

Remerciements

Je remercie, tout d'abord, DIEU

de m'avoir donné la volonté et la patience pour réaliser ce travail

Je tiens à exprimer mon remerciement et ma profonde gratitude à monsieur M .Retima, encadreur de ce travail : pour ses conseils, ses orientations et ses encouragements.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur El Hadi Atoui, Professeur au département de métallurgie et génie de matériaux à l'université d'Annaba, pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.

Je veux adresser, également mes remerciements les plus respectueux à Monsieur Said Boudebane et Monsieur Hacem Chadli d'avoir acceptés d'examiner ce mémoire et pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude en acceptant d'être membres du jury.

J'exprime également ma gratitude à Madame L. Bouras pour son aide précieuse.

Je témoigne ma grande reconnaissance à ma copine khellaf Linda pour l'aide qu'elle m'a apportée dans ce mémoire et de m'avoir soutenue, encouragée.

J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur E.B khamnech et M. ben abdsalem pour l'aide qu'ils m'ont apportée.

Je tiens, de même, à remercier sincèrement l'ensemble de mes collègues : R. Nora, G. Amel, R. Hadda, k. Latifa.

Il m'est très agréable de remercier tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre, m'ont apporté leur contribution, en particulier Monsieur Ramdani .

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à:

*Ma mère à qui je souhaite une longue vie et à mon défunt
grand père que je porte dans mon coeur*

A ma famille

A ma copine : linda

A mes amis(e) : Nora, Hadda, Amel, Latifa.

A tous mes collègues de travail

A tous mes collègues de la promotion 2006.

ET à tous ceux que j'aime et que je n'ai pas nommés

Saida ✍

Résumé

Afin d'améliorer les performances des turbines à gaz, il est nécessaire de comprendre les mécanismes de détérioration qui ont lieu pendant leur utilisation. Certaines pièces mécaniques constituant les turbines, telles que les aubes, sont soumises à de sévères sollicitations thermomécaniques dans un environnement corrosif.

Ces sollicitations conduisent à des endommagements de type fatigue thermomécanique, fluage et oxydo-corrosion qu'il importe de maîtriser afin de garantir la tenue en service.

Cette thèse vise à apporter une meilleure compréhension des mécanismes impliqués dans le fonctionnement des aubes de turbines à gaz.

Les matériaux utilisés pour la fabrication de ces composants critiques sont des superalliages à base nickel.

Les propriétés particulières de ces matériaux proviennent de la présence de deux phases (CFC). La matrice de γ est une solution solide de type austénitique constitué principalement de nickel et le précipité γ' chimiquement ordonné (type A_3B) forme de renfort.

Une étude expérimentale qui a été menée sur cet alliage. L'étude expérimentale se décompose en trois parties :

- Un traitement thermique constitué d'une mise en solution, suivie de deux revenus a été appliqué. Il joue un rôle important, car il conditionne la stabilité des phases. L'alliage a été caractérisé du point de vue structural, microstructural (métallographie, microscopie électronique à balayage et en transmission avec spectroscopie de dispersion d'énergie) et thermomécanique (dureté et microdureté Vickers).
- Le stade stationnaire constitue généralement une grande partie des courbes de fluage. Nous nous sommes particulièrement intéressés à déterminer les valeurs des paramètres effectifs pendant le fluage secondaire pour développer un modèle de fluage à haute température pour les superalliages base nickel dans le domaine de contrainte appliquée et de température.
- Sous l'effet d'une élévation de température, le métal peut subir une agression de la part du milieu avec lequel il est en contact : air, autre atmosphère gazeuse comme les gaz de combustion. étudier les problèmes de la tenue à la corrosion à haute température, ainsi que les mécanismes d'oxydation. essais de corrosion à chaud ont été réalisés à différentes températures sur l'alliage à 700°C et 850°C La cinétique de croissance, ainsi que la nature et la microstructure de l'oxyde formé sont dans un premier temps, étudiées en effectuant des essais d'oxydation isotherme dans des conditions aussi proches de celles d'utilisation.

Abstract

To improve the performance of gas turbines, it is necessary to understand the mechanisms of deterioration that occur during their use. Some mechanical parts constituting the turbines such as blades, are subjected to severe thermomechanical stresses in a corrosive environment.

These stresses lead to damage type thermomechanical fatigue, creep and oxidation / corrosion control it is important to ensure the required service.

This thesis aims to provide a better understanding of the mechanisms involved in the operation of the blades of gas turbines.

The materials used to manufacture these critical components are nickel-based superalloys. The peculiar properties of these materials arise from the presence of two face centred cubic (fcc) phases. The γ matrix is a fcc solid solution of austenitic type mainly constituted of nickel and the γ' precipitates form the chemically ordered (Ni_3Al type) reinforcing.

An experimental study has been conducted on this alloy. The experimental study consists of three parts:

- A heat treatment consisting of a dissolution, followed by two incomes has been applied. It plays an important role because it determines the stability of phases. The alloy was characterized in terms of structural, microstructural (metallography, scanning electron microscopy and transmission spectroscopy with energy dispersive) and thermomechanical (hardness and Vickers microhardness).
- The stationary phase is usually a large part of the creep curves. We are particularly interested in determining the values of actual parameters for the secondary creep to develop a model of creep at high temperature nickel-based superalloys in the field of applied stress and temperature.
- Under the effect of elevated temperature, the metal could suffer aggression from the environment with which it comes into contact: air, other gaseous atmosphere as the combustion gases. Study the problems of corrosion resistance at high temperature and oxidation mechanisms. Testing of hot corrosion have been made at different temperatures on the alloy at 700°C and 850°C . The growth kinetics and the nature and microstructure of oxide are formed in a first time studied by performing Isothermal oxidation tests in conditions as close to those of use.

Sommaire

	Pages
Introduction générale	01
CHAPITRE I: Turbines et Superalliages	
I.1. Généralités sur les turbines	03
1.1. Définition de la turbine	03
1.2. Turbine à gaz	03
1.3. Turbines terrestres	05
1.4. Le rendement	06
1.5. Avantages des turbines	06
1.6. Aubes de turbine	07
I.2. Matériaux pour les aubes de turbines	
2.1. Introduction	09
2.2. Les superalliages utilisés pour les aubes de turbine	10
2.2.1. Superalliage	10
2.2.2. La composition chimique des superalliages	10
2.2.3. Caractéristiques des superalliages	12
2.2.4. Facteurs influençant les propriétés mécaniques	13
A. Rôle de la phase γ'	13
B. Accord paramétrique entre γ et γ'	13
C. Rôle des carbures	13
D. Effet de la taille des grains	13
E. Rôle des différents constituants des superalliages	14
2.3. Traitements thermiques	17

CHAPITRE II : Généralités sur le fluage

1. Définitions	18
1.1. Principe de l'essai de fluage	19
2. Approche macroscopique	20
2.1. Effet des paramètres (contrainte, Température, temps)	22
2.1.1. Effet de la contrainte	22
2.1.2. Dépendance en température	22
2.1.3. Rôle du temps : durée de vie t_R en fluage	23
3. Approche microscopique	24
3.1. Les mécanismes physiques du fluage	24
3.1.1. Fluage par dislocations	25
3.1.2. Le mécanisme de fluage-diffusion	27
3.1.3. Le coefficient de diffusion dans les solides	29
3.1.4. Cartes de fluage	30
3.2. Synthèse des différents modes de déformation	32
4. Modélisation	33

CHAPITRE III : Partie 1 Matériau et techniques expérimentales

Matériau et techniques expérimentales	34
Introduction	34
1. présentation	34
2. caractérisation	34
3. Techniques de préparation des échantillons	35
4. Méthodes expérimentales	35
5. Résultats et interprétation	36
5.1. Cas des échantillons de réception	37
5.2. Influence des traitements thermiques	41
5.2.1 Microstructures	47
5.2.2. Résultats et Interprétation	49
5.3. Synthèse	50
6. Dureté	51
A / La dureté Vickers	52
B / Essais de Microdureté	53
C / Interprétation	56

CHAPITRE I

Turbines et Superaliages

I .1.Généralités sur les turbines

1.1 Définition de la turbine:

Moteur rotatif qui convertit l'énergie d'un courant d'eau, de vapeur ou de gaz en énergie mécanique. Selon le type de fluide utilisé, dit fluide actif ou fluide moteur, on a affaire à une turbine hydraulique, une turbine à vapeur ou une turbine à gaz. Dans ce dernier cas, le fluide moteur le plus fréquemment utilisé provient des gaz de combustion d'un combustible solide, liquide ou gazeux. Plus généralement, c'est un organe permettant la détente d'un fluide en recueillant son énergie sous forme mécanique.

1.2. Turbine à gaz :

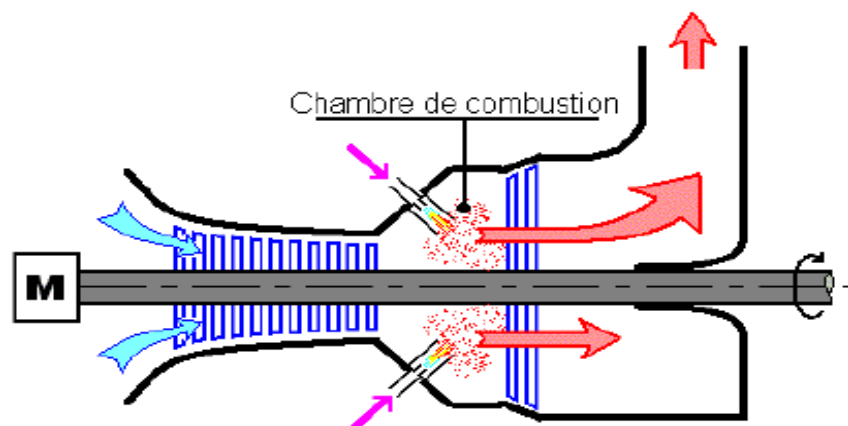


Figure.01 : Turbine à gaz.

Une turbine à gaz, appelée aussi turbine à combustion, est une machine tournante thermodynamique appartenant à la famille des moteurs à combustion interne dont le rôle est de produire de l'énergie mécanique (rotation d'un arbre) à partir de l'énergie contenue dans un hydrocarbure (fuel,gaz...) .donc c'est un moteur rotatif qui transforme l'énergie calorifique en énergie mécanique par un procédé continu qui comprime, chauffe et évacue un gaz.

Le principe de base est le suivant :

COMPRESSION => CHAUFFAGE => DETENTE

La turbine est constituée d'une ou plusieurs sections aubes rotatives et stationnaires qui alternent. Les lames rotatives reposent sur des disques, comme dans le compresseur, et les disques sont reliés par un bâton au compresseur. Les lames stationnaires sont situées dans l'enveloppe de la turbine. [1]

Les aubes des turbines sont les pièces critiques du fait qu'elles sont directement exposées au flux de gaz brûlés issus de la chambre de combustion.

La fonction de la turbine est d'absorber assez d'énergie des gaz chauds venant de la chambre de combustion permettent de détendre l'air c.-à-d où s'effectue une partie de la détente des gaz. Dans la constitution de la turbine, on retrouve les étages d'aubes composés de stators et de rotors.



Figure.02: Photographie d'une aube de turbine

Selon ses racines et applications de développement, la turbine à gaz est mentionnée par beaucoup de dénominations :

- Dans l'aviation : un réacteur, un turboréacteur, une turbine de gicleur, un turbopropulseur, un turboréacteur.
- Dans la terre et les applications marines : une turbine à gaz, un arbre à turbine, une turbine de combustion, et une turbine industrielle. [2]

1.3. Turbines terrestres:

Les turbines terrestres, appelées aussi turbines industrielles à gaz, ont pour fonction de produire de l'électricité. Le rendement est donc un facteur extrêmement important, qui a des importantes répercussions sur le coût de l'énergie électrique produite.

Les turbines terrestres, grâce aux progrès technologiques réalisés, sont passées du statut de station d'appoint à celui d'alternative crédible pour des unités de grande puissance.

En effet, la turbine haute pression, placée juste à la sortie de la chambre de combustion, est chargée de convertir l'énergie cinétique des gaz brûlés en énergie mécanique, qui sert à entraîner le compresseur à l'avant du moteur, et un alternateur dans le cas des turbines terrestres. La turbine à gaz de grande puissance (> 4 MW) est surtout utilisée pour entraîner un alternateur et produire de l'électricité. Un des avantages des centrales à turbine à gaz est le temps réduit pour la mise en œuvre, le gestionnaire d'un réseau de distribution électrique peut ainsi moduler facilement la capacité de production pour s'adapter aux variations de la consommation. L'installation d'un groupe électrogène à turbine à gaz peut s'accompagner d'une installation en cogénération, afin de récupérer les quantités importantes d'énergie (environ 65% de l'énergie consommée) contenues dans les gaz d'échappement. [3]



Figure.03 : Turbine Terrestre

1.4. Le Rendement :

Le rendement faible de la turbine à gaz (25 à 35%) est dû au fait que l'énergie fournie par le combustible est détournée par le compresseur ou perdue sous forme de chaleur dans les gaz d'échappement. En cycle simple, le rendement est de l'ordre de 30 à 35% voire plus pour les grosses machines. Dans les faibles puissances, le rendement est même inférieur à 30%.

Les machines les plus puissantes sont en général associées à des turbines à vapeur dans des cycles combinés dont le rendement global tend actuellement vers 60%.

A l'extrême, en plaçant des dispositifs de refroidissement de l'air en entrée et de récupération de chaleur en sortie, on peut atteindre des rendements de 85%.

1.5. Avantages des turbines :

Les avantages inhérents à ce type de machine sont les suivants :

- puissance massique et volumique très élevée du fait du fonctionnement continu,
- simplicité apparente de construction (un rotor dans un carter et un brûleur) et équilibrage (peu de vibrations),
- pollution limitée en HC et NO_x du fait de l'excès d'air et de la température limitée,
- aptitude à la récupération de chaleur (cogénération),
- longévité en marche stationnaire.
- aptitude potentielle à utiliser des combustibles variés et de moindre qualité (gaz pauvre, fuel lourd). [4]

1.6. Aubes de turbine



Figure. 04 : Aube de turbine

L'**aube** est la partie d'une turbine en forme de cuillère ou de pale sur laquelle s'exerce l'action du fluide moteur. Une turbine comporte plusieurs aubes réparties régulièrement sur son pourtour.

La puissance mécanique (résultant de la transformation de l'énergie thermique) est délivrée de façon continue par l'action d'un fluide à énergie élevée, sur les ailettes ou aubes d'une ou plusieurs roues. Les aubes des turbines sont exposées d'une part à la température extrême des gaz chauds, et d'autre part à une force centrifuge de plusieurs tonnes dues à la rotation. Cette accélération tend à arracher les aubes du disque sur lequel elles sont implantées, elles supportent des efforts de trois tonnes et plus par centimètre carré. Ces efforts, qui s'ajoutent aux forces provoquant la rotation et aux vibrations, soumettent la turbine à d'énormes contraintes. Durant leurs utilisations, les aubes de turbines incandescentes sont soumises à un environnement corrosif et à des contraintes mécaniques importantes.

