



**Séminaire : Formation et évolution des
microstructures**

30 Novembre 2023

Évolution d'un système CMSX4 Plus/revêtement γ - γ' de diffusion en condition de cyclage thermique

Niama Radi¹, Sylvain Dépinoy¹, Charlotte Monteiro¹, Amar Saboundji², Vincent Maurel¹

¹ MINES Paris, Université PSL, MAT - Centre des Matériaux, CNRS UMR7633, 91003 Evry, France

² Safran Tech, PFX, 171 Boulevard de Valmy, 92700 Colombes, France

Augmenter la température des gaz de combustion dans la chambre de combustion est aujourd'hui le moteur principal du développement de nouvelles technologies protectrices des aubes de turbine et notamment les systèmes de barrières thermiques. Les sous couches métalliques γ - γ' riches en platine représentent un excellent candidat afin d'augmenter la durabilité de ces systèmes en améliorant leur adhérence. En effet, ces revêtements présentent les mêmes phases que le superalliage et assurent par conséquent une homogénéité chimique et un coefficient de dilatation plus proche du substrat [1,2]. Bien que les revêtements γ - γ' fassent l'objet de travaux de recherche depuis presque vingt ans, ceux-ci portent principalement sur le comportement en oxydation à haute température de ces revêtements ainsi qu'à leur élaboration. Cependant, peu d'études s'intéressent à l'évolution microstructurale de ces revêtements [3]. Cette étude vise à décrire et comprendre l'évolution microstructurale d'un système CMSX4+/revêtement γ - γ' de diffusion dans des conditions de cyclage thermique (5 min à 1100°C) par des analyses *ex-situ* et *in-situ* de diffraction des rayons X (DRX), de microscopie électronique à balayage (MEB) et de spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS).

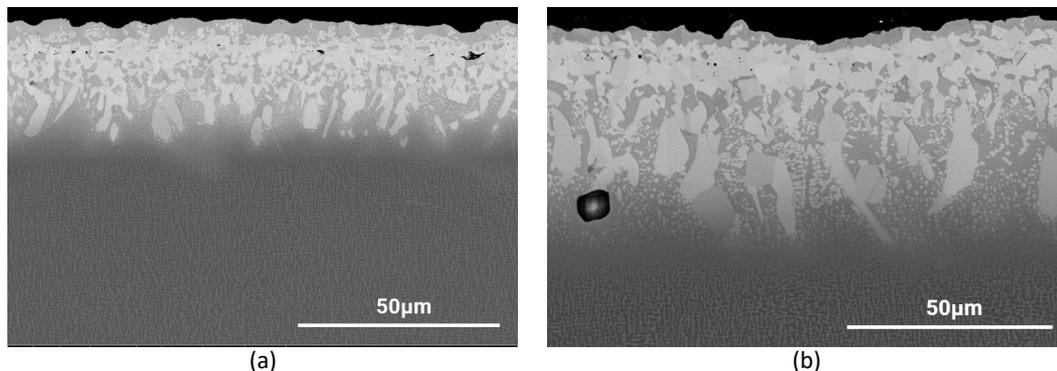


Figure 1 : micrographies en BSE du système après: a) 20 cycles à 1100 °C b) 250 cycles à 1100 °C

L'évolution de la microstructure du système se fait selon deux étapes : pendant les 1000 premiers cycles, la composition chimique du revêtement évolue significativement sous l'effet de la diffusion de l'aluminium et du platine. L'appauvrissement rapide en aluminium au cours des 20 premiers cycles, provoqué par l'oxydation en surface, entraîne la transformation de la couche externe initialement mixte γ - γ' en une couche γ presque pure (Fig.1.a). La couche de surface retrouve sa microstructure biphasée γ - γ' grâce à la stabilisation du flux de diffusion de l'aluminium après 250 cycles. Simultanément, la diffusion du platine vers le substrat induit une croissance des grains γ' ainsi que la précipitation de nouveaux grains γ' dans le substrat (Fig.1.b). La caractérisation par DRX *in-situ* a mis en évidence la différence du comportement à haute température du système de celui à basse température. En effet, une dissolution partielle des précipités γ' se produit pour chaque étape de chauffe entre 900°C et 1100°C et précipite à nouveau pendant l'étape de refroidissement quel que soit le nombre total de cycles. Ceci implique un enrichissement en platine de la phase γ à haute température. Cet enrichissement peut être quantifié grâce à une loi reliant le paramètre de maille de

