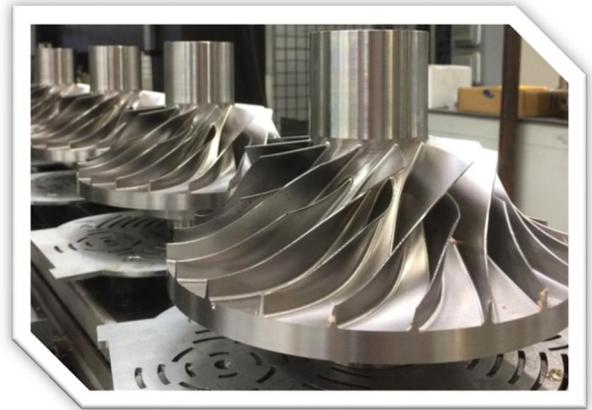
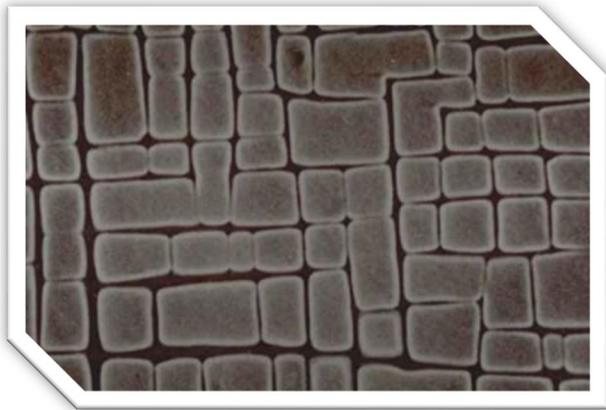


## **PROJET DE PHYSIQUE**

**STPI/P6/2016**

# **ÉTUDE A L'ECHELLE ATOMIQUE DES SUPERALLIAGES A BASE DE COBALT PAR SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE**



### **EQUIPE PROJET**

William LAVIE  
Yassine HAOUNI  
Jinheng SUN  
Sylvie RUSSIAS  
Florian PANZA

### **ENSEIGNANT RESPONSABLE**

Ahmad AZZAM

**SOUTENU LE 20 JUIN 2016**



Date de remise du rapport :

**13/06/2016**

Référence du projet :

**STPI/P6/2016 – 01**

Intitulé du projet :

**Étude à l'échelle atomique des superalliages à base cobalt par Sonde Atomique Tomographique**

Type de projet :

***Expérimental et bibliographique***

Objectifs du projet :

**L'objectif de ce projet a été de comprendre comment la microstructure des superalliages est liée avec leurs propriétés mécaniques, et plus particulièrement avec leur dureté. Nous avons aussi pour objectif de comprendre le fonctionnement de la sonde atomique tomographique, servant à caractériser la microstructure des matériaux.**

Mots-clefs du projet :

***Superalliages, microstructure, dureté***

## Table des matières

NOTATIONS, ACRONYMES.....	5
INTRODUCTION.....	6
ORGANISATION DU TRAVAIL.....	8
I. Les Superalliages .....	10
1. Description des superalliages.....	10
2. Applications.....	11
II. Sonde atomique tomographique.....	13
1. Fonctionnement de la SAT .....	13
2. Utilisation du logiciel « GPM 3D SOFT ».....	15
a) Présentation du logiciel.....	15
b) Spectre de masse – identification de la nature chimique des composants.....	16
c) Calcul de la composition chimique en % atomique .....	17
III. Mesures de dureté des superalliages .....	20
1. Principe.....	20
2. Utilisation du duromètre TESTWELL .....	21
3. Travail expérimental & Résultats obtenus .....	22
a) Séries de mesures.....	22
b) Exemple de calcul de dureté VICKERS.....	23
c) Traitement statistique des résultats .....	23
d) Courbe d'évolution de la dureté en fonction de la durée de recuit .....	24
4. Conclusion expérimentale.....	25
CONCLUSION & PERSPECTIVES .....	26
BIBLIOGRAPHIE.....	27
TABLE DES ILLUSTRATIONS .....	28
LISTE DES TABLEAUX.....	28

## NOTATIONS, ACRONYMES

GPM : Groupe de Physique des Matériaux

HV : Dureté Vickers

SAT : Sonde Atomique Tomographique

SNECMA : Société nationale d'étude et de construction de moteurs d'aviation (aujourd'hui Safran Aircraft Engine)

## INTRODUCTION

Depuis la révolution industrielle, la science n'a eu de cesse de produire des machines toujours plus puissantes, créant ainsi des conditions de stress toujours plus importantes pour les matériaux utilisés. Cette évolution est telle qu'il existe aujourd'hui de nombreuses situations où un alliage métallique ordinaire n'aurait pas les propriétés attendues.