En effet, les aubes de turbines sont le siège de phénomènes aérodynamiques très complexes et très importants puisque leur rendement, sur les compresseurs comme sur les turbines, dépend en fait de leur comportement aérodynamique. Leurs extrémités supérieures portent fréquemment une sorte de chapeau, ou cloison jointive avec celle des aubes voisines, de sorte que la turbine paraisse entourée d'un anneau plat. Ce dernier a pour fonction d'empêcher les gaz chauds de s'échapper par l'extrémité supérieure des aubes. Il renforce en conséquence la turbine tout en augmentant son efficacité. Il a toutefois l'inconvénient de peser une certaine masse qui sous effet de la force centrifuge se transforme en contrainte mécanique supplémentaire. [5]

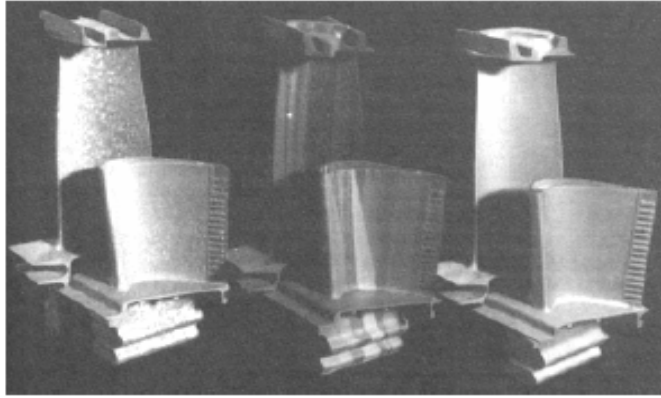


Figure.05 : différents aubes

Les aubes de turbine aéronautique ou terrestre sont parmi les pièces qui sont soumises à la fois aux sollicitations thermiques, mécaniques et corrosives les plus sévères.

Les matériaux utilisés pour résister à de telles sollicitations et dégradations sont des superalliages, afin de résister aux sollicitations thermiques et chimiques complexes.

L'action conjuguée d'une haute température, et de contraintes mécaniques suffisamment élevées peu poser des problèmes de **résistance au fluage**.

Les conditions d'emploi, dans l'air ou dans d'autres atmosphères comme, par exemple, les gaz de combustion des hydrocarbures, s'accompagnent en général d'une agression chimique de la surface des produits, c'est-à-dire de **corrosion sèche** dont l'oxydation est l'exemple le plus fréquent.

Dans le cas de produits résistant à ce type de sollicitations, on emploie indifféremment les termes de **superalliages** ou d'**alliages superréfractaires**. [6]

I.2. Matériaux pour les aubes de turbines :

2.1. Introduction:

L'utilisation de plus en plus sévère d'organes ou de pièces mécaniques soumises à des sollicitations thermiques, mécaniques ou thermomécaniques, a conduit le 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.

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. Par ailleurs, ces alliages doivent également répondre à une autre exigence : la bonne tenue au fluage, c'est à dire la tenue à chaud sous des contraintes mécaniques assez élevées.

Ainsi, divers alliages réfractaires, à durcissement structural, de compositions chimiques très complexes, sont utilisés pour de nombreuses applications :

- ❖ Les aciers inoxydables réfractaires (ferritiques ou austénitiques) ;
- ❖ Les alliages fer - nickel (Fe-Ni), dont les plus célèbres sont l'Invar (fer plus 36 à 42 % de nickel) et l'Incolloy 800 (fer plus 20 % de chrome, 32 % de nickel), Les nuances à base fer-nickel-chrome constituent un prolongement de la famille des aciers réfractaires.
- ❖ Les alliages à base de cobalt ;
- ❖ Les alliages à base de nickel, connus sous la dénomination " **superalliages** ", tels que l'Inconel 700 ou le Vaspalloy.

On retrouve ces derniers dans les secteurs industriels les plus variés tels que l'industrie électrique, l'industrie mécanique et de l'équipement (les centrales thermiques), l'industrie pétrochimique et enfin l'industrie aéronautique (disques et aubes de turbines de la partie chaude des moteurs d'avions).

Les turbines aéronautiques ou terrestres, comme certains procédés industriels travaillant à chaud, font appel aux superalliages comme matériaux constitutifs de leurs pièces les plus exposées à de hautes températures. On désigne par superalliages une catégorie de matériaux réfractaires présentant un ensemble de propriétés mécaniques et physiques à haute température, les rendant aptes à la fabrication des pièces de turbomoteur, d'engins spéciaux et même des avions supersoniques. Plusieurs classes de superalliages existent de nos jours, cependant la classe la plus utilisée et la plus importante à priori dans la construction des turbines à gaz. [7]

CHAPITRE

Généralités sur le fluage

II. Généralités sur le fluage

1. Définition

Fluage, déformation que subit un matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte constante et maintenu à une température donnée. La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Cette déformation est de nature viscoplastique et dépendante du temps de maintien. Déformation progressive d'une pièce métallique soumise à un effort constant, qui a pour effet de modifier la structure interne du métal.

Bien que le fluage soit possible à toutes les températures au-dessus du zéro absolu, cette déformation est activée thermiquement, c'est-à-dire que de faibles variations de température entraînent des variations importantes de la vitesse de déformation. Pour les alliages métalliques, le fluage n'intervient de façon importante qu'à des températures relativement élevées. Le fluage peut être important dans les parties chaudes des turbines à gaz et des turbomachines pour avions, où la température de certaines pièces atteint, actuellement, couramment 1100 ° C.

À haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité. Ce phénomène est appelé fluage. Le domaine "haute température" correspond à un rapport T/T_f supérieur à 0,5. Le fluage doit être pris en considération dès que la température d'emploi est proche ou supérieure à $0,5 T_f$ (où T_f est la température de fusion de l'alliage considéré) et/ou s'il existe des contraintes importantes. Lorsqu'à une température donnée (même bien inférieure à la température de fusion), le matériau est soumis à une contrainte constante dans le domaine plastique, il subit alors une déformation, généralement lente, pendant toute la durée d'application de la charge. En général, le fluage est d'autant plus important que la contrainte appliquée est importante et que la température du matériau est élevée. La déformation de fluage étant généralement irréversible, on parle alors de comportement viscoplastique. [18]

1.1. Principe de l'essai de fluage

Le fluage est un mode de déformation macroscopique qui résulte de l'application d'une contrainte et d'une température constantes et de la mesure de l'évolution de la déformation en fonction du temps.

Pour prendre en compte le facteur temps, on procédera à des essais de fluage qui consistent à maintenir la contrainte constante sur l'éprouvette de déformation.

En pratique un essai de fluage consiste à maintenir une éprouvette à haute température sous charge constante (et non sous contrainte constante), et à mesurer la déformation en fonction du temps. Le grand intérêt de ce type d'essai est sa simplicité. Selon les applications, les durées d'essai peuvent varier de quelques dizaines d'heures à plusieurs années.

En revanche, lorsque le fluage se poursuit de façon prolongée, il conduit généralement à la rupture du matériau. [19]

2. Approche macroscopique

Le **fluage**, est la capacité de certains matériaux, à se déformer au cours du temps sous l'action d'une sollicitation mécanique constante.

L'allure générale d'une courbe de fluage est présentée dans la figure .08 [20]

La courbe de fluage permet généralement de différencier trois stades de fluage avant la rupture.

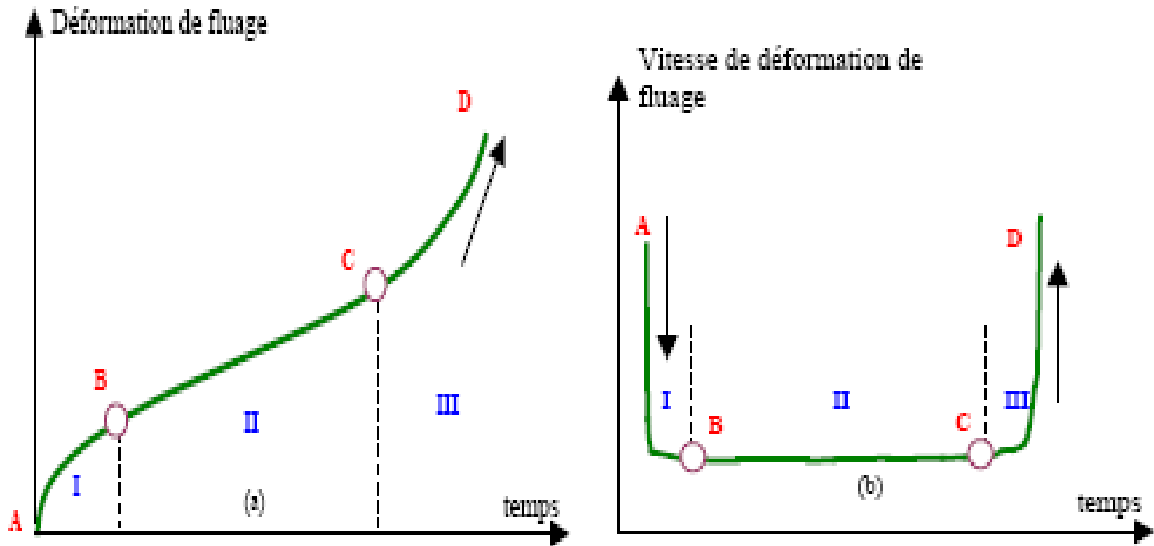


Figure .08 : Allure générale d'une courbe de fluage. Evolution de la déformation (a) et la vitesse de déformation (b) en fonction du temps

On distingue trois stades :

A- Le stade primaire (I)

Au cours duquel la vitesse de déformation est importante puis diminue au cours du temps, la résistance du matériau augmente. Cette variation provient de l'accroissement de la densité de dislocations qui atteint la saturation. Ces dislocations s'organisent en sous-structures stables. Ce fluage ralenti est appelé fluage primaire ou transitoire.

La diminution de la vitesse de déformation est alors bien décrite par des lissages en fonction du temps du type :

$$\varepsilon = At^{1/3} \quad \text{Fluage logarithmique}$$

$$\varepsilon = ALn\left(1 + \frac{t}{t_0}\right) \quad \text{Loi d'Andrade}$$

Il ne faut pas confondre ces lois empiriques ou A et t_0 sont des coefficients dépendant du matériau avec des lois de comportement. [21]

B - Le stade secondaire (II) où la déformation se stabilise.

Le deuxième stade du fluage est nommé fluage secondaire ou fluage stationnaire (en fait « en régime stationnaire »). Il se caractérise par une vitesse de déformation constante. Cette vitesse de déformation est appelée vitesse de déformation minimale et correspond au paramètre de dimensionnement le plus important que l'on puisse tirer de la courbe de fluage. Ce stade stationnaire correspond à l'établissement d'un équilibre entre le durcissement et la restauration.

Le fluage stationnaire est couramment décrit par la loi :

$$\dot{\epsilon}_{sr} = \left(\frac{\sigma}{K} \right)^n \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \dots \dots \dots (1)$$

Où K et n sont des constantes du matériau et Q l'énergie d'activation du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation. Le coefficient *n* est l'*exposant de Norton* du matériau (*n* varie de 3 à 8 pour la plupart des métaux purs et alliages courants.)

Plus la température s'élève et plus le fluage secondaire s'établit rapidement et la déformation augmente continûment avec le temps. C'est ce mode de fluage stationnaire dont on doit se préoccuper pour la conception des pièces destinées à travailler à chaud en résistant au fluage.

C- Le stade tertiaire (III) où la vitesse de déformation augmente rapidement pour aboutir à la rupture de l'éprouvette. Il s'explique par l'augmentation de la densité et de la mobilité des dislocations et l'accumulation de phénomènes de fissuration et de cavitation interne.

En général, dans les superalliages, la déformation se produit en grande partie au cours du fluage tertiaire, le stade primaire ne dépassant pas 1 % de déformation.

Le stade secondaire représente également une bonne partie des courbes et la vitesse associée est utilisée comme référence dans les lois de comportement.

Si l'élasticité est en partie responsable du fluage primaire, les fluages secondaires et tertiaires peuvent s'expliquer par le comportement viscoplastique. [12]

2. 1. Effet des paramètres (contrainte, Température, temps)

2.1.1 Effet de la contrainte:

Le diagramme de Norton relie la vitesse de déformation à la contrainte appliquée en échelles logarithmiques. Cette représentation permet de visualiser la sensibilité de la vitesse à la contrainte. En supposant que la vitesse de déformation s'écrive selon la relation $\dot{\epsilon} = A\sigma^n$ est possible d'évaluer le coefficient de Norton n. Représentation des courbes en $\log \dot{\epsilon} = f(\log \sigma)$.

Cette représentation permet de mettre en évidence la sensibilité de la vitesse avec la contrainte sur plusieurs décades de vitesses.

Un classement des résultats de fluage est souvent établi en fonction de la sensibilité de la vitesse de déformation par rapport à la contrainte appliquée en traçant ces deux variables en représentation logarithmique.

Sur un large éventail de contraintes, il apparaît trois domaines décrits par des lois de comportement distinctes :

- À **basses contraintes**, la majorité des matériaux répond de manière linéaire, ainsi $\epsilon \propto \sigma$.
- Aux **contraintes intermédiaires**, le comportement est décrit par une loi-puissance (dite loi de Norton), $\epsilon \propto \sigma^n$, avec n généralement compris entre 3 et 5.
- A plus **fortes contraintes**, le matériau suit une loi exponentielle. [24]

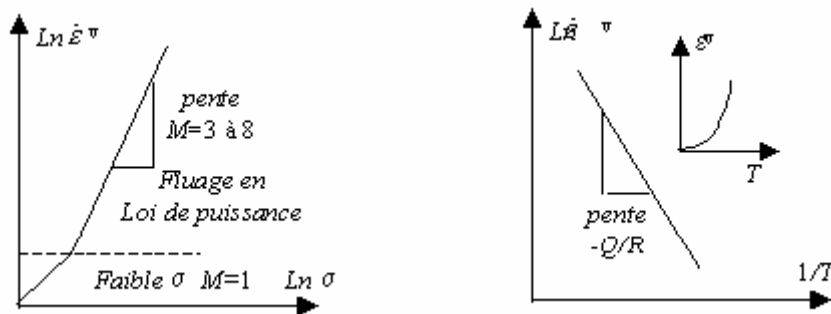


Figure. 09 : Influence de la contrainte et de la température (Fluage secondaire)

2.1.2. Dépendance en température:

A contrainte σ imposée et à température $T > 0.5T_f$, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ dépend de la température T . L'expérience montre que $\ln \dot{\epsilon}$ est une fonction linéaire décroissante de $1/T$, ce qui conduit à introduire une énergie d'activation Q telle que $\dot{\epsilon} = C \exp(-Q/RT)$, R étant la constante des gaz parfaits ($8,31 \text{ J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$).

Comme le montre le tableau 04 l'énergie d'activation Q s'identifie à l'énergie d'autodiffusion Q_A pour les métaux purs.

Métal	M	Q Kcal.mole ⁻¹	Q _A Kcal.mole ⁻¹
Al	4,4	34	34
Cu	4,8	48,4	47,1
Au	5,5	48 ±5	41,7
Ni	4,6	66,5	66,8
Pb	4,2	24,2 ±4	24,2
Ta	4,2	114 ±4	110
Cd	4,3	19 ±2	19,1
Zn	6,1	21,6 ±1	24,3

Tab.04 : Energies d'activation et d'autodiffusion des métaux purs

La plupart des métaux ont des températures de fusion élevées et, à cause de cela, le fluage n'apparaît qu'à des températures largement supérieures de la température ambiante.

La température à laquelle un matériau commence à fluer dépend de sa température de fusion T_f (°K) ou de sa température de transition vitreuse T_g .

