les ségrégations)

3 Leurs traitements thermomécaniques et traitements thermiques :

Les traitements thermomécaniques sont préconisés pour réduire les hétérogénéités chimiques (forgeage, extrusion...), par contre, les traitements thermiques sont basés sur la mise en solution et le vieillissement, qui renforcent la résistance au fluage de ces aciers spéciaux par durcissement de la solution solide par substitution et surtout par précipitation d'intermétalliques de type  $A_3B$  ( $Ni_3Al$ ).

4 Une amélioration de la tenue à la corrosion et l'oxydation dans des milieux fortement agressifs, peut être obtenue par des traitements de types PCD et CVD.

## 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] Matériaux de turbines à combustion – Evolution des tendances (Direction des études et recherches) EDF Electricité de France Octobre 1992.
- [3] GHARBI Soufyane. Etude de l'effet thermique sur le superalliage udimet 500 utilisé dans les turbines a gaz.2016. M'sila
- [4] C. T. Sims et W. C. Hagel, *Superalloys II: [high-temperature materials for aerospace and industrial power]*. New York [etc.]: John Wiley & Sons, 1987.
- [5] 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.
- [6] R. C. Reed, *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.
- [7] G. P. Sabol et R. Stickler, « Microstructure of Nickel-Based Superalloys », *physica status solidi (b)*, vol. 35, no 1, p. 11-52, 1969.
- [8] N. Das, « Advances in nickel-based cast superalloys », *Trans Indian Inst Met*, vol. 63, n° 2-3, p. 265-274, avr. 2010.
- [9] 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.
- [10] Isabelle AUGUSTINS-LECALLIER, « Conception de nouveaux superalliages MDP base nickel pour disques de turbines », l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2011.
- [11] « resultats et interpretatons thèseEtude de l'oxydation à haute température d'un alliage de type Incoloy 800H », *Scribd*. [En ligne]. Disponible sur:<http://fr.scribd.com/doc/61274472/resultats-et-interpretatons-theseEtude-del%E2%80%99oxydation-a-haute-temperature-d%E2%80%99un-alliage-de-type-Incoloy-800H>. [Consulté le: 21-oct-2013].
- [12] 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.
- [13] Benoît Ter-Ovanessian, « Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien », Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2011.
- [14] M. Durand-Charre, *The microstructure of superalloys*. Amsterdam, The Netherlands: Gordon and Breach Science Publishers, 1997.
- [15] Sébastien Chollet. Étude des modifications microstructurales de superalliages à base nickel induites par nitruration assistée plasma.2014. Poitiers. France
- [16] GENERAL ELECTRIC. Improvments in Cast Alloy Ingot. Brevet GB1174342. 1969.
- [17] 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.
- [18] 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.

- [19] FURRER, D. Forging aerospace components. *Advanced Materials and Processes*, 1999, p. 33-36.
- [20] RAISSON G. Propriétés et applications des superalliages, métallurgie des poudres, élaboration et procédés, cours du 15 novembre 2000, CACEMI.
- [21] 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.
- [22] P. Kofstad, *High Temperature Corrosion*, Elsevier Applied Science, 1988.
- [23] F. Pedraza, C. Tuohy, L. Whelan, A.D. Kennedy, *Materials Science Forum*, 461-464 (2004) 305-312.
- [24] N. Birks, G.H. Meier, F.S. Pettit, *Introduction to the High-Temperature Oxidation of Metals*, Cambridge University Press, 2006.
- [25] A. Galerie, *Traitements de surfaces en phase vapeur*, Editeur Hermès / Lavoisier, 2002.
- [26] G.W. Goward, D.H. Boone, *Oxidation of Metals*, 3 (1971) 475-495.
- [27] M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys, Volume Metallurgy and Metallurgical Engineering Series*, Mc Graw-Hill Book Company, 1958.
- [28] F. Pedraza, C. Gómez, M.C. Carpintero, M.P. Hierro, F.J. Pérez, *Surface and Coatings Technology*, 190 (2005) 223-230.
- [29] Y.A. Tamarin, *Protective coatings for turbine blades*, ASM International, 2002.
- [30] J.H. Wood, E.H. Goldman, *Superalloys II*, Wiley, 1987.
- [31] S. Shankar, L.L. Seigle, *Metallurgical Transactions A*, 9 (1978) 1467-1476.
- [32] H. Rafiee, S. Rastegari, H. Arabi, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 50 (2011) 85-90.
- [33] X. Montero, M.C. Galetz, M. Schütze, *Surface and Coatings Technology*, 222 (2013) 9-14.
- [34] B.M. Warnes, D.C. Punola, *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997) 1-6.
- [35] J. Angenete, K. Stiller, *Surface and Coatings Technology*, 150 (2002) 107-118.
- [36] R.T. Wu, K. Kawagishi, H. Harada, R.C. Reed, *Acta Materialia*, 56 (2008) 3622-3629.
- [37] E.J. Felten, *Oxidation of Metals*, 10 (1976) 23-28.
- [38] H.M. Tawancy, N. Sridhar, N.M. Abbas, D. Rickerby, *Scripta Metallurgica et Materiala*, 33 (1995) 1431-1438.
- [39] G.R. Krishna, D.K. Das, V. Singh, S.V. Joshi, *Materials Science and Engineering A*, 251 (1998) 40 - 47.
- [40] A. Littner, F. Pedraza, A.D. Kennedy, P. Moretto, L. Peichl, T. Weber, M. Schuetze, *Materials at High Temperatures*, 22 (2005) 411-420.
- [41] M.C. Maris-Sida, G.H. Meier, F.S. Pettit, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34 (2003) 2609-2619.