Ainsi lors d'un séminaire sur les superalliages à base nickel aux Mines de Paris en 2012, Jean-Yves GUEDOU, Responsable Recherche Matériaux et Procédés à la SNECMA soulignait l'importance du "développement [dès la fin du 19ème siècle] des machines thermiques pour la production d'énergie (turbines à vapeur puis à gaz)" sur "le développement d'alliages métalliques pouvant tenir à haute température".

En effet, prenons l'exemple de la chambre de combustion d'un réacteur d'avion. En sortie de cette chambre, les gaz chauds avoisinent les 1000 °C. Dans de telles conditions, un alliage ordinaire ne résisterait pas longtemps. C'est là qu'interviennent les superalliages.

Chester T. SIMS, chercheur et auteur de plusieurs livres sur les superalliages dont "The Superalloys", définit un superalliage comme « un alliage basé sur les éléments du groupe VIII B, développé pour une utilisation à température élevée, combinant résistance mécanique et stabilité de surface ». Sébastien Chollet, doctorant à l'université de Poitiers, souligne que "les superalliages actuels, essentiellement à base nickel, cobalt et fer, sont des alliages complexes présentant d'excellentes propriétés mécaniques (notamment en fluage et fatigue) à hautes températures (au-delà de 0,7 fois leur température de fusion), « métallurgiquement » stable, ils possèdent une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud".

Il existe de nombreux superalliages et de nombreuses bases différentes telles que le fer, le titane et le nickel, mais dans le cadre de ce projet, nous nous sommes concentrés sur ceux à base de cobalt.

Les propriétés mécaniques d'un matériau découlent de sa structure microscopique (aussi appelée microstructure). Ainsi observer la microstructure d'un matériau permet d'observer les variables qui influent sur ses propriétés mécaniques. Dans la plupart des cas d'utilisation des superalliages, la dureté est un caractère primordial. Nous nous sommes ainsi penchés sur la corrélation entre la dureté d'un superalliage et sa microstructure.

Afin de caractériser la microstructure des superalliages à base de cobalt et observer l'influence de variables sur la dureté, nous avons procédé à deux tâches distinctes. La première, plus manuelle, correspondait à effectuer d'une part des tests de dureté sur des échantillons de superalliage dans différents stades de recuit. Ces tests étaient faits en laboratoire sous la supervision de M. AZZAM, notre encadrant pour ce projet.

La deuxième tâche, plus analytique correspondait à l'exploitation de données obtenues grâce à la sonde atomique tomographique du Groupe de Physique des Matériaux.

Les tests de dureté que nous avons effectués permettent d'obtenir empiriquement une courbe liant la dureté d'un matériau et la durée de son recuit. La sonde atomique tomographique permet d'obtenir une représentation en trois dimensions de la structure du superalliage à l'échelle atomique. L'exploitation des données obtenues avec cette sonde permet ainsi d'observer à l'échelle atomique ce qui dans la microstructure d'un superalliage le rend dur.

## ORGANISATION DU TRAVAIL

Notre projet comportait deux axes d'étude différents : la réalisation de tests de dureté avec l'exploitation de leurs résultats, et l'exploitation de données obtenues par la SAT.

Nous avons divisé notre groupe en deux. Pendant que William et Yassine se sont occupés d'effectuer et exploiter des tests de dureté. Jinheng, Sylvie et Florian ont réalisé l'exploitation des données obtenues par la SAT (ces données nous ont été fournies car nous n'avons pas les compétences pour utiliser une SAT).

La répartition des tâches s'est fait de la manière suivante :

- William et Yassine ont effectué trois séries de tests de dureté sur des échantillons de superalliage. Ces tests ont pris place dans les laboratoires du Groupe de Physique des Matériaux (GPM), supervisés par Ahmad AZZAM, encadrant du projet. William et Yassine ont aussi exploité les résultats obtenus pour démontrer empiriquement l'influence de la durée de recuit d'un superalliage sur sa structure et sa dureté.
- Jinheng a utilisé le logiciel « GPM 3Dsoft » pour obtenir les spectres et les images 3D représentant la microstructure du superalliage étudié à partir de données obtenues par la SAT.
- Florian et Sylvie ont démontré la formule permettant de déterminer un atome (avec la SAT), et travaillé à partir des spectres et des images 3D obtenues par Jinheng pour expliquer comment exploiter les données obtenues par la SAT. Ils ont aussi effectué les recherches bibliographiques concernant le fonctionnement de la SAT et les superalliages.