MATÉRIAUX	MÉTAUX	CERAMIQUES	POLYMÉRES
T/T_f	0,3 - 0,4	0,4 - 0,5	
T/T_g			1

Tab.05 : Température seuil de fluage rapportée à T_f (fusion)

2.1.3. Rôle du temps : durée de vie t_R en fluage

Au cours du fluage l'endommagement s'accumule sous forme de cavités internes. Il apparaît en premier lieu au début du stade de fluage tertiaire puis augmente de plus en plus rapidement. La forme de la courbe de fluage tertiaire reflète cette accumulation de dommage. Au fur et à mesure que les cavités grossissent la section de l'échantillon diminue et, à charge constante, la contrainte augmente.

Comme $\dot{\epsilon} \approx \sigma^n$, la vitesse de fluage augmente encore plus rapidement que la contrainte. Pour de nombreux alliages à haute résistance, l'endommagement par fluage apparaît tôt dans leur vie et conduit à la rupture après de faibles déformations (jusqu'à 1%).

Pour concevoir des pièces devant fonctionner à haute température, il faut s'assurer de ce que :

- La *déformation de fluage* ϵ_f pendant la durée de vie prévue à la conception est acceptable.
- La *ductilité en fluage* ϵ_{fR} (déformation à rupture) est suffisante pour admettre la déformation ϵ_f .
- Le *temps de rupture* t_R aux chargement et température de fonctionnement prévus excède, moyennant un facteur de sécurité convenable, la durée d'utilisation prévue.

3. Approche microscopique

3.1. Les mécanismes physiques du fluage

La première contrainte pour le choix d'un matériau ayant une bonne tenue en fluage est la température de fusion T_f élevée. Si le matériau choisi peut être utilisé à une température $T < 0,5 T_f$, le fluage ne posera pas de problème. Pour une utilisation à des températures supérieures, diverses méthodes s'appuyant sur la connaissance des mécanismes microscopiques responsables du fluage permettent d'améliorer la tenue en fluage.

À haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité.

La viscoplasticité à haute température fait appel à des phénomènes de diffusion. Deux modes sont alors distingués selon la distance parcourue par la matière.

- Si la distance est courte, les mécanismes de fluage sont contrôlés par les mouvements de dislocations, Ce mécanisme de fluage porte le nom **de fluage dislocation**
- si la distance est de l'ordre des grains, le mécanisme de transport se fait par diffusion transgranulaire (modèle de Herring- Nabarro) ou par diffusion intergranulaire (modèle de Coble). c'est **le fluage diffusion**.

On se limitera au fluage secondaire, le plus important en pratique et à ses deux mécanismes principaux, le fluage- dislocation et le fluage- diffusion. [22]

CHAPITRE III

Partie 1

Matériau et Techniques Expérimentales

III. Matériau et techniques expérimentales

Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les méthodes expérimentales, essentiellement basées sur la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique en transmission (MET) que nous avons utilisées pour caractériser la microstructure de précipitation héritée des différents traitements thermiques ainsi que leurs influence sur la micro dureté.

1- Présentation

Le matériau d'étude est un superalliage qui est utilisé dans la fabrication des aubes turbine dont la provenance est du sud algérien (In Amenas)

2- Caractérisation

a- Composition chimique

L'analyse de la composition chimique du matériau a été réalisée à l'aide de la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDAX) couplée à la microscopie électronique à balayage (MEB).

Les spectres obtenus et le MEB qui permet non seulement de visualiser les très petites structures, mais donne aussi des informations sur la composition chimique du matériau, représenter sur le tableau suivant :

Ni	Co	Cr	Al	Mo	Ti	Fe	Si	Mn	C
40.44	29.03	16.28	6.65	5.18	2.60	0.26	0.78	0.07	-

Tableau .08 : Composition chimique du matériau

En plus du nickel, qui est considéré comme élément de base, on trouve le cobalt qui joue un rôle important dans les propriétés du fluage à haute température en réduisant la solubilité de l'aluminium et du titane dans la matrice ce qui augmente la proportion de γ' [25], et durcit cette même phase par l'augmentation de la température du solidus [26]. Il augmente également la solubilité du carbone dans la matrice γ , ce qui permet de réduire les carbures [27]. Il participe aussi au durcissement de la matrice du superalliage en réduisant l'énergie de faute d'empilement [28].

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

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

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

3. Techniques de préparation des échantillons

Préparation des échantillons

Pour les observations aux microscopes optique et électronique à balayage (MEB), les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique avec papiers abrasifs de différentes granulométries **du 180 au 1200**, ensuite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée de granulométrie **1 μ** . Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par un réactif approprié.

4. Méthodes expérimentales

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- La microscopie optique.
- La microscopie électronique a transmission (MET).
- La microscopie électronique a balayage (MEB).
- La microdureté Vickers (HV).

4.1. Microscope optique (MO)

L'utilisation du microscope optique nous à permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains, forme et répartition des précipités) durant les traitements thermiques, et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissements.

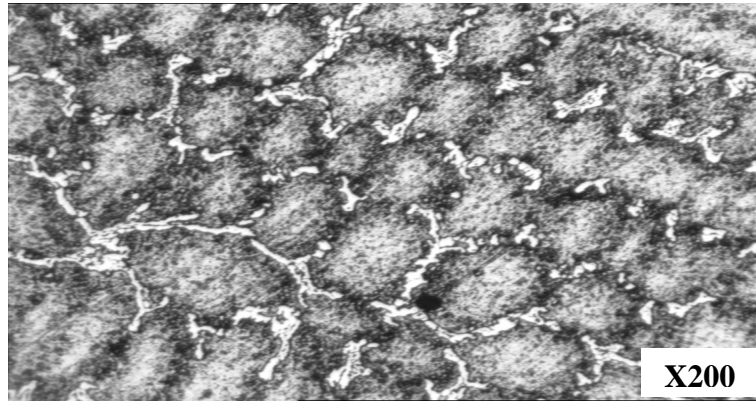
4.2. Microscopes électronique a balayage (MEB) et a transmission (MET)

Pour une bonne résolution et des grossissements plus important qu'en microscopie optique, on à eu recours au MEB et MET, dont le premier est a émission thermoélectronique, de marque Philips et du type SEM 500 équipé d'un système d'analyse EDAX et le second de marque Philips EM400 et de type 200CX, avec une tension de 200 KV.

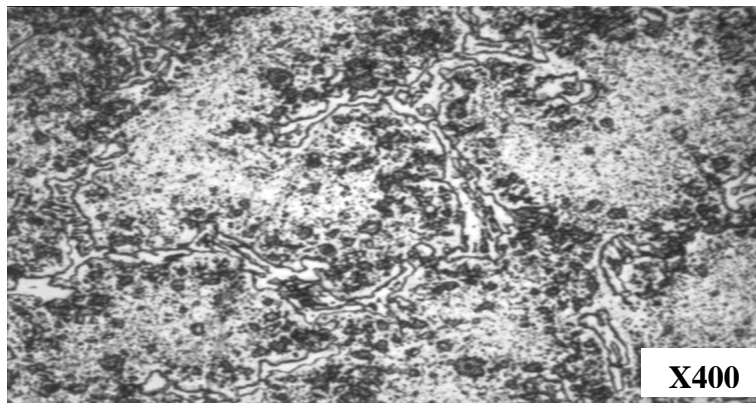
5. Résultats et interprétation :

5.1. Cas des échantillons de réception

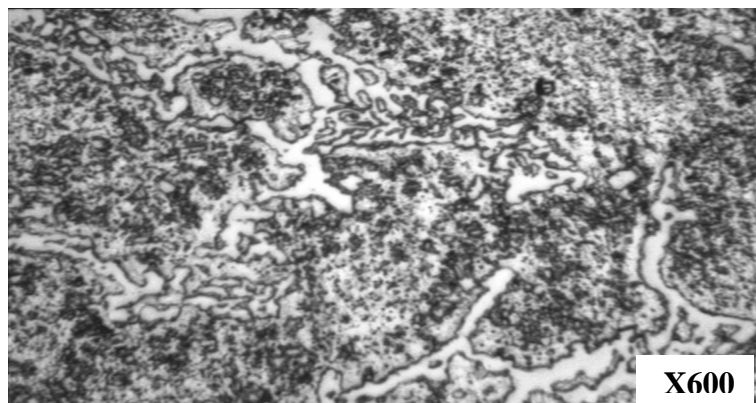
A/ Microstructure de l'alliage de réception par microscope optique :



(a)



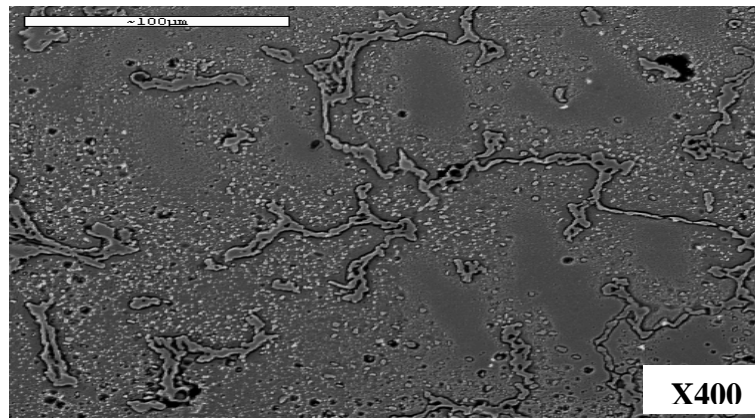
(b)



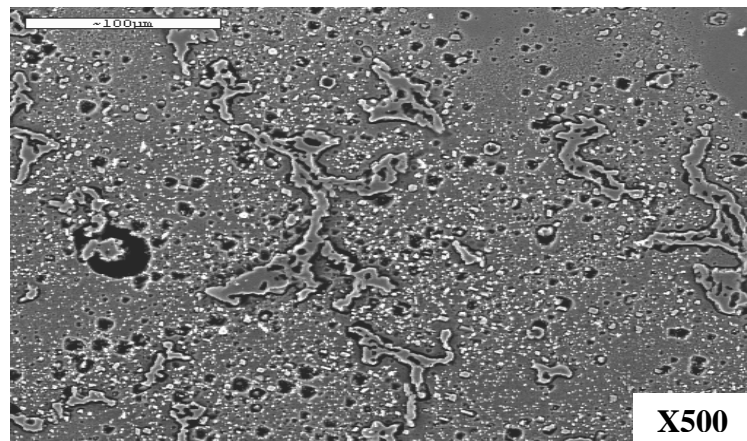
(c)

Figure. 16 : Microstructure de l'échantillon de réception à différents grossissement

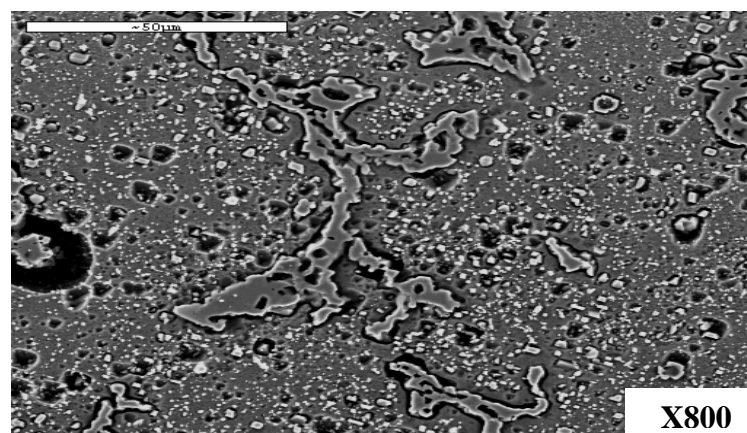
B/ Microstructure de l'alliage de réception par M.E.B



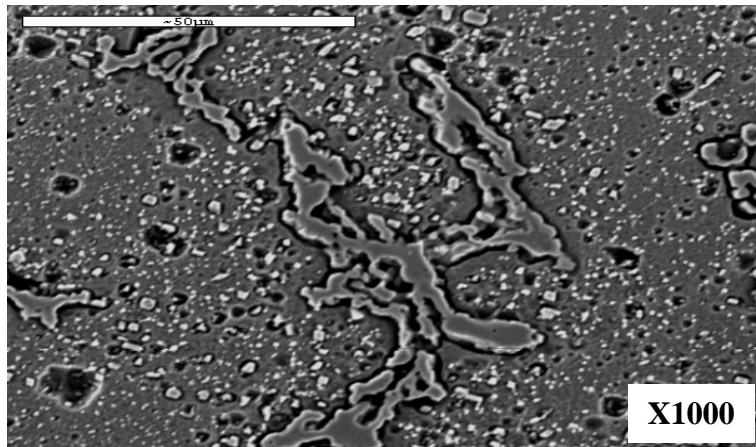
(a)



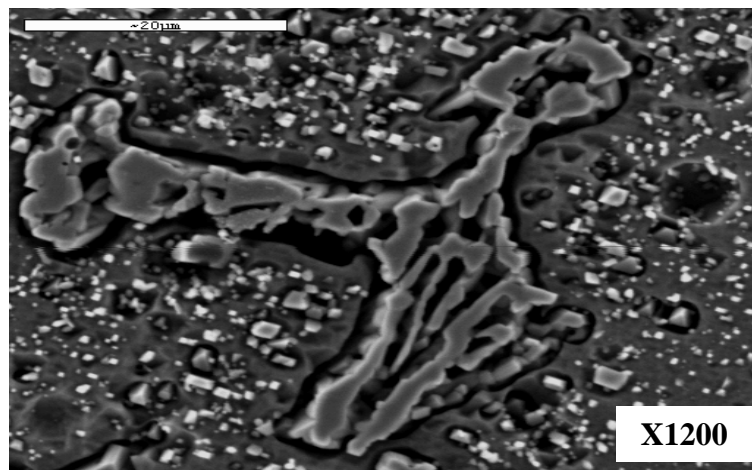
(b)



(c)



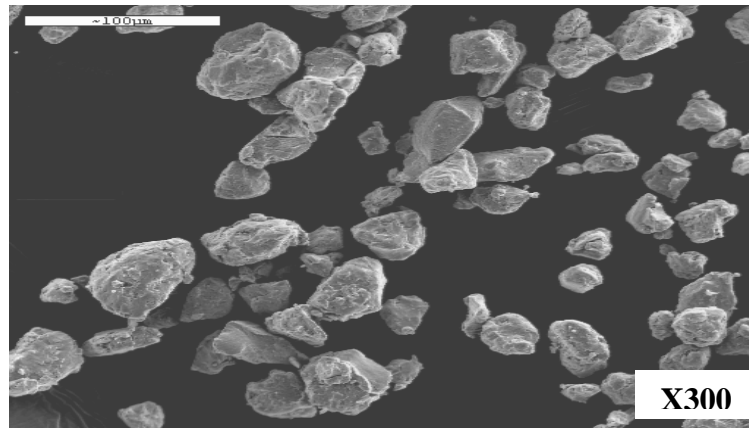
(d)



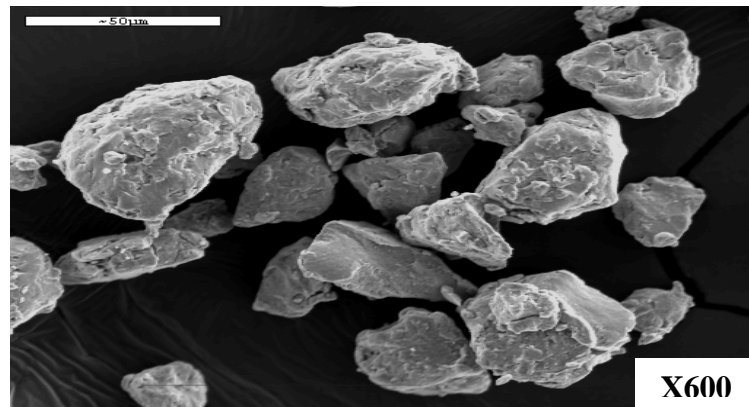
(e)

Figure .17 : Microstructure au MEB de l'alliage de réception à différents grossissement

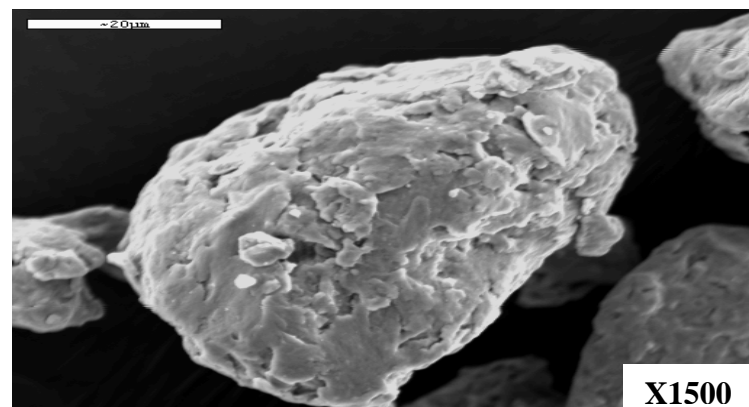
C/ Précipités à différents grossissements



(a)



(b)



(c)

Figure .18 : Précipités à différents grossissements

La microstructure a été observée par microscopie optique après attaque chimique et par MEB sont regroupées aux figures (16,17 et 18). On constate de nombreux gros grains ainsi que des grains plus fins. A plus grande échelle, la microstructure semble homogène : on n'observe pas de vaste zone où seule une des deux populations est présente exclusivement.