la phase et sa concentration moyenne en platine. Après un plus grand nombre de cycles (>1000 cycles), la diffusion du platine ralentit et aucune évolution microstructurale notable n'est observée, bien qu'il y ait toujours une croissance des grains γ' riches en platine dans le superalliage.

Une comparaison avec un état vieilli isotherme pour des temps équivalents à haute température suggère une accélération de la diffusion dans le cas du cyclage thermique. De plus, une mise en radeaux a été observée dans le superalliage proche de l'interface superalliage/revêtement pour les échantillons cyclés. Ce phénomène n'a pas été observé pour les échantillons vieillis en condition isotherme, ce qui laisse supposer une forte sollicitation thermomécanique pendant le cyclage. La différence entre ces comportements sera discutée.

Références

- [1] J.P Stacy. *Surface and Coatings Technology*, **2007**, 202, 632-636.
- [2] P. Audigié. *Corrosion Science*, **2018**, 144, 127-135.
- [3] J.A. Haynes. *Surface and Coatings Technology*, **2008**, 203, 413-16.

Évolution de la composition des alliages polycristallins pendant leur oxydation sélective

Thomas Gheno¹

¹DMAS, ONERA, Université Paris Saclay, 92322 Chatillon

Lors de l'oxydation d'un alliage à haute température, la diffusion aux joints de grains de l'alliage peut avoir une influence sur la nature des oxydes formés, et donc sur la durée de vie de la pièce considérée. En accélérant la diffusion des solutés vers la surface, les joints de grains favorisent l'oxydation sélective de l'élément protecteur (chrome ou aluminium le plus souvent). Dès lors, il est souhaitable de considérer la taille et la morphologie des grains lorsque l'on choisit un matériau polycristallin dans une application où la résistance à la corrosion est une propriété importante.

Le rôle des joints de grain se manifeste dans les profils de composition développés en sous-surface, où ils induisent une localisation de l'appauvrissement en élément protecteur. Cette localisation signifie en particulier que l'alliage n'est plus un milieu homogène : l'appauvrissement ne suit plus l'analyse de Wagner [1] et doit être étudié en 3D, ou a minima en 2D. Les fondements du problème {oxydation sélective + diffusion en volume et aux joints de grain de l'alliage} sont connus, et des simulations en 2D ont été réalisées par d'autres auteurs [2-3]. Notre travail vise à étendre ce type d'analyse en étudiant de manière systématique l'effet de la taille de grain sur l'évolution temporelle des profils d'appauvrissement, afin de fournir des indicateurs utiles à la conception de matériaux.

Nous présentons d'abord les caractéristiques générales des profils d'appauvrissement dans les polycristaux, en comparaison avec les monocristaux, à l'aide de simulations 2D par différences finies sur une géométrie simple, et par éléments finis sur une géométrie plus complexe (polycrystal quelconque). Les simulations sont ensuite validées par comparaison avec les profils mesurés dans deux alliages à base de nickel (IN625, Ni-30Cr) oxydés à 1000 °C. Enfin, nous utilisons un jeu de simulations couvrant une large gamme de durées, de températures et de tailles de grain pour identifier les régimes où un modèle 1D peut être employé, soit parce que la diffusion aux joints de grain peut être négligée, soit parce qu'elle produit un front d'appauvrissement uniforme, et ceux où un modèle 2D est nécessaire.

Références :

- [1] C. Wagner, *Journal of the Electrochemical Society*. 99 (1952) 369–380.
- [2] A.N. Hansson, J.H. Hattel, K.V. Dahl, M.A.J. Somers, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 17 (2009) 035009.
- [3] H. Zhou, J. Qu, M. Cherkaoui, *Computational Materials Science*. 48 (2010) 842–847.