# PARTIE I : LES SUPERALLIAGES

## I. LES SUPERALLIAGES

### 1. Description des superalliages

Les superalliages sont des alliages biphasés constitués d'une phase mère appelée gamma, désordonnée dont la structure atomique cristalline est cubique face centrée, et d'une phase de précipités de structure ordonnée et de forme cubique appelés gamma prime dispersés dans la matrice gamma.

Les superalliages apportent une grande résistance à tous types d'attaques telles que le fluage, la corrosion ou bien l'oxydation. Cette résistance est due à leur microstructure. Sur l'illustration 1, on peut remarquer que la phase gamma prime est irrégulière : certains blocs sont plus longs que d'autres, ou encore coudés. Ces irrégularités apportent leur résistance car, en cas de cassure, la fissure provoquée ne pourra pas facilement se propager à travers sa microstructure.

De plus, la structure des blocs n'est pas totalement rectiligne. Ceci est due à leur structure cristalline atomique : il se peut que certaines mailles s'écartent et quelques atomes peuvent s'insérer entre deux atomes d'une maille et ainsi créer deux mailles qui s'écarteront jusqu'à avoir deux mailles de taille normale.

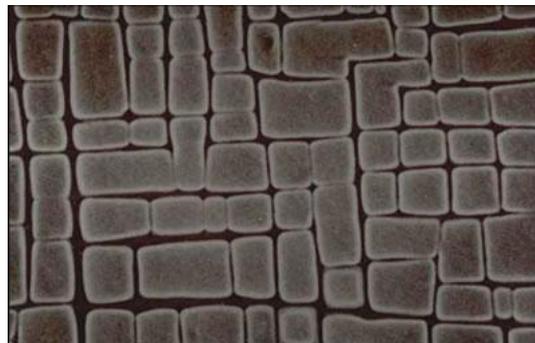


Figure 1 : Microstructure d'un superalliage à base de nickel

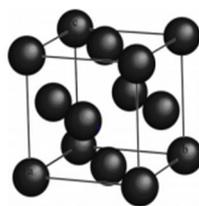
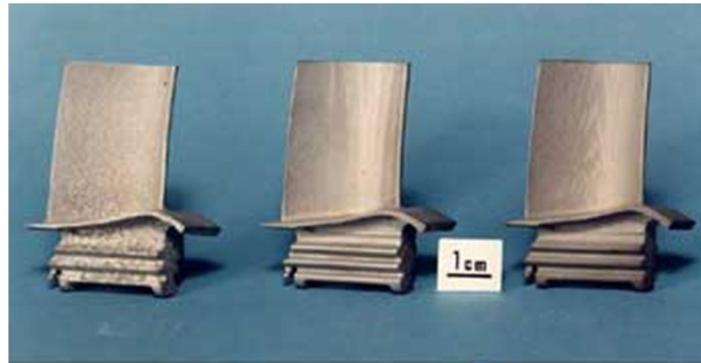


Figure 2: Représentation d'un cristal de type cubique face centrée

Dans la phase gamma (en sombre dans l'illustration 1), les atomes contenus dans la maille élémentaire sont distribués aléatoirement. Par contre dans la phase gamma prime (en clair), les atomes du métal de base occupent les sommets de la maille. Le métal de base est celui qui est le plus abondant dans un alliage.

## 2. Applications

Les superalliages sont des matériaux clés pour l'aéronautique, ils sont utilisés pour la fabrication des parties chaudes des turboréacteurs d'avions (aubes de turbines). Ils sont capables de résister à une température de plus de 1 000 °C et une pression de près de 40 atmosphères (soit 4 MPA).



*Figure 3 : Aubes de turbines*



*Figure 4 : Photo d'un réacteur dont certaines parties sont composées d'un superalliage*

# PARTIE II : SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE

## II. SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE

### 1. Fonctionnement de la SAT

Le principe de la SAT repose sur l'ionisation et l'évaporation par effet de champ des atomes situés à la surface d'un matériau.