La microscopie à balayage a permis d'observer les précipités, on remarque que la majorité de ces précipités sont situés à l'intérieur des grains.

5.2. Influence des traitements thermiques

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

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

Par effet d'homogénéisation, elle prépare la matrice à la précipitation uniforme de γ' durant les traitements des revenus. Une série de revenus est ensuite entreprise, pour précipiter et développer les majeures phases de durcissement. Pour la résistance au fluage, la précipitation de γ' se fait entre 840°C-1100°C [29].

Pour les Udimet 500 (alliage proche de notre superalliage) utilisés pour la fabrication des aubes de turbines à gaz, le traitement thermique le plus employé industriellement consiste en une remise en solution à 1150°C pendant 2 heures suivie de deux revenus à 843°C pendant 24 heures et à 703°C pendant 20 heures [30]. Ce type de traitement donne des propriétés optimales de dureté et de résistance à la rupture [29], mais entraîne, d'après [30], une susceptibilité à la corrosion inter granulaire.

Pour remédier à cela, [29] et [30], proposent le traitement suivant : 1075°C / 24 h + 760°C + 871°C / de 2 h à 100 h et concluent que ce traitement produit un minimum de dureté et que cette chute de dureté est en corrélation avec la formation de zones libres de carbures secondaires du type $M_{23}C_6$ ce qui provoque une chute sensible à la tenue à la corrosion inter granulaire.

Tous les traitements ont été conduits dans un four vertical sous atmosphère contrôlée d'argon. Tous d'abord, un recuit de 2h à 1150°C suivi d'une trempe pour figer la solution solide γ . L'huile de silicone est choisie comme liquide de trempe, pour éviter la formation de carbures (avec de l'huile courante) qui peut polluer l'alliage. C'est un recuit de remise en solution dans la matrice austénitique γ des différentes phrases.

Notre matériau, a subi le traitement suivant :

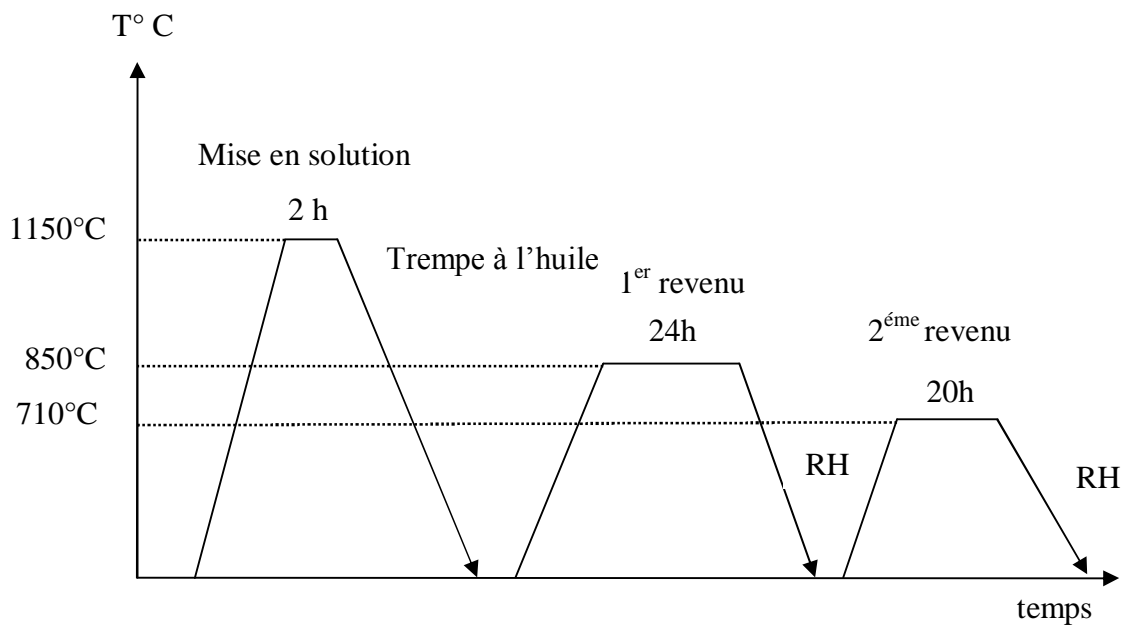


Figure. 19: Procédure de traitement

L'utilisation du microscope optique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains, forme et répartition des précipités, mouvement du joint de grain) durant les traitements thermomécaniques, et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissements.

Au cours de la mise en service du superalliage, sous l'effet de la température et de la contrainte appliquées sur de longues durées, la microstructure de précipitation n'est pas stable et évolue. Ce phénomène, appelé vieillissement, joue un rôle très important dans ce type de matériaux. Il peut modifier les propriétés mécaniques des matériaux et même diminuer leur résistance au fluage et leur durée de vie.

5.2.1 Microstructures

Les échantillons ont été prélevés après chaque étape du traitement thermique dans le but de voir l'effet de ce dernier sur la structure et la microstructure. Après attaque chimique de 1 à 2 minutes dans un mélange KALLING. Les microstructures obtenues sont présentées sur les figures (23, 24, 25 et 26).

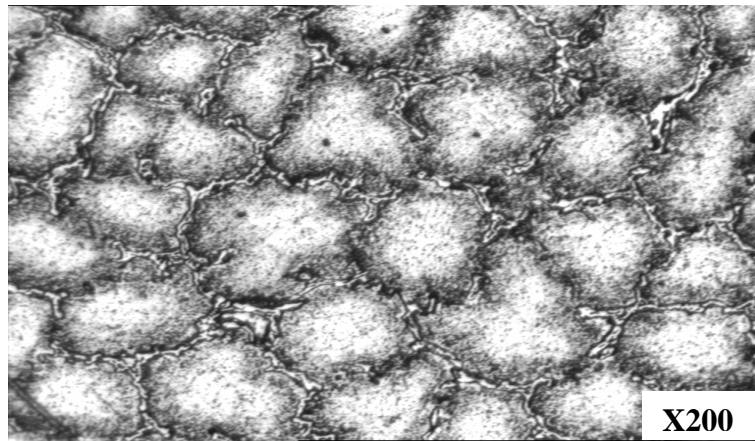
Etapes de polissage	Support	M.OPTIQUE
I	Papier SiC de grade 60 à 1200	
II	Pate diamanté 1 μ	Une finition miroir
Attaque	Solution KALLING <ul style="list-style-type: none"> ▪ 100 ml d'éthanol ▪ 100 ml de HCL ▪ 5g de CuCL₂ 	Agitation périodique 1 à 2 min

Tab.09 : Étapes du traitement thermique

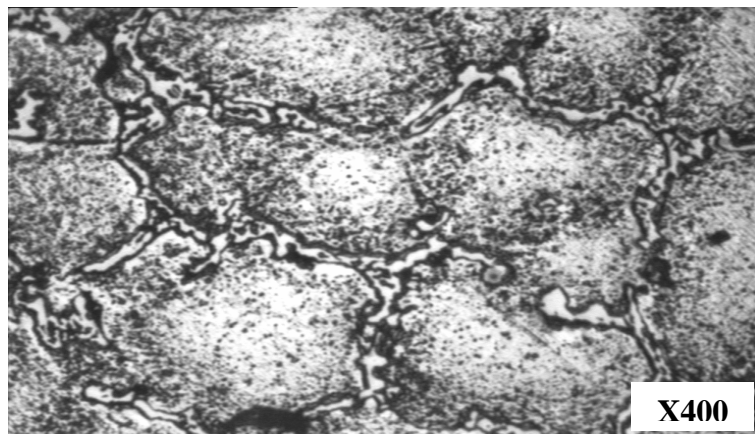


Figure.20 : Photographie de la polisseuse

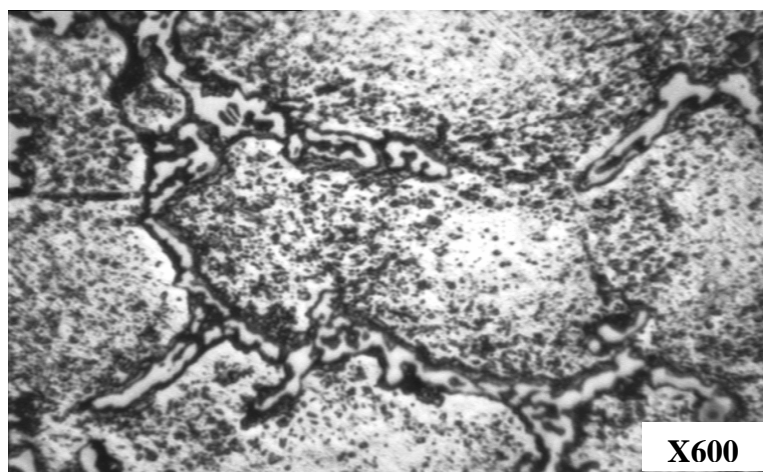
A/ Microstructure après remise en solution par M.O:



(a)



(b)



(c)

Figure .21 : Microstructure de l'alliage après la remise en solution pendant 2 h à 1150°C à différent grossissement

CHAPITRE III

Partie 3

Corrosion Sèche et/ou L'oxydation

Introduction :

La corrosion est un phénomène d'une très grande importance économique. La corrosion dans les milieux industriels constitue un des principaux facteurs limitant la durée de vie des matériaux, occasionnant de nombreux frais de remplacement et des pertes de productivité ce qui pénalise fortement de nombreux secteurs de l'industrie.

En utilisation, dans le milieu industriel, il est bien courant d'assister à une corrosion alors que dans le même temps des contraintes sont appliquées ou générées au niveau des matériaux.

C'est un enjeu technologique et économique que de prévenir et de maîtriser les dégradations résultant de la réactivité à haute température des matériaux avec leur environnement (chimique, mécanique, thermique, etc.).

Des essais ont été faits dans le but de permettre de prédire, dans un temps relativement court, le comportement des matériaux exposés à des conditions d'utilisation particulièrement agressives.

Les essais de corrosion doivent être effectués dans le contexte réel d'utilisation et/ou au laboratoire dans un contexte simulant le plus fidèlement possible le milieu industriel.

Dans notre travail, on s'est intéressé à étudier :

- 1) L'effet de la température, du temps et de l'atmosphère sur l'évolution de la structure du matériau.
- 2) La cinétique d'oxydation

1. Corrosion à haute température

Le milieu dans lequel notre alliage travaille est appelé corrosion à haute température. La corrosion à haute température joue un rôle crucial dans beaucoup de domaines. Cette forme de corrosion est très importante dans le domaine de l'aéronautique. On retrouve la corrosion à haute température aussi dans les installations techniques pour l'industrie chimique et pétrochimique.

La **corrosion à haute température** est la dégradation des matériaux par l'environnement à haute température (supérieure à 500°C) ; c'est un phénomène complexe qui a lieu dans les moteurs, chaudières, réacteurs (ex aubes et disques de turbine ...)

Les gaz de combustion ont en effet une composition complexe du fait de la composition du combustible et de l'air : N_2 , O_2 , CO , CO_2 et H_2O et bien souvent également S_2 , SO_2 , SO_3 , Cl_2 , $NaCl$, et divers oxydes (V_2O_5 ...).

On distingue alors deux types de dégradations :

- la corrosion dite « sèche », qui résulte de l'oxydation du métal par les gaz (O_2 , S_2 , SO_2 , H_2O) ; on parle aussi d'**oxydation à haute température** ;
- et la corrosion dite « chaude », ou « fluxage », qui résulte d'une dissolution de l'oxyde par des sels fondus (Na_2SO_4) et oxydes qui se déposent (il peut aussi y avoir une fusion eutectique). Cet effet ne joue aucun rôle dans notre cas. [40]

1.1. Environnements corrosifs

Les environnements corrosifs rencontrés dans les installations pétrolières sont principalement

- les gaz de combustion (SO_2 , SO_3 , CO , CO_2 , O_2 + sels de vanadium) à haute et basse température dans les fours et chaudières.
- les acides naphthéniques et les acides polythioniques.
- l'hydrogène et l' H_2S sec ou humide à haute et basse température
- l'eau, l'air, l'humidité, les sols, les vapeurs qui se condensent.
- les acides minéraux (HCl , SO_4H_2 , etc ...) et les bases ($NaOH$, NH_4OH , etc ...).
- l'eau de mer ($NaCl$) et l'eau recirculée (bactéries).

1.2. Facteurs de corrosion :

La tenue à la corrosion d'un matériau est en fait conditionnée par le comportement du système métal/environnement. vu la diversité des facteurs de la corrosion on peut les résumer dans le tableau ci-dessous.

Tab .13 : Les différents facteurs de corrosion [41]

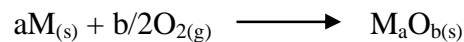
<i>Facteurs liés au matériau</i>	<i>Facteurs liés à la surface</i>	<i>Facteurs liés au milieu</i>
<ul style="list-style-type: none"> - Composition - Structure Cristallographique - Taille de grains - Texture (celle de la surface est différente à celle de l'intérieure) - Etat de déformation - Contrainte résiduelle - Gradient thermique - Appauvrissement ou enrichissement (précipité) aux joints des grains et/ou dans les zones voisines 	<ul style="list-style-type: none"> - Orientation des grains - Film superficiel -Composition de la surface - Précipités et inclusions émergeant en surface - Rugosité - Ségrégation inter-granulaire 	<ul style="list-style-type: none"> - Composition - Teneur en O₂ - Différence d'aération - PH du milieu - Température - Cyclage thermique - Gradient thermique - Agitation et écoulement - Contraintes appliquées statique et dynamique - Bactéries - Complexant - Irradiation

2 .Oxydation à haute température (La corrosion sèche)

La dégradation des matériaux existe lorsque ceux-ci sont en contact avec des gaz à des températures où toute trace d'humidité a disparu. Ce phénomène joue un rôle très important dans les appareils qui fonctionnent à haute température.