- [42] Y. Zhang, W.Y. Lee, J.A. Haynes, I.G. Wright, B.A. Pint, K.M. Cooley, P.K. Liaw, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30 (1999) 2679-2687.
- [43] Y. Zhang, J.A. Haynes, W.Y. Lee, I.G. Wright, B.A. Pint, K.M. Cooley, P.K. Liaw, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32 (2001) 1727-1741.
- [44] J.R. Nicholls, *JOM*, 52 (2000) 28-35.
- [45] A. Feuerstein, J. Knapp, T. Taylor, A. Ashary, A. Bolcavage, N. Hitchman, *Journal of Thermal Spray Technology*, 17 (2008) 199-213.
- [46] A. Vande Put, Etude de l'influence du platine sur le comportement en oxydation d'un système barrière thermique comprenant une sous-couche NiCoCrAlYT<sub>a</sub>, thèse de doctorat, Université de Toulouse (2009).
- [47] M. Schütze, *Corrosion and environmental degradation*, Wiley-FCH, 2000.
- [48] D.S. Rickerby, M.R. Winstone, *Materials and Manufacturing Processes*, 7 (1992) 495-526.
- [49] B. Bouchaud, Electrosynthèse de nouveaux revêtements à base d'éléments de terres rares destinés à accroître la durabilité à haute température des matériaux des turbines, thèse de doctorat, Université de la Rochelle (2009).
- [50] S. Chevalier, *Traitements de surface et nouveaux matériaux : Quelles solutions pour lutter contre la dégradation des matériaux à haute température*, Editions Universitaires de Dijon, 2007.
- [51] G. Bonnet, M. Silva, S. Chevalier, J.P. Larpin, J.C. Colson, *Surface and Coatings Technology*, 80 (1996) 76-79.
- [52] S. Chevalier, G. Bonnet, J.P. Larpin, *Applied Surface Science*, 167 (2000) 125-133.
- [53] F. Pedraza, B. Bouchaud, J. Balmain, G. Bonnet, V. Kolarik, J. Menuey, *Materials Science Forum*, 696 (2011) 284-289.
- [54] F. Pedraza, B. Bouchaud, J. Balmain, G. Bonnet, J. Menuey, *Materials Science Forum*, 696 (2011) 278-283.
- [55] A. Sato, H. Harada, K. Kawagishi, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37 (2006) 789-790.
- [56] T. Izumi, N. Mu, L. Zhang, B. Gleeson, *Surface and Coatings Technology*, 202 (2007) 628-631.
- [57] K. Kawagishi, A. Sato, H. Harada, *JOM*, 60 (2008) 31-35.
- [58] D.R. Clarke, M. Oechsner, N.P. Padture, *MRS Bulletin*, 37 (2012) 891-898.
- [59] S. Bose, *High temperature coatings*, Elsevier Science & Technology Books, 2007.
- [60] J. Fenech, Nouvelles compositions de revêtements de zircone substituée (Y, La, Sm, Er) élaborés par la voie sol-gel : application aux barrières thermiques multicouches, thèse de doctorat, Université de Toulouse (2010).
- [61] J.R. Nicholls, K.J. Lawson, A. Johnstone, D.S. Rickerby, *Surface and Coatings Technology*, 151-152 (2002) 383-391.
- [62] P. Mechnich, W. Braue, U. Schulz, *Journal of the American Ceramic Society*, 94 (2011) 925-931.