Le principal phénomène physique utilisé est l'effet de pointe. Il consiste en l'illustration de la formule de champ électrostatique :

$$E = \frac{Q}{4\pi\epsilon_0 r} = \frac{V}{r}$$

Avec Q la charge d'une particule, r le rayon de courbure,  $\epsilon_0$  la permittivité diélectrique du vide  $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$  et V le potentiel électrique.

Au niveau de la SAT, l'échantillon a un rayon de courbure d'environ 50 nm et est porté à un potentiel de près de 10 000 V, ce qui lui ferait subir un champ de 200 volts par nanomètre. Mais en réalité, un facteur  $\beta$  qui dépend de la forme de l'objet où la force est appliquée abaisse la puissance de ce champ. Dans le cas d'une pointe fine,  $\beta = 5$ . Donc le champ électrostatique subi par l'échantillon est de 40 volts par nanomètre.

À la surface de la pointe, un tel champ est capable d'arracher un atome de la surface de la pointe. Il polarise les atomes en déformant leurs nuages électroniques et conduit à leur évaporation sous forme de cations.

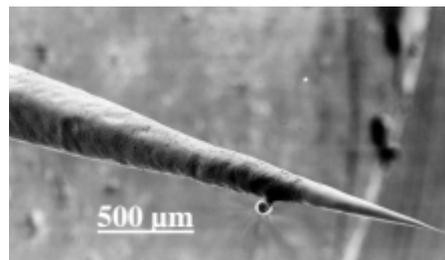


Figure 5 : Échantillon prêt pour la SAT

Plus précisément, la pointe est portée à un potentiel  $V_{continu}$ , qui seul n'est pas suffisant pour ioniser un atome. On lui ajoute un potentiel  $V_{pulse}$  sinusoïdal, qui permet d'ioniser les atomes un par un. Cela signifie aussi de connaître le temps à l'instant où l'atome est ionisé (nécessaire au calcul du temps de vol). Ainsi les atomes de surface sont évaporés, puis sont identifiés par spectrométrie de masse à temps de vol lorsqu'ils arrivent sur le capteur. Cela signifie qu'on détermine quel est l'ion en fonction du temps qu'il met à atteindre le capteur. La position (x ; y) des impacts des ions sur le détecteur permet de déterminer la position des atomes dont ils sont issus dans l'échantillon.

Capteur permettant de connaître la position X,Y de l'impact des ions, ainsi que t2, le moment de l'impact

1. Une impulsion électrique est envoyée à  $t=t_1$ . L'atome est ionisé et l'ion s'évapore.

2. L'ion arrive sur le capteur, qui donne la position (X,Y) de l'impact et  $t_2$ , le moment de l'impact.

On peut ensuite calculer le temps de vol,  $t_{vol}=t_2-t_1$ , et connaître la position exacte de l'atome grâce à la position X,Y de l'impact de l'ion.

En effet, la SAT fonctionne comme une sonde unidimensionnelle avec un détecteur sensible à la position.

Pour identifier un ion à partir de son temps de vol, on utilise la formule :

$$\frac{M}{n} = 2eV \left( \frac{t}{L} \right)^2$$

Avec  $e$  la valeur absolue de la charge élémentaire de l'électron  $e = 1,6 \cdot 10^{-19} C$ ,  $n$  le nombre d'électrons en défaut du cation,  $M$  la masse du cation en unité atomique,  $V$  le potentiel en kilovolts,  $t$  le temps de vol en seconde et  $L$  la distance entre la pointe de l'échantillon et le capteur  $L = 10 \mu m$ .

Démontrons cette formule :

On part du principe de conservation de l'énergie :

$$E_{init} = E_{final}$$

$$E_{c_{init}} + E_{pot_{init}} = E_{c_{final}} + E_{pot_{final}}$$

On sait que  $E_{c_{init}} = 0$  car au début de l'expérience, l'atome est immobile et  $E_{pot_{final}} = 0$  car à la fin du temps de vol, son énergie potentielle est égale au potentiel de la masse soit 0.

Donc on a :

$$E_{pot_{init}} = E_{c_{final}}$$

$$neV = \frac{1}{2} Mu^2$$

$$\frac{M}{n} = \frac{2eV}{u^2}$$

Or

$$u = \frac{L}{t}$$

Donc :

$$\frac{M}{n} = 2eV \left( \frac{t}{L} \right)^2$$

L et V sont fixés au début de l'expérience et e est une constante, donc le temps de vol t suffit à déterminer quel cation a été capté.