Le terme « corrosion sèche » se rapporte à des réactions d'oxydation à l'interface métal/gaz ou métal/vapeur, pour des températures supérieures à 100°C. Les gaz sont soit monomoléculaires soit des mélanges complexes de plusieurs gaz comme par exemple l'oxygène, l'azote, le dioxyde de soufre, le dioxyde de carbone etc. Le cas le plus classique est celui de l'oxydation par l'oxygène ou par un mélange gazeux oxydant .On doit alors tenir compte des réactions de corrosion avec les gaz considérés inoffensifs.C'est ce type de corrosion que nous allons étudier de plus près.

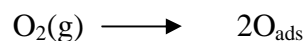
L'oxydation à haute température d'un métal par un gaz oxydant tel que l'oxygène peut apparaître très simple si on ne considère que la réaction globale :



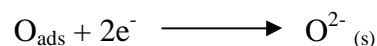
La thermodynamique permet de prévoir les conditions de température et d'activité d'oxygène nécessaires pour que l'oxydation d'un métal ou d'un alliage donné puisse se produire. Ainsi, la variation d'enthalpie libre standard doit être négative pour que l'oxyde se forme. Mais la thermodynamique n'apporte aucune information sur la cinétique de la réaction d'oxydation. La mise en évidence du mécanisme réactionnel passe par la décomposition de la réaction en étapes souvent qualifiées d'élémentaires. Ainsi, la réaction de l'oxygène avec le métal conduit à la formation d'une pellicule superficielle d'oxyde séparant le métal du milieu oxydant. La réaction ne peut se poursuivre que si l'oxygène de l'atmosphère gazeuse peut atteindre le métal, où le métal arriver au contact de cet oxygène. Des phénomènes de diffusion à travers la pellicule d'oxyde ainsi que des transferts aux interfaces doivent donc être envisagés. Ces phénomènes peuvent être résumés de la façon suivante :

(1) Apport de l'oxygène à la surface du métal

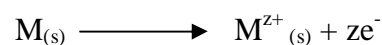
(2) Adsorption des molécules d'oxygène ou du gaz oxydant à la surface et dissociation :



(3) Ionisation de l'oxygène et incorporation au réseau de l'oxyde :

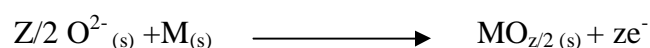


(4) Ionisation du métal à l'interface métal/oxyde et incorporation dans la couche d'oxyde :



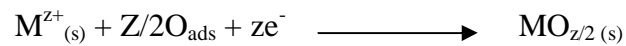
(5) Diffusion des ions oxygène à travers la pellicule d'oxyde vers le substrat métallique.

(6) Formation d'oxyde par réaction de cet oxygène avec le métal à l'interface interne :



(7) Diffusion des cations à travers la pellicule d'oxyde vers l'atmosphère oxydante.

(8) Formation d'oxyde par réaction de ces cations avec l'oxygène à l'interface oxyde/gaz :



Suivant la nature de l'oxyde, les séries 1, 2, 3, 5, 6 et 1, 2, 4, 7, 8 peuvent se produire. Dans le premier cas, l'oxyde est qualifié d'oxyde à croissance anionique alors que dans le deuxième cas, il est qualifié d'oxyde à croissance cationique. Bien sûr, une situation intermédiaire est envisageable, on parle alors d'oxyde à croissance mixte. La cinétique d'oxydation sera gouvernée par le processus de la chaîne dont la constante cinétique est la plus petite. La plupart du temps, les phénomènes de diffusion sont ceux qui possèdent les constantes de cinétique les plus faibles, les processus à l'interface métal/oxyde jouent un rôle important, parfois même primordial vis à vis de l'évolution microstructurale du substrat. [42]

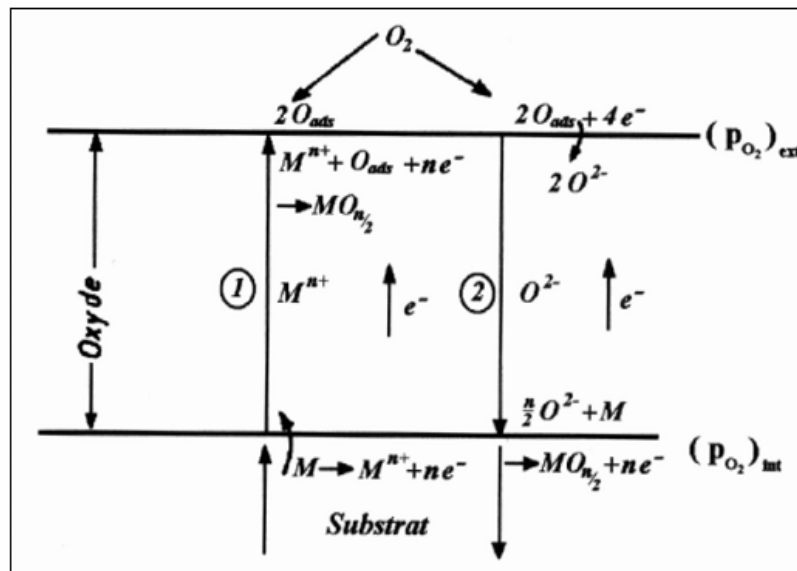


Figure.46 : Schéma du mode de croissance d'une couche d'oxyde. Diffusion des différentes espèces, anionique et/ou cationique [43]

La vitesse de ces différentes réactions déterminera le mécanisme de croissance de la couche ainsi formée et la vitesse globale sera contrôlée par l'étape la plus lente de la chaîne la plus rapide. Cette vitesse dépend bien évidemment de la nature de la couche formée mais aussi d'autres paramètres comme la diffusion dans le substrat métallique sous-jacent de l'espèce métallique la plus oxydable, de la pression partielle d'oxydation, etc....

III. ETUDE EXPERIMENTALE

C. Essais d'oxydation :

Pour caractériser le comportement de notre matériau, des essais d'oxydation isotherme ont été effectués dans des conditions aussi proches de celles d'utilisation.

Dans les conditions d'emploi, dans l'air ou dans d'autres atmosphères comme la cendre riche en soufre, par exemple, les gaz de combustion des hydrocarbures, s'accompagnent en général d'une agression chimique de la surface des produits, c'est-à-dire de corrosion sèche dont l'oxydation est l'exemple le plus fréquent.

1. Méthode de préparation

La démarche suivie a consisté effectuer des essais d'oxydation à différentes températures. Dans un premier temps, étudier le comportement en oxydation afin d'appréhender les mécanismes d'oxydation mis en jeu. Les microstructures obtenues ont ensuite été observées en M.O.

1.1 Tronçonnage

Une tronçonneuse de précision couplée à un disque diamanté a été utilisée pour découper les échantillons pour obtenir une forme parallélépipédique. L'échantillon, que nous avons testé a une surface extérieure d'environ 1 cm².

1.2 Polissage

Pour préparer notre échantillon nous avons commencé avec le polissage. Le polissage est très important pour avoir un échantillon dans un état initial définit pour faire les essais.

L'échantillon (E₁) a été poli sur leurs six faces jusqu'au papier 1200. Cette étape est suivie d'une phase de nettoyage dans un bain d'acétone, puis d'alcool et l'échantillon est enfin séché

2. Essais d'oxydation

Les aubes de turbines doivent résister d'une part à l'oxydation à haute température occasionnée par les gaz de combustion et d'autre part aux phénomènes de corrosion à chaud causés par les sels. Les environnements rencontrés dans la pratique contiennent généralement de l'oxygène. Les gaz de combustion sont riches en oxygène et en soufre. Dans ces deux cas il peut y avoir de la corrosion.

Afin de suivre l'évolution du comportement à l'oxydation des 02 échantillons (E_1 , E_2) qui ont été préparés ; on a procédé aux essais d'oxydation :

- l'échantillon (E_1) a subi une oxydation dans un four à haute température (700°C, 850°C) sous air
- l'autre échantillon (E_2) a été émergé dans un mélange de cendre riche en soufre, en suivant la procédure suivante : l'échantillon est partiellement immergé dans un creuset contenant un mélange de cendres dont la composition pondérale est la suivante:
4,3 % Na_2SO_4 + 22,7 % CaSO_4 + 22,3 % Fe_2O_3 + 20,6 % ZnSO_4 + 10,4 % K_2SO_4 + 2,8 % MgO + 6,5 % Al_2O_3 + 10,4 % SiO_2 (Un mélange d'air + 0,15 % SO_2 en volume passe à travers le mélange de cendres.)[46]

Cet environnement est représentatif de l'environnement très agressif des gaz de combustion de certaines turbines industrielles. Pour quantifier les effets du soufre sur l'oxydation.

Ces essais de corrosion à chaud ont été réalisés à des températures de 700 °C et 850°C pendant 2h, 6h et 24 h.

Chaque échantillon subit une série de pesée, avec une balance de précision (10^{-5}) de marque (Kern 770) avant et après l'introduction dans le four ; figure au dessous.



Figure.47: Photographie de la balance électronique (Kern 770)

Les échantillons sont oxydés dans le four à l'air dans la gamme de températures comprises entre 700 °C et 850 °C. Après l'oxydation les échantillons sont refroidis dans le four fermé sous air jusqu'à la température ambiante. Les durées d'oxydation varient entre 2 heures, 6 heures et 24 heures.

3. Techniques d'observation de la structure

A / Microscope optique

L'examen de la microstructure des couches d'oxydes a été réalisé à l'aide d'un microscope optique du type Leica / DMLM

4. Résultats

Les essais d'oxydation ont été effectués :

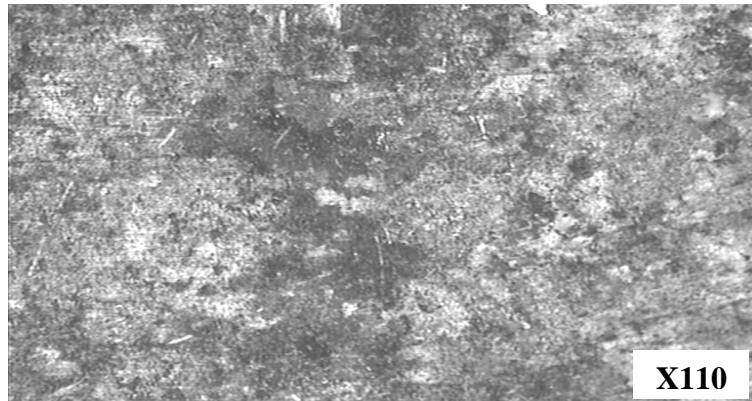
- ❖ Dans différentes atmosphères (oxydation à l'air, oxydation par la cendre)
- ❖ A différentes températures : 700°C et 850°C
- ❖ Et à différent temps : 2h, 6h et 24 h

Les micrographies illustrant la diversité des Morphologies des couches d'oxydes formées lors de l'oxydation obtenues au microscope optique (Figure.48).

Figure. 48 : Morphologie des couches d'oxydes formées (MO) à 700 et 850° C

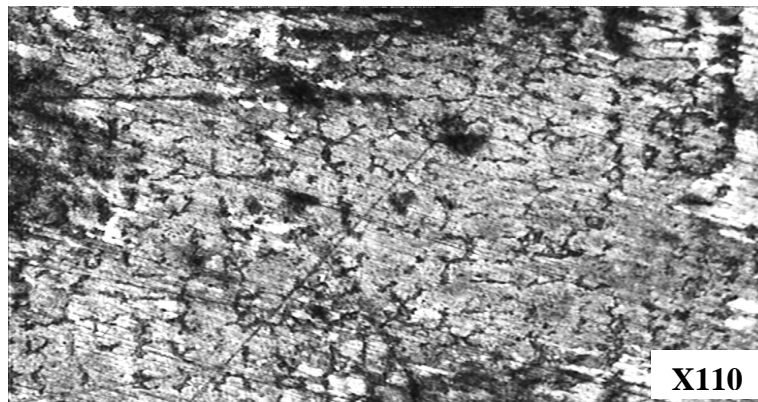
4.1. Oxydation à la T° 700° C pendant 2 heures

❖ par l'O₂



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₁

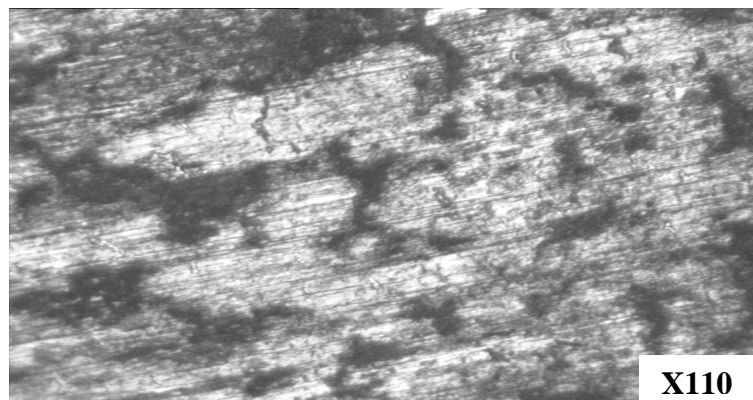
❖ par la cendre :



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₂

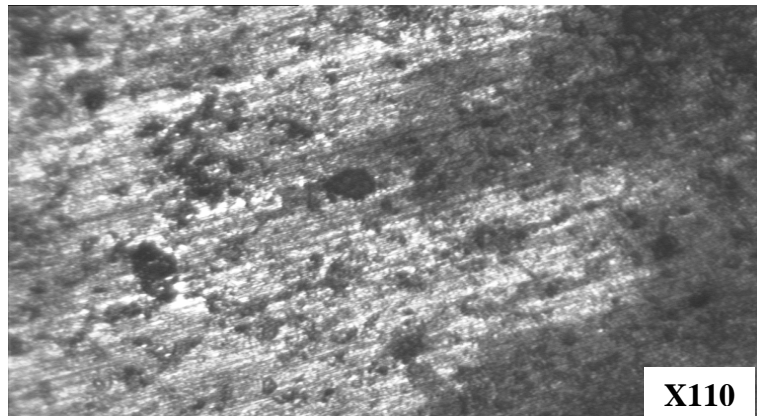
4.2. Oxydation à la T° 700° C pendant 6 heures

❖ par l'O₂



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₁

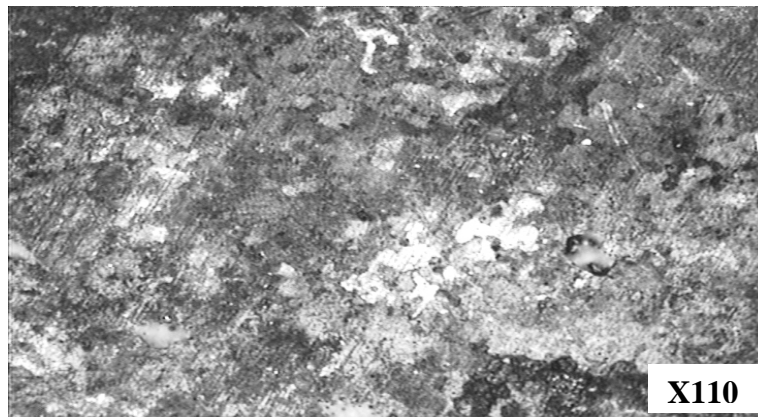
❖ par la cendre



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₂

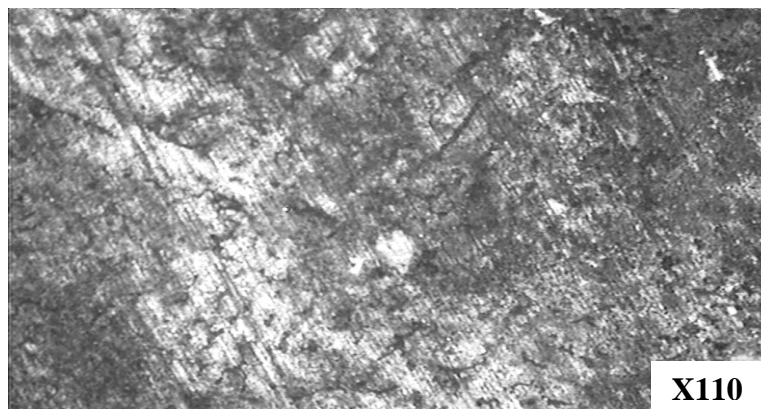
4.3. Oxydation à la T° : 700°C pendant 24 heures