Microstructure de l'acier 316L élaborée par deux procédés de fabrication additive par dépôt de fil : WAAM et WLAM.

Damien ARTIÈRES^{1,2}, Serge PASCAL¹, Sylvain DÉPINOY², Diogo GONÇALVES¹, Vladimir A. ESIN^{2,3}

¹ Université Paris-Saclay, CEA, Service de Recherche en Matériaux et Procédés Avancés, Gif-sur-Yvette, France

² Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux (CNRS UMR 7633), Évry, France

³ Université de Lorraine, Institut Jean Lamour (CNRS UMR 7198), Nancy, France

Les procédés de fabrication additive par dépôt de fil fondu utilisant un arc électrique ou un laser (respectivement WAAM et WLAM, *Wire Arc/Laser Additive Manufacturing*) sont adaptés à la production de pièces de grandes dimensions, à géométrie pouvant être complexe, tout en garantissant un bon taux de dépôt [1]. L'histoire thermique imposée par les paramètres du procédé a une influence sur la géométrie et la microstructure des pièces réalisées [1,2]. La microstructure des alliages métalliques issue de ces procédés a été pourtant moins étudiée dans la littérature par rapport, par exemple, à celle obtenue pendant le procédé L-PBF (*Laser-Powder Bed Fusion*, fusion sur lit de poudre). L'objectif de ce travail était alors d'analyser plusieurs paramètres microstructuraux de l'acier inoxydable 316L et leur stabilité en température suite à la fabrication par WAAM et WLAM afin de proposer des conditions de construction optimales pour l'élaboration de pièces massives.

Dans ce cadre, une étape préliminaire a d'abord permis de déterminer plusieurs paramètres (puissance, P , vitesse de dépôt, v , vitesse d'apport de fil, v_f) conduisant à la fabrication de pièces à géométrie correcte. La Figure 1a présente les têtes de dépôt utilisées, ainsi que deux murs de 100 mm de hauteur. Le procédé WLAM permet d'obtenir un meilleur aspect de surface et une meilleure précision géométrique, tandis que le procédé WAAM possède le taux de dépôt le plus élevé.

Afin de caractériser plus finement les pièces en 316L réalisées par WAAM et WLAM, leur microstructure a ensuite été étudiée. Les forts gradients thermiques et vitesses de solidification subis par la pièce entraînent la formation d'une microstructure de grains colonnaires allongés et texturés selon la direction de fabrication Y (Figure 1b). De plus, une microstructure austéno-ferritique sous forme de dendrites est observée. Les vitesses de refroidissement, \dot{T} , ont été estimées à différentes positions à partir des espacements interdendritiques [3]. Ces valeurs sont de l'ordre de 10^2 K.s^{-1} pour le WAAM et 10^4 K.s^{-1} pour le WLAM. De plus, les mesures ont mis en évidence les variations de \dot{T} lors du dépôt en fonction de la hauteur dans le mur, liées aux différentes intensités des pompages thermiques du substrat et à l'accumulation de chaleur dans les pièces.

Suite aux spécificités microstructurales observées, l'effet de la température sur la microstructure obtenue par procédés WAAM et WLAM a été étudié en réalisant des traitements thermiques après la fabrication, suivis d'une trempe à l'eau. Un traitement thermique à 1100 °C pendant 30 min a permis de réduire le taux de ferrite dans la pièce obtenue par WLAM de 6 à 0.7% vol.

En conclusion, au-delà du contrôle de la géométrie des pièces fabriquées par WLAM et WAAM, l'étude de leur microstructure permet de mettre en évidence leurs spécificités, liées à la forme et l'orientation des grains. Cette microstructure peut également évoluer selon le traitement

thermique subi par la pièce suite à sa fabrication.