## 2. Utilisation du logiciel « GPM 3D SOFT »

### a) *Présentation du logiciel*

Pour obtenir une représentation en 3D de la structure du superalliage, nous avons utilisé le logiciel « GPM 3d soft » (plus précisément GPM 3d soft v5 ). Ce logiciel fonctionne de la manière suivante. Les données obtenues après analyse en sonde atomique sont enregistrés sous format .pos (pos signifie la position de chaque atome ), on connaît la position x,y et z, le logiciel permet de reconstruire en 3D le matériau étudié à l'échelle atomique.

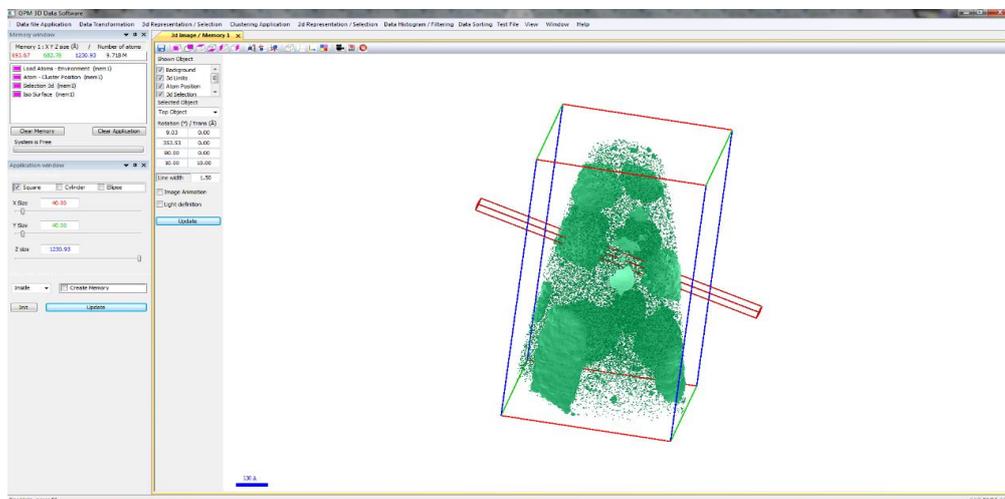


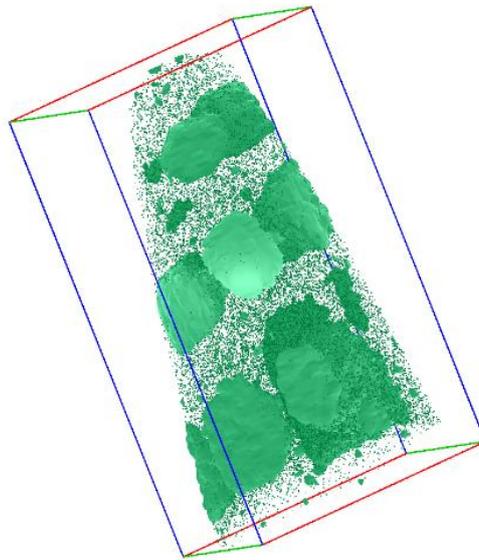
Figure 6 : Aperçu n°1 - Logiciel GPM 3D SOFT

*b) Spectre de masse – identification de la nature chimique des composants*

Dans un premier temps nous avons étudié le spectre de masse afin d'identifier la nature chimique des atomes détectés : dans notre cas nous avons étudié un alliage ternaire Co-Al-W.

Sur le spectre de masse, nous avons identifié les différents isotopes de chaque élément ainsi que leurs états de charge correspondant, c'est à dire combien de fois l'atome est ionisés durant le processus d'évaporation sous l'effet du champ électrique.

Par exemple pour l'aluminium il peut perdre deux ou trois électrons et il est détecté sous forme Al<sup>2+</sup> ou Al<sup>3+</sup> la même chose pour les autres.