❖ par l'O₂



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₁

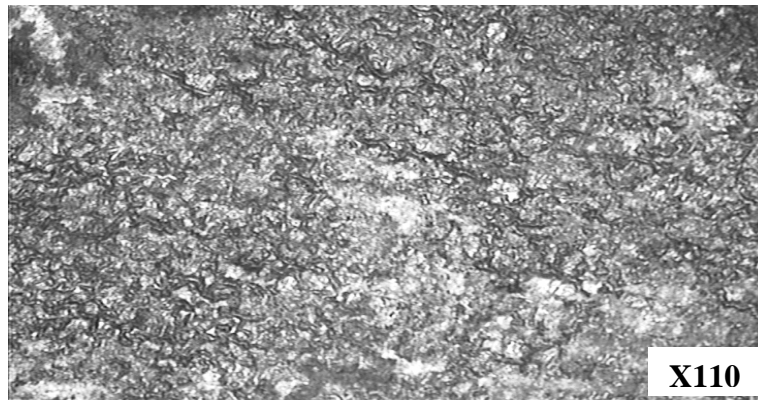
❖ par la cendre



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₂

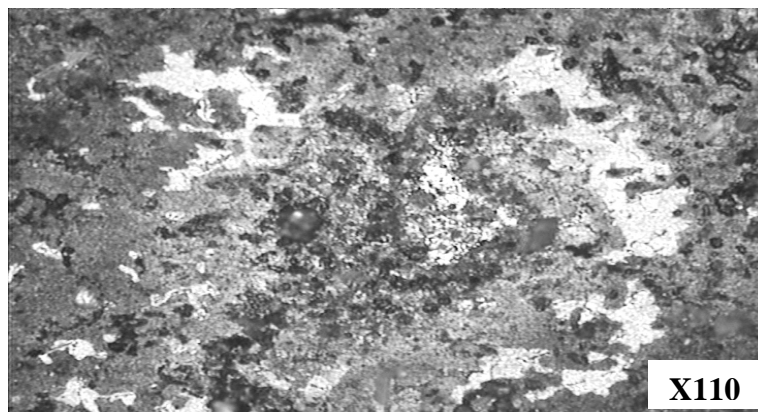
4.4. Oxydation à la $T^\circ : 850^\circ\text{C}$ pendant 2 heures

❖ par l' O_2



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E_1

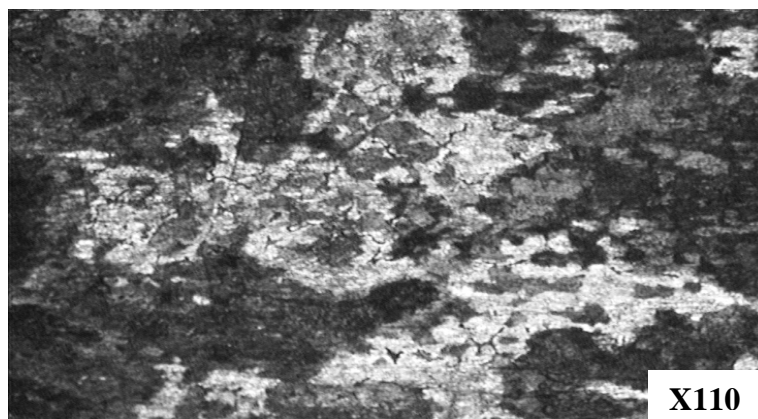
❖ par la cendre



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E_2

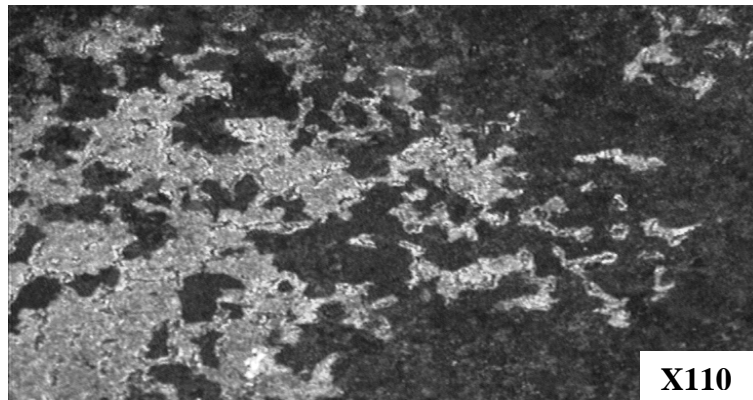
4.5. Oxydation à la $T^\circ : 850^\circ\text{C}$ pendant 6 heures

❖ Par l' O_2



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E_1

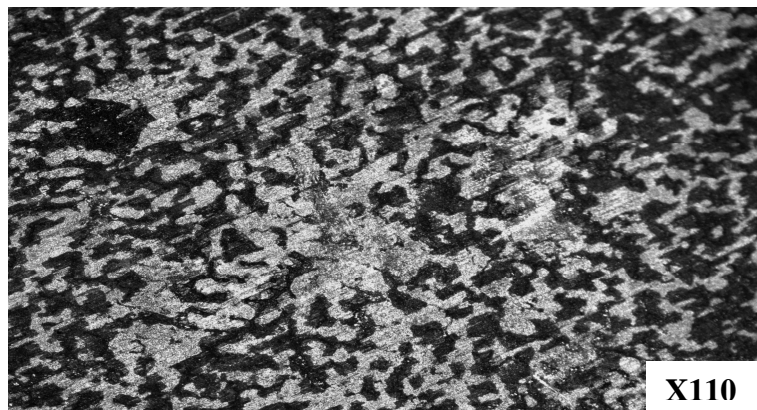
❖ par la cendre



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₂

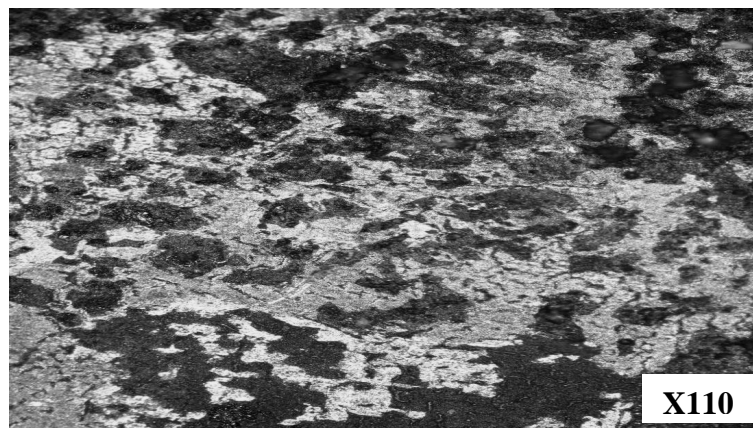
4.6. Oxydation à la T° : 850°C pendant 24 heures

❖ Par l'O₂



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₁

❖ par la cendre



Morphologie de la couche d'oxyde de l'échantillon E₂

CHAPITRE III

Partie 2

Calcul de la Loi du Fluage

III. INTRODUCTION

Ce chapitre présente les résultats des essais de fluage ainsi que le modèle de calcul de la loi de fluage réalisés sur les superalliages à base de nickel riche en cobalt.

Les essais de fluage décrits dans ce chapitre ont été menés dans le cadre d'un mémoire de Magister déjà soutenu. Le choix des températures et des contraintes appliquées en fluage a été fait en fonction du cahier des charges des aubes de turbine à gaz utilisée dans l'industrie pétrochimique à In Amenas.

La gamme de contraintes et de température choisie conduit ainsi à des essais dont la durée est comprise entre une dizaine d'heures et 3000 heures :

- à 700°C, les contraintes sont comprises entre 600 MPa et 750 MPa,
- à 750°C, les contraintes sont comprises entre 490 MPa et 650 MPa

1. MODELISATION

Pour modéliser le fluage, deux approches sont envisageables :

- La première consiste à développer un modèle permettant de reproduire au mieux l'évolution d'une variable mesurable. Cette approche appelée **empirique** est mise en oeuvre en ajustant une fonction mathématique sur des points expérimentaux. Ce type de modèle permet généralement de bien décrire le comportement des métaux dans les conditions expérimentales étudiées et s'intègre bien aux codes de calcul. Cependant, toute possibilité d'interprétation du comportement par des mécanismes physiques reste limitée.
- La deuxième approche possible est l'approche dite **physique** qui consiste à proposer une loi de comportement légitimée par des considérations ou théories physiques. Les modèles développés dans ce cadre mettent en équation des mécanismes physiques, ce qui offre la possibilité de prédire le comportement du matériau lorsque les conditions expérimentales changent, voire lorsque l'état métallurgique du matériau est légèrement différent.

Il existe également des modèles qualifiés de **semi-empiriques** pour lesquels l'ajustement des paramètres se fait sur une fonction dont la forme est calquée sur une loi physique. Ces modèles permettent d'émettre certaines hypothèses générales sur les mécanismes de déformation.

Dans le cas de notre étude c'est à partir des essais de fluage faits dans le cadre d'un Magister déjà soutenus que nous allons proposer un modèle semi- empirique pour donner un sens physique aux mécanismes qui régissent la déformation plastique surtout dans le domaine de fluage secondaire.

2. ANALYSE DES COURBES DE FLUAGE

Les essais sont réalisés à des températures comprises entre 650 et 750°C pour des contraintes allant de 490 à 750 MPa [25]. L'ensemble des conditions expérimentales sont rapportées sur les courbes ayant en ordonnées la déformation et en abscisse le temps, ainsi que la vitesse de fluage en fonction du temps.

Dans le cas général, une courbe de fluage présente 2 stades (fig 34, 35, 36 , 37 et 38) :

- La déformation instantanée sous l'effet de l'application de la charge : Dans ces expériences, la mise en charge est lente et la déformation peut être enregistrée en fonction du temps jusqu'à l'obtention de la contrainte souhaitée. Cette courbe de compression à vitesse monotone permet de situer la contrainte de fluage par rapport à la limite élastique macroscopique.

- Le fluage primaire ou transitoire, pendant lequel la vitesse de fluage décroît continûment.
- Le fluage secondaire ou stationnaire, caractérisé par une vitesse de fluage constante.
- Le fluage tertiaire, pendant lequel la vitesse de fluage croît de façon continue jusqu'à rupture.

Les figures (34, 35, 36, 37 et 38) représentent l'ensemble des essais de fluage dans un graphique où la déformation est en ordonnée, et le temps en abscisse.