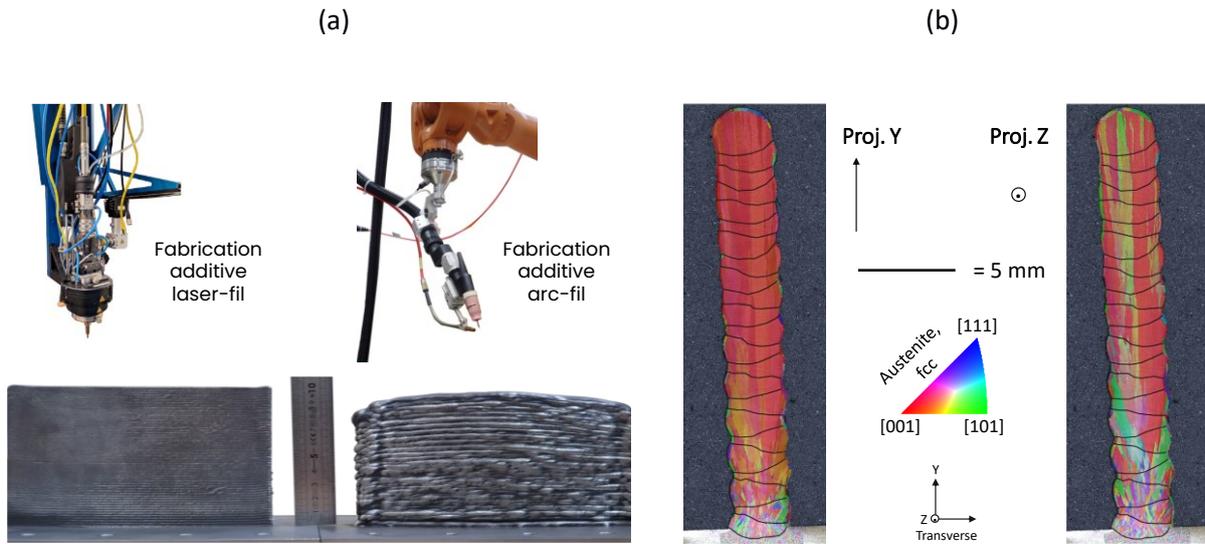


Figure 1. (a) Têtes de fabrication additive laser-fil (WLAM) et arc-fil (WAAM) utilisées. Murs de 100 mm de hauteur réalisés en acier 316L à l'aide des procédés WLAM ($P = 2400 \text{ W}$, $v = 800 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, $v_f = 800 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$) et WAAM ($P = 3000 \text{ W}$, $v = 200 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, $v_f = 3750 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$).

(b) Cartographies d'orientations cristallines d'une coupe d'un mur de 24 couches en acier 316L réalisé par WLAM ($P = 2400 \text{ W}$, $v = 800 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, $v_f = 800 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$). Projection selon les directions de fabrication (axe Y) et de dépôt (axe Z). Mise en évidence de la forme des différentes passes déposées suite à une attaque électrolytique de la surface de coupe.

Références :

- [1] W.E. Frazier, Journal of Materials Engineering and performance, 2014, vol. 23, pp. 1917-1928.
- [2] A. Dass, A. Moridi, Coatings, 2019, vol. 9, p. 418.
- [3] S. Katayama, A. Matsunawa, International Congress on Applications of Lasers, 1984, pp. 60–67

Etude de l'influence de la ségrégation chimique sur l'évolution microstructurale au revenu d'un acier bainitique faiblement allié.

Romain Weisbecker¹, Sylvain Dépinoy¹, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon¹

Frank Tioguem-Teagho¹, Romain Nicolas¹, Maxi Cadet¹

¹ Mines Paris – PSL, Centre des Matériaux, UMR CNRS 7633, 63-65 Rue Henri Auguste Desbruères, 91100 CORBEIL-ESSONNES