- [63] X. Cao, R. Vassen, W. Fischer, F. Tietz, W. Jungen, D. Stöver, *Advanced Materials*, 15 (2003) 1438- 1442.
- [64] D.R. Clarke, S.R. Phillpot, *Materials Today*, 8 (2005) 22-29.
- [65] W. Ma, S. Gong, H. Xu, X. Cao, *Scripta Materialia*, 54 (2006) 1505-1508.
- [66] Z. Xu, L. He, R. Mu, X. Zhong, Y. Zhang, J. Zhang, X. Cao, *Journal of Alloys and Compounds*, 473 (2009) 509-515.
- [67] W. Ma, H. Dong, H. Guo, S. Gong, X. Zheng, *Surface and Coatings Technology*, 204 (2010) 3366- 3370.
- [68] A. Portinha, V. Teixeira, J. Carneiro, J. Martins, M.F. Costa, R. Vassen, D. Stoever, *Surface and Coatings Technology*, 195 (2005) 245-251.
- [69] J.R. Nicholls, K.J. Lawson, A. Johnstone, D.S. Rickerby, *Materials Science Forum*, 369-372 (2001) 595-606.
- [70] L. Pin, Renforcement et fonctionnalisation de barrières thermiques aéronautiques élaborées par voie sol-gel : comportement en oxydation cyclique et diagnostic thermique, thèse de doctorat, Université de Toulouse (2012).
- [71] V. Kolarik, M. Juez-Lorenzo, M. Anchústegui, H. Fietzek, *Materials Science Forum*, 595-598 (2008) 769-777.
- [72] X. Montero, M. Galetz, M. Schütze, *Surface and Coatings Technology*, 206 (2011) 1586-1594.
- [73] F. Pedraza, M. Mollard, B. Rannou, J. Balmain, B. Bouchaud, G. Bonnet, *Materials Chemistry and Physics*, 134 (2012) 700-705.
- [74] M. Mollard, Elaboration de systèmes barrière thermique par barbotine. Comportement du nickel et de ses superalliages revêtus en oxydation cyclique à haute température, thèse de doctorat, Université de la Rochelle (2012).
- [75] F. Pedraza, M. Schütze, V. Kolarik, présentation HTCPM8, Les Embiez (2012).
- [76] 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.
- [77] Isabelle Augustins-Lecallier. Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines.2011. Paris
- [78] SOUADIA Hacene. INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR L'EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DES SUPERALLIAGES à BASE DE NICKEL RICHE EN COBALT : CAS DES TURBINES à GAZ.2016.annaba
- [79] LIVRE DES MATERIAUX, EDITIONS DES ECOLES POLYTECHNIQUES DE MONTREAL 2eme EDITION, J.M.DORLOT, J.P.BAILIAN, J.MASCUNARE, PAGES.301, 302, 303.
- [80] TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES FERREUX ET L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES, PRÉCIS DE MÉTALLURGIE, J. BARRALIS, G. MAEDER. (2007). P71, 128.
- [81]Sophie Dubiez-Le Goff. Comportement et endommagement d'un superalliageelabore par compression isostatique à chaud 2003 Paris .France

[82]Scerzernie F.E., Mancuso S.O., Keefe F.W., Mauer G.E., Boesch W.J., 1988, Udimet Alloy 720, Special Metals Corporation.

[83]Jackson M.P., Reed R.C., 1999, Heat treatment of Udimet 720LI : the effect of microstructure on properties, Materials Science and Engineering, A259, n°1, pp. 85-97.

[84]Radavich J.F., Hyzak J., 1991, Effects of processing and thermal treatments on alloy 720, Proceedings of the Tenth International Conference on Vacuum Metallurgy., Vol. I., Special Melting, Beijing, China. Metallurgical Industry Press (Peoples Republic of China), pp. 42-53.

[85]Furrer D.U., Fecht H-J., 2000, Microstructure and mechanical property development in superalloy U720 LI, Superalloys 2000, TMS, pp. 415-425.

[86]Koul A.K., Castillo R., 1993, Creep behavior of industrial turbine blade materials, Materials Congress Materials Week'93, October 17-21, Pittsburgh, Pennsylvania, chap. 6, pp. 95-125.

[87] Maxime Brossard. Influence de l'eau (vapeur, liquide) et du régime d'oxydation sur la dégradation de revêtements aluminos-formeurs sur superalliage à base nickel.2014. Université de La Rochelle.france