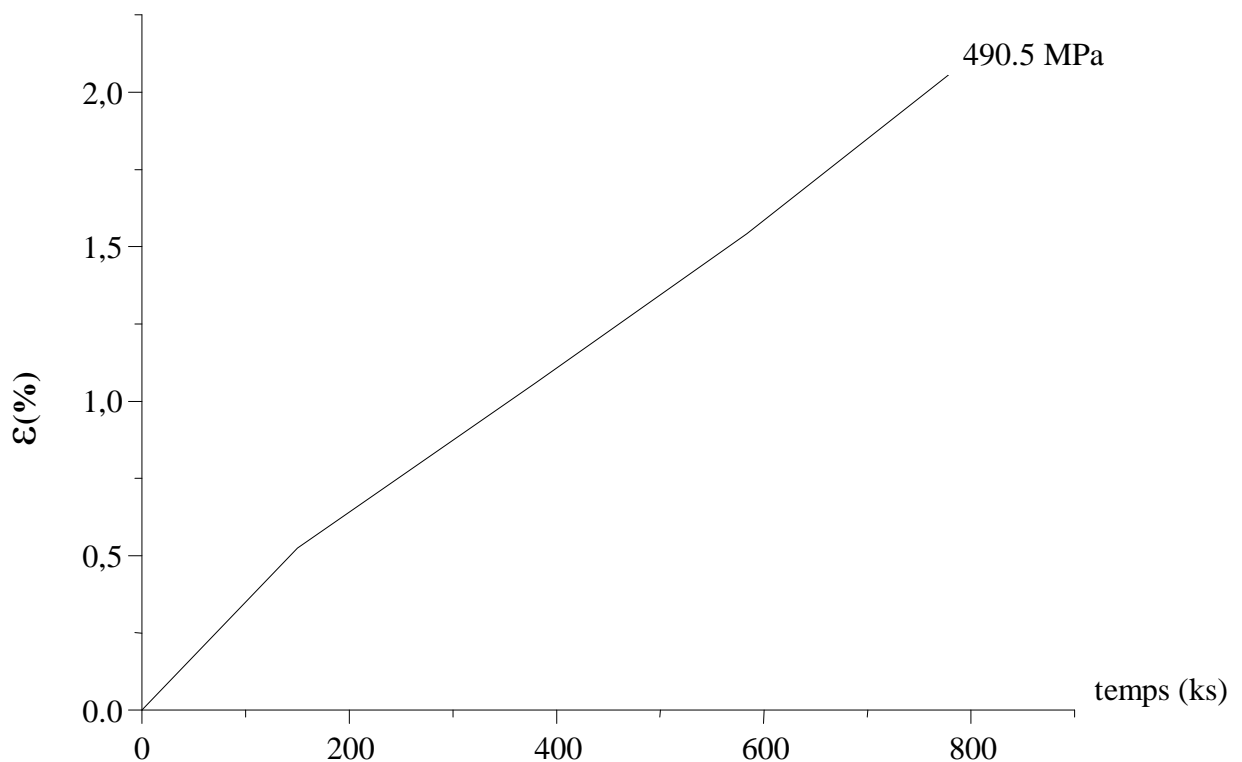


Figure.34 : La déformation (%) en fonction du temps à 750°C pour σ 490.5 MPa

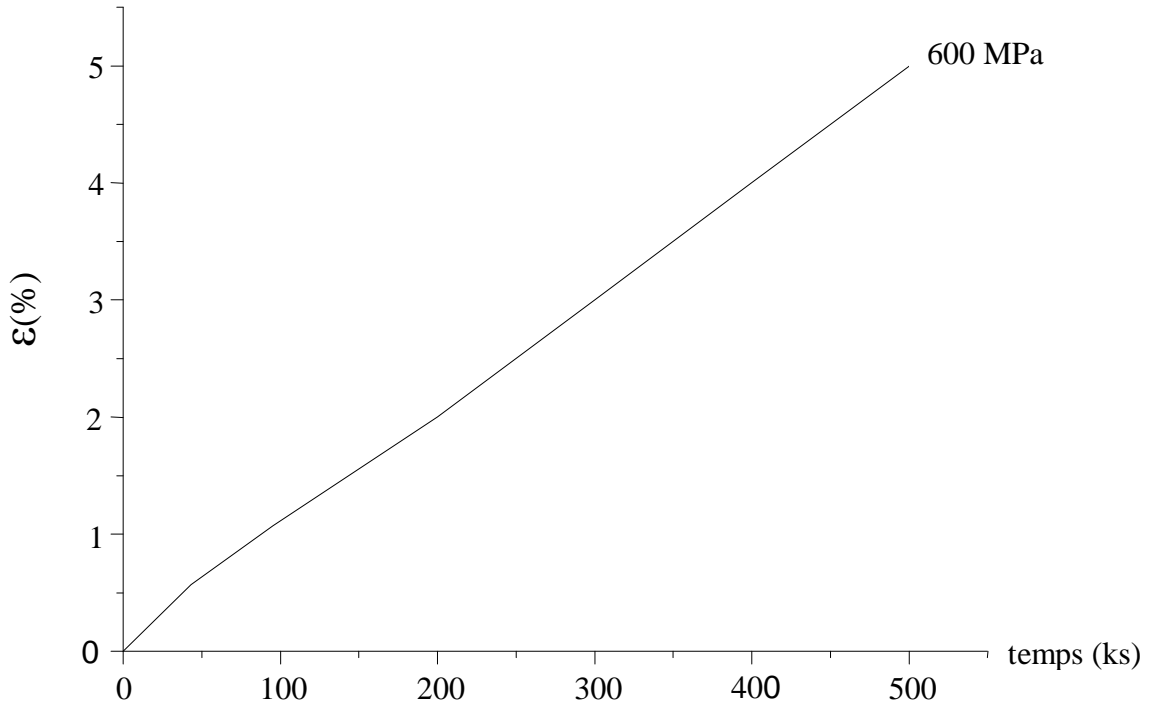


Figure.35 : La déformation (%) en fonction du temps à 750°C pour σ 600 MPa

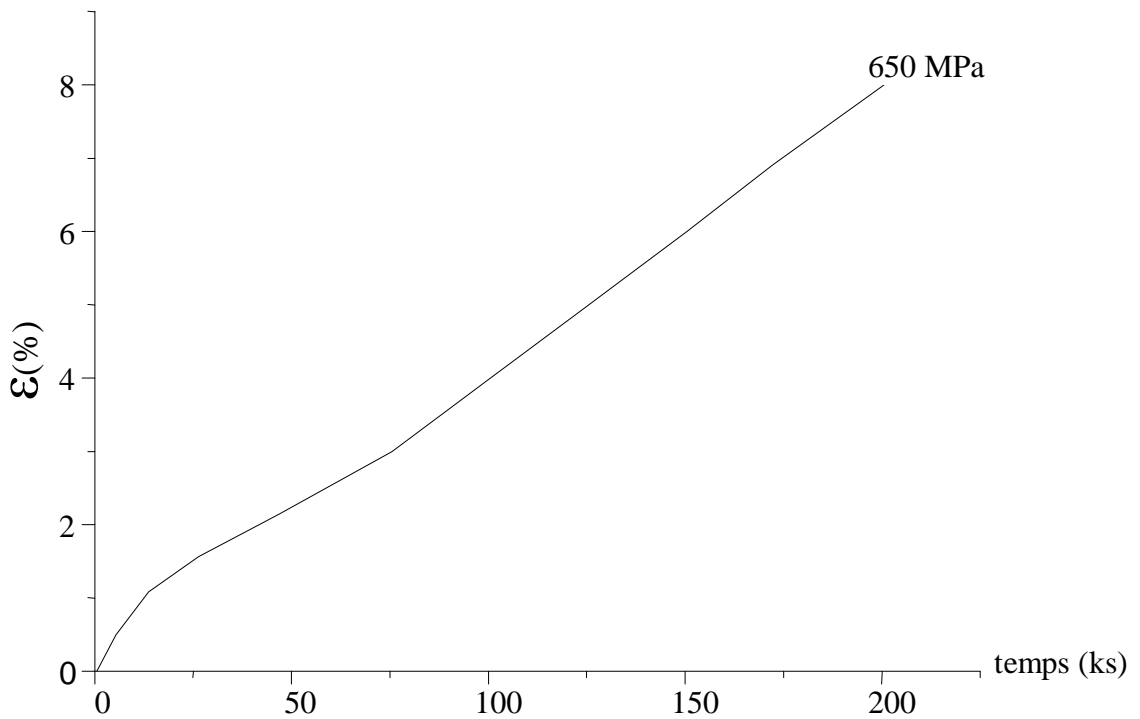


Figure.36: La déformation (%) en fonction du temps à 750°C pour σ 650 MPa

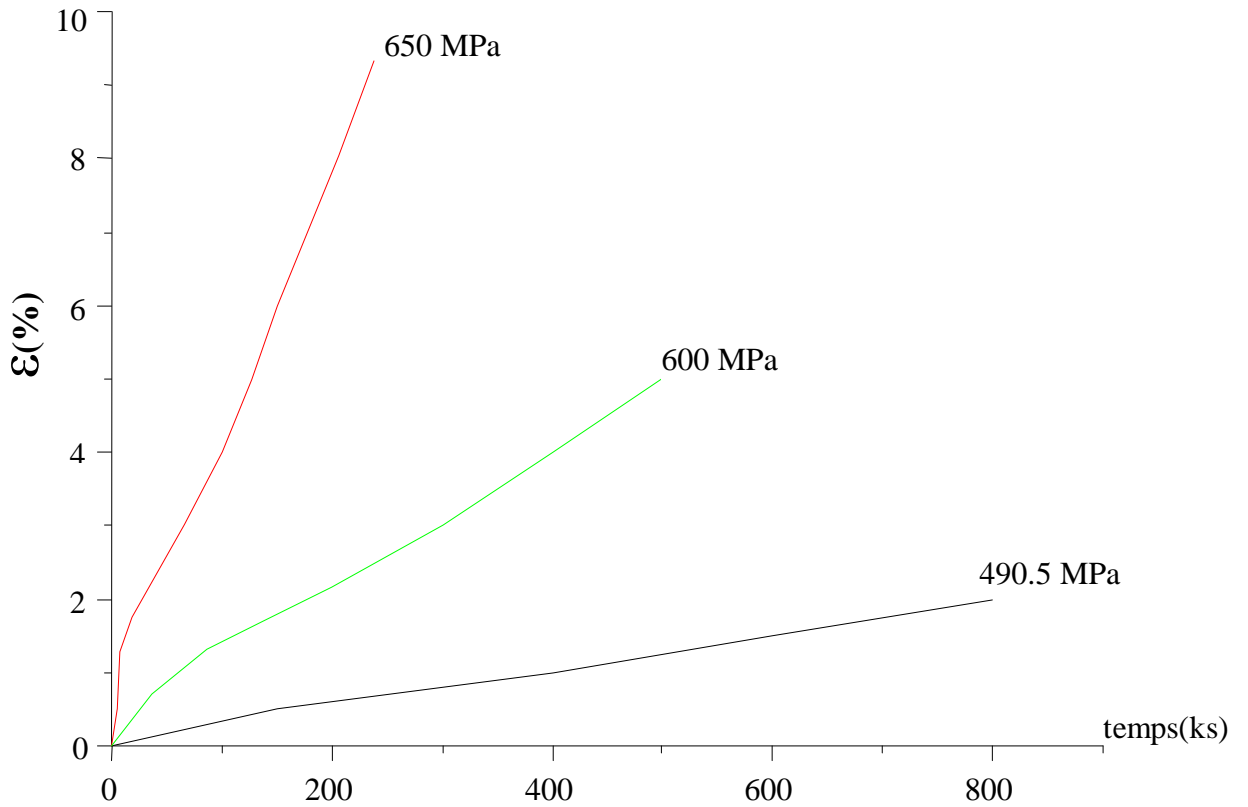


Figure.37: La déformation de fluage (%) en fonction du temps à 750° C

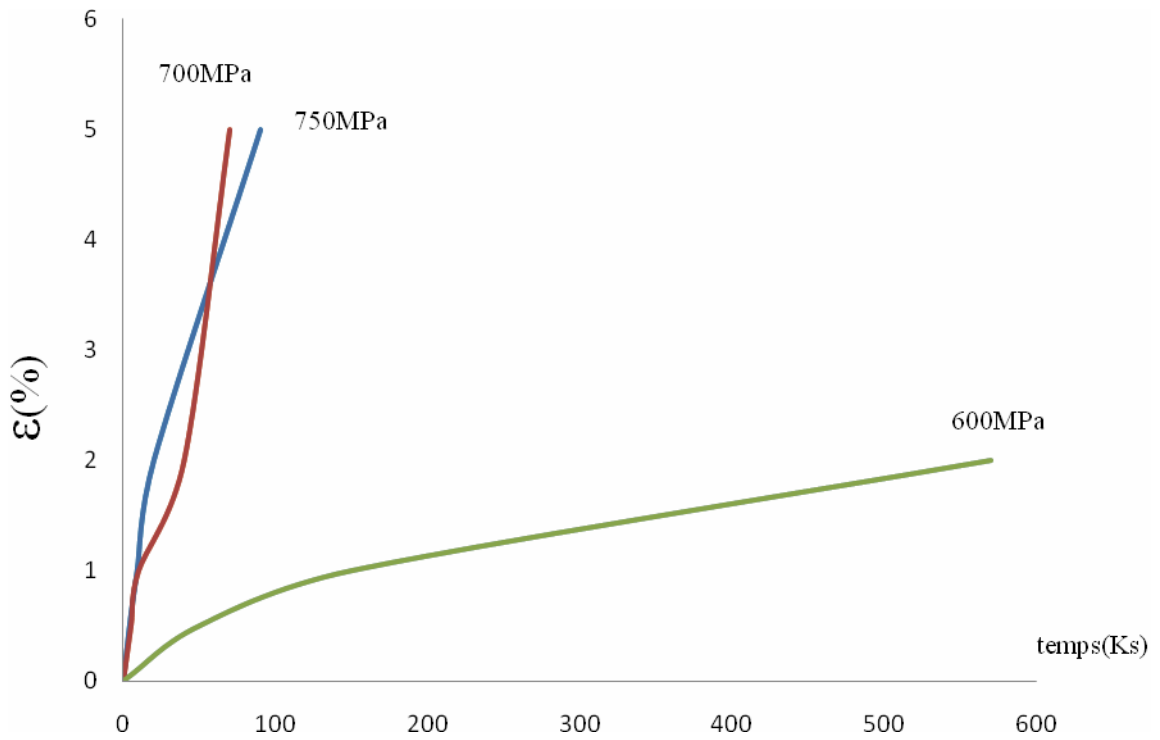


Figure.38: La déformation de fluage (%) en fonction du temps à 700° C

Les essais ont toujours été interrompus en fin de fluage stationnaire ou au début de fluage tertiaire.

Notons que les processus microscopiques du fluage restauration que nous étudions (mouvement des dislocations, restauration) ne sont pas différents dans les divers stades, en particulier dans le fluage transitoire et le fluage stationnaire, mais que l'équilibre dynamique entre l'écroutissage et la restauration n'est atteint que dans le fluage stationnaire.

L'existence d'un état stationnaire, en toute rigueur, n'est pas certain. La vitesse de fluage caractéristique de l'essai devrait être mesurée à microstructure constante, c'est à dire, soit pour une valeur de déformation déterminée, soit au bout d'une durée déterminée de fluage.

En pratique, la vitesse de fluage varie de façon imperceptible au bout d'un certain temps. Un état quasi- stationnaire est atteint, caractérisé par la vitesse de fluage $\dot{\epsilon}_{st}$. Cette valeur, appelée vitesse de fluage stationnaire ou vitesse de fluage minimale selon les auteurs, est celle que nous étudierons dans la suite, comme dans la plupart des publications.

Les couples de points ($\dot{\epsilon}$, t) sont portées par l'ordinateur sur un graphique. Un domaine dans lequel $\dot{\epsilon}$ semble minimal est constant est estimé. L'ordinateur calcule la moyenne des valeurs dans ce domaine. Les limites du domaine sont changées et la moyenne de $\dot{\epsilon}$ à nouveau calculée. La valeur de $\dot{\epsilon}_{st}$ retenue est la valeur la plus faible associée à l'erreur la plus faible. La dispersion autour des plus faibles valeurs de $\dot{\epsilon}_{st}$ est de 1.10^{-8} s^{-1} .

La température à proximité de l'échantillon est contrôlée en permanence pendant l'essai. Une dérive de 1 à 2°C peut être observée pendant les essais les plus long (soit 2 à 3 jour), l'essai considéré est celui qui correspond au minimum de $\dot{\epsilon}_{st}$, l'erreur est estimée à 0,5°C.

3. Evolution de la vitesse de déformation à 750°C

Le graphique des figures (39, 40 et 41) représentent la vitesse de déformation en fonction du temps pour l'ensemble des essais réalisés à 750°C.