²Framatome, site de Creusot Forge, 6 allée Jean Perrin, 71200 Le Creusot

Les aciers faiblement alliés de la famille 16MND5 sont utilisés pour les gros composants forgés des réacteurs nucléaires, comme les cuves ou les générateurs de vapeur. La certification de ces composants passe par le strict respect de valeurs minimales de résilience. Certaines conditions font que des essais sont réalisés dans le domaine de transition ductile/fragile (TDF) et génère des points bas en énergie de rupture. Ces points bas, s'ils sont non conformes, peuvent mener au rebut d'une pièce. Du fait d'une solidification lente (de plusieurs dizaines d'heures) liée à la massivité des lingots, cet acier présente une microségrégation chimique post-forgeage à l'échelle du millimètre, et donc des hétérogénéités locales de composition et de trempabilité. La microstructure est formée au cours d'une austénitisation autour de 900 °C suivie d'une trempe à l'eau et d'un revenu. De plus, l'épaisseur des pièces pouvant aller jusqu'à 700mm implique des gradients de température et donc des hétérogénéités d'historique thermique.

La littérature sur le sujet a établi certains liens entre la microstructure et les propriétés en résilience. Une microstructure bien trempée, constituée de martensite ou de bainite inférieure revenue, avec des grains fins, et/ou de petits précipités répartis de façon homogène, serait bénéfique. A l'inverse, une microstructure de bainite supérieure, constituée de grains et de précipités inter-lattes plus grands, serait moins performante [1], [2]. La microségrégation chimique est évoquée pour expliquer la dispersion en résilience. L'étude systématique reste cependant parcellaire concernant l'évolution microstructurale au stade post-trempe et au cours du revenu, en lien avec la microségrégation. Des travaux récents de Jean-Baptiste Delattre allant dans ce sens ont été effectués sur un matériau industriel ayant subi des traitements thermiques modèles à l'échelle du laboratoire [3].

Cette étude vise à se rapprocher des conditions réelles de traitements thermiques et se démarque par la trempe instrumentée d'une pièce de grandes dimensions à l'échelle 1. L'évolution microstructurale est caractérisée pour deux vitesses moyennes de trempe de 1000 °C/h et 4000 °C/h suivies d'un revenu avec chauffage lent. La méthode repose sur le repérage par la microdureté des zones microségrégées enrichies (ZSP) et appauvries (ZSN) en éléments d'alliage et de leur analyse microstructurale en microscopie optique et MEB. Ainsi, les ZSP sont caractérisées par une bainite inférieure et les ZSN par une bainite supérieure hétérogènes. La taille des amas de phases secondaires est plus élevée à 1000 °C/h en ZSN. Des composés martensite/austénite (M/A) sont également présents sur le brut de trempe. Au cours du chauffage, la phase austénitique des M/A se décomposent en un constituant proche de la perlite et la phase martensitique donnent des secondes phases plus globulaires. Au palier de revenu, le grossissement des précipités et la précipitation de carbures alliés, entre 0h et 20h, seront discutés.

Références :

- [1] S. Hong, J. Song, M.-C. Kim, K.-J. Choi, et B.-S. Lee, « Effects of microstructural variation on Charpy impact properties in heavy-section Mn-Mo-Ni low alloy steel for reactor pressure vessel », *Met. Mater. Int.*, vol. 22, no 2, p. 196-203, mars 2016, doi: 10.1007/s12540-016-5568-x.
- [2] K.-H. Lee, M.-C. Kim, W.-J. Yang, et B.-S. Lee, « Evaluation of microstructural parameters controlling cleavage fracture toughness in Mn–Mo–Ni low alloy steels », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 565, p. 158-164, mars 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.12.024.
- [3] Jean-Baptiste Delattre, B. Marini, P. Joly, P. Todeschini, et A.-F. Gourgues-Lorenzon, « Effect of cooling rate after austenitization on the ductile-to-brittle transition of a quenched and tempered nuclear component Pressure Vessel Steel », in *Proceeding of Conference “International Symposium Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs’ Safety, Performance and Reliability”*, Avignon, France, sept. 2022.



Vous pouvez nous contacter :

- Par courrier postal :

Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt
Mines Paris
CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

- Par téléphone : +33 (0)1 60 76 30 00
- Par courrier électronique : semteam@mat.mines-paristech.fr
- Site web : <https://www.mat.minesparis.psl.eu/seminaires/>

Equipe séminaire :

Mohamed SAHAOUI
Matthieu ASSAINTE
Juliette REDONNET
Arij GUERZIZ