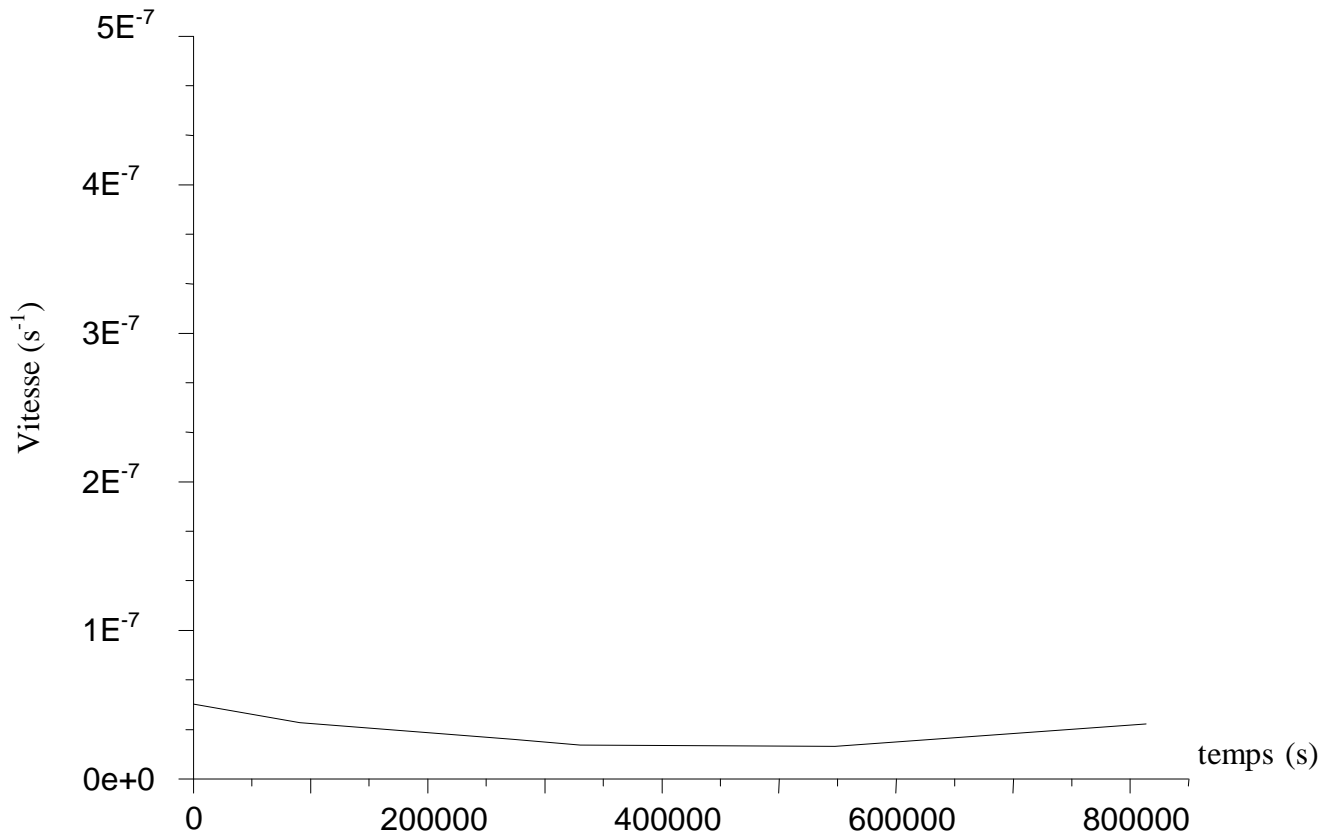


Figure .39 : Vitesse de fluage à 490.5 MPa et T 750°C

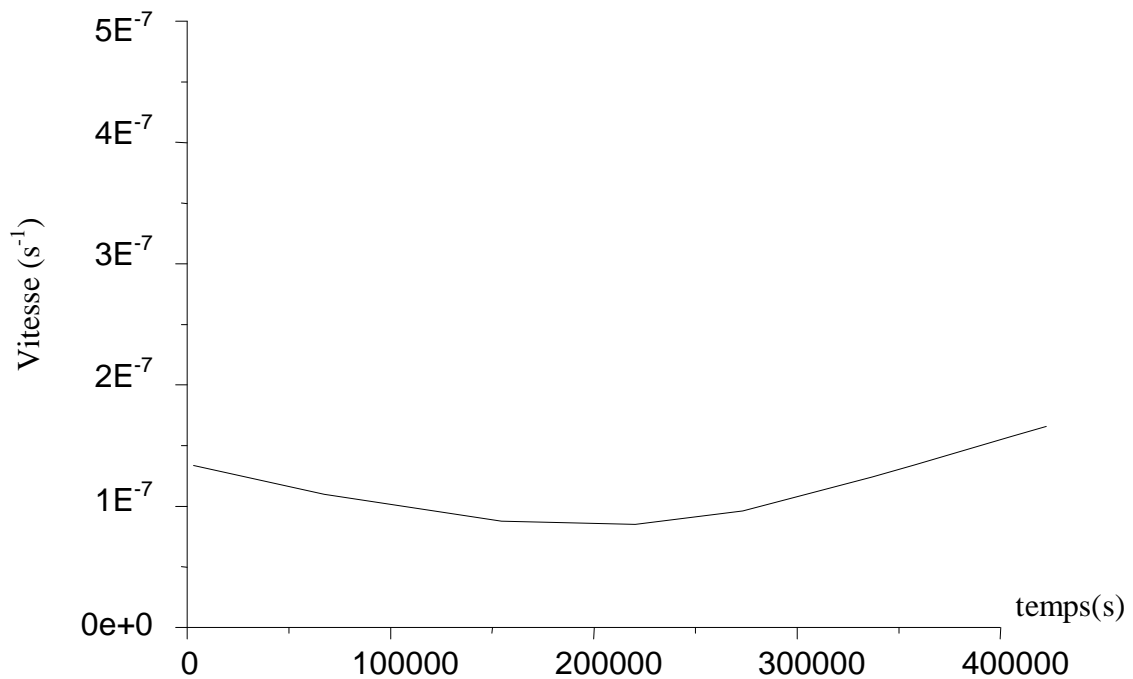


Figure. 40: Vitesse de fluage à 600 MPa et 750°C

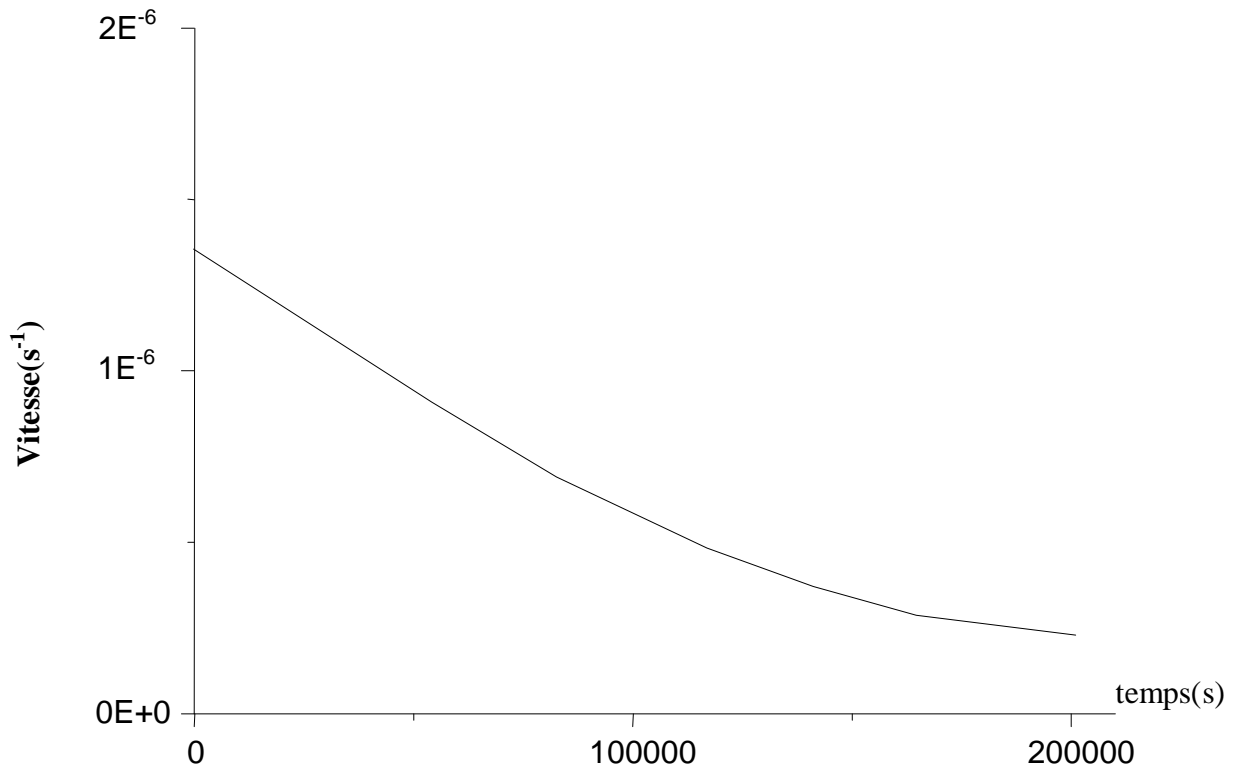


Figure.41: Vitesse de fluage à 650 MPa et 750°C

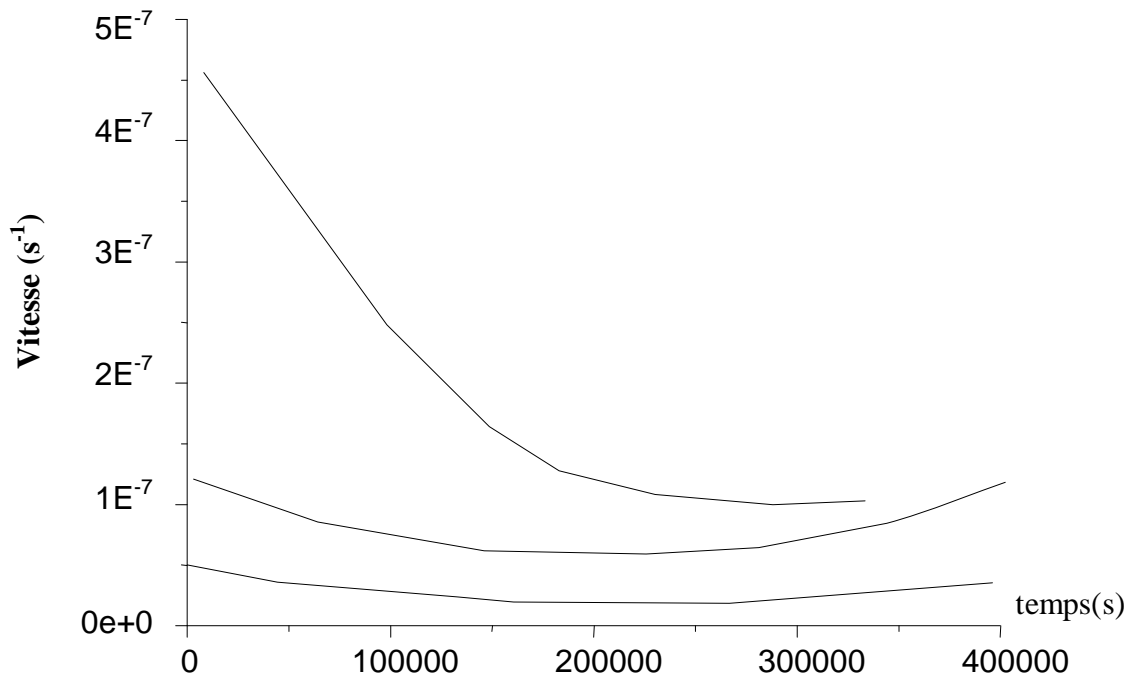


Figure.42 : Vitesse de fluage à 750°C

4. EXPLOITATION DES RESULTATS

Chaque échantillon, porté à une contrainte constante σ sous une température T, fournit une courbe de fluage $\varepsilon = f(t)$ dont il est tiré une valeur de la vitesse de fluage stationnaire $\dot{\varepsilon}_{st}$. Il nous reste maintenant à étudier semi-empiriquement l'effet des paramètres importants de la déformation à haute température ($T > 0,5 T_f$), c'est-à-dire la température et la contrainte.

4.1. Effets de la température : Mesure de l'énergie d'activation de fluage "Q_{fl}"

Du fait que la vitesse de déformation est thermiquement activée, on peut l'exprimer par une relation simple d'Arrhenius :

$$\dot{\varepsilon}_{st} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left[\frac{-Q_{fl}}{RT}\right] \dots\dots\dots(6)$$

$$Q_{fl} = -R \left[\frac{\partial(\log_{10} \dot{\varepsilon}_{st})}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} \right] \dots\dots\dots(7)$$

Q_{fl} est la pente de la droite obtenue en portant $\log_{10} \dot{\varepsilon}_{st} = f(10^3/T)$, pour une contrainte donnée. Les valeurs des constantes $\dot{\varepsilon}_0$ (facteur préexponentiel) est une constante caractéristique du matériau et Q_{fl} est calculées par la méthode des moindres carrés.

4.2. Effet de la contrainte : Détermination du coefficient de sensibilité à la contrainte "n"

La vitesse de déformation d'un grand nombre de métaux et alliages sollicités à haute température dépend de la contrainte suivant une loi du type :

$$\dot{\varepsilon}_{st} \propto \sigma^n$$

Les résultats peuvent être reportés sous la forme d'un diagramme $\log_{10}(\dot{\varepsilon}_{st}) - \log_{10}(\sigma)$. A chaque température correspond une droite de pente:

$$n = \left[\frac{\partial(\log_{10} \dot{\varepsilon}_{st})}{\partial(\log_{10} \sigma)} \right]_T \dots\dots\dots(8)$$

que nous appellerons : sensibilité à la contrainte.

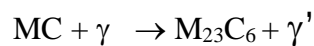
Conclusion

Conclusion :

La découverte des vertus de résistance à la corrosion de la matrice austénitique γ (CFC) et des possibilités de durcissement structurale à contribué au développement des superalliages pour les applications nécessitant une haute résistance mécanique souvent définie comme une bonne tenue en fluage, fatigue et oxydation à haute température.

Les superalliages doivent leur dureté à chaud à la présence d'une forte fraction volumique (de l'ordre de 60%) de précipité γ' (CFC) du type $(\text{Ni, Co})_3(\text{Al, Ti})$ dans une matrice γ (CFC également) à base de nickel, parfois de cobalt, et généralement riche en Cr, Co, Mo et Ti en solution solide. D'autres précipités, carbures primaires MC (TiC, NbC) et secondaires M_{23}C_6 (Cr_{23}C_6), se répartissent dans les grains et les joints de grains.

Pendant le service à haute température les différents carbures se décomposent suivant :



La structure et la microstructure des superalliages dépendent beaucoup des traitements thermiques appliqués. Le choix d'un type de traitement conditionnant les propriétés (dureté, résistance à la rupture et à la corrosion). Nous avons choisi deux traitements thermiques, le premier standard pour les alliages type Inconel X750 utilisé pour la fabrication des aubes de turbine à gaz. Il consiste en une remise en solution à 1150°C pendant 2 heures terminée par une trempe à l'huile suivie de 2 revenus à 843°C / 24h et à 703°C / 20h, tous deux terminés par une trempe à l'huile également. D'après la bibliographie ce type de traitement donne des propriétés optimales de dureté et de résistance à la rupture mais entraîne une susceptibilité à la corrosion intergranulaire. Des échantillons ont été prélevés après chaque étape du traitement dans le but de voir l'effet de ce dernier sur la structure et la microstructure. L'analyse au MEB de nos échantillons à donné une composition chimique très riche en Ni ($\approx 42\%$) et en Co ($\approx 30\%$) en plus d'autres éléments entrant dans la composition des superalliages usuels.

Les superalliages riches en Co (famille des Udimet) ont un traitement thermique standard qui consiste en une remise en solution à 1150°C / 4h suivie de trois revenus à 1080°C / 4h et à 843°C / 24h et à 760°C / 16h. Ce deuxième traitement à été appliqué surtout pour les échantillons destinés aux essais de fluage.

Bibliographies

Bibliographies :

- [01] Encyclopaedia Universalis Vol.13-676c et Vol.16-412b (1977)
- [02] Turbine à gaz. Un article de Wikipédia, l'encyclopédie libre.
- [03] Christian Herrou. Description et fonctionnement d'une turbine à gaz. Guerre et Commerce N°49 Mai/Juin (1997) "Les turbines à gaz"
- [04] H. Burlet, "Technologie des turbines à gaz, recueil des communications de la conférence SFEN, ", (2002)
- [05] Turbine" Encyclopédie Microsoft Encarta en ligne, (2007).
- [06] R. Couturier, J. Calapez, N. Scheer, H. Rantala, "Materials for Turbine: Final Report-Livrable RCGMA-R7", CEA, DTEN/DL/2005/013, (2005).
- [07] Article INFO-CARMA N°12 MARS (2000).
- [08] Rapport " Dimensionnement d'une chambre de combustion». Brice AMRAM, Grégoire CHATILLON, Yvan CHIROL, et al.
- [09]Article "Introduction aux superalliages"(2007).
- [10] HONNORAT (Y.). Les superalliages de nickel, clef des technologies à haute température. Annales des Mines, (1985).
- [11] BOESCH (W.J.) et CANADA (H.B.). – Precipitations reactions and stability of Ni₃Nb Inconel 718 alloy. Seven spring International symposium structural stability in superalloys.
- [12] S. Raujol, "Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine", Thèse Insa Toulouse, (2004).
- [13] S. Dubiez, "Comportement et endommagement en fluage d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud", CEA Grenoble, Note technique DTEN/DL/2002/116, (2002).
- [14] SOFIANE TERZI "Influence de l'histoire thermomécanique sur les propriétés à haute température d'un superalliage pour disque de turbine élaboré par métallurgie des poudres"Thèse de doctorat INP Toulouse (CEA Grenoble), (2006).
- [15] Caron Pierre, Blackler Michael et al . "Nickel based superalloy for single crystal turbine blades of industrial turbines"
- [16] Nicolas MARCHAL " Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température de superalliages monocristallins à base de nickel " juin (2006).
- [17] Claude Mons .Traitements thermiques des superalliages. Technique d'ingénieur M 1165.
- [18] CHAPITRE XV: " FLUAGE " (TD).