*Figure 7 : Aperçu n°2 - Reconstruction 3D de l'échantillon avec les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$*

Nombre d'oxydation	<sup>27</sup> Al	<sup>59</sup> Co	<sup>180</sup> W	<sup>182</sup> W	<sup>183</sup> W	<sup>184</sup> W	<sup>186</sup> W
		100 %	100 %	0,12 %	26,498 %	14,314 %	30,642 %
+1		59					
+2	13,5	29,5	90	91	91,5	92	93
+3	9	19,67	60	60,67	61	61,33	62
+4		14,75	45	45,5	45,75	46	46,5
+5			36	36,4	36,6	36,8	37,2
+6			30	30,33	30,5	30,67	31

*Tableau 1 : Tableau de valeurs à reconnaître*

Les résultats sont présentés sous la forme d'un graphique représentant le nombre d'atomes détectés en fonction de son rapport  $\frac{M}{n}$ . En zoomant sur les différents pics colorés et en relevant l'abscisse moyenne du pic, nous pouvons affirmer que les différents cations captés sont :  $Al^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $W^{2+}$ ,  $W^{3+}$  et  $W^{4+}$ . Nous remarquons d'ailleurs que les pics correspondant aux cations de tungstène sont composés en réalité de 5 pics, chacun d'entre eux provient de chaque isotope stable du tungstène. De plus, on retrouve les proportions isotopiques du tungstène telles que celles qu'on trouve dans la littérature.

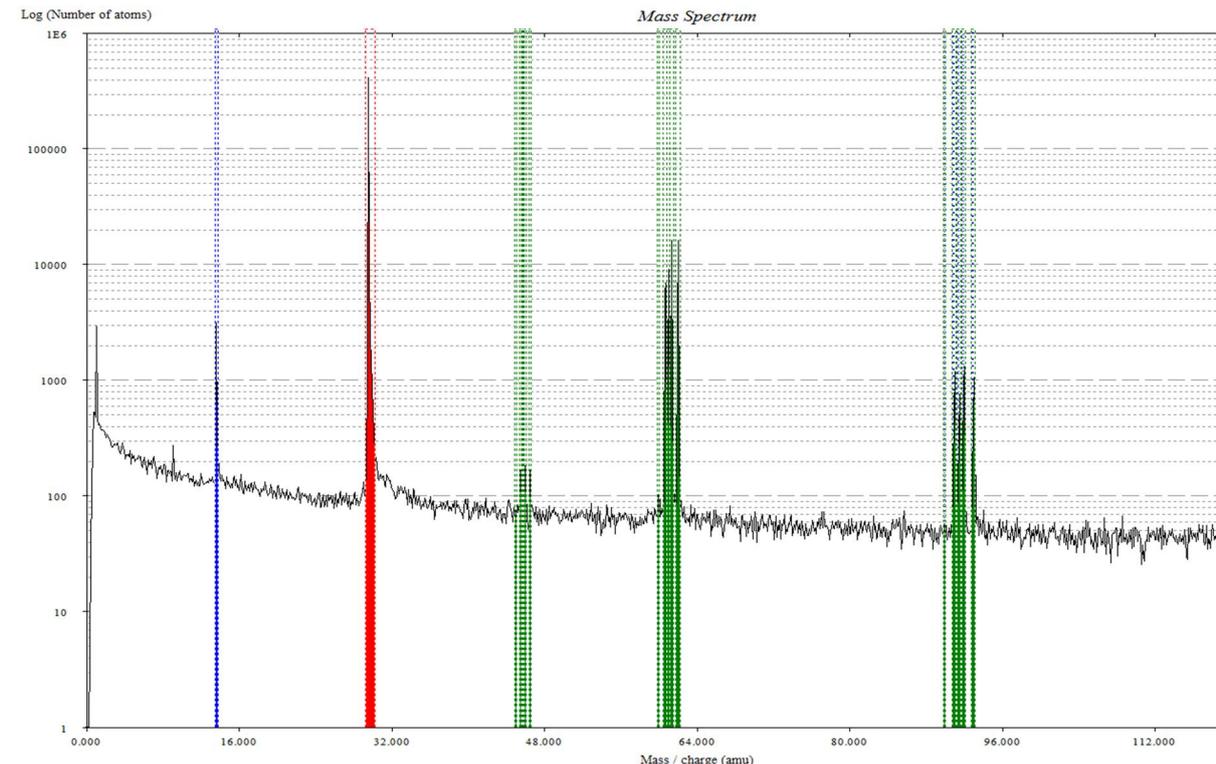


Figure 8 : Aperçu 3 - Spectre de masse

*c) Calcul de la composition chimique en % atomique*

Après l'identification de la nature chimique des éléments sur le spectre, nous pouvons aussi accéder à la composition chimique (en pourcentage atomique) de chaque élément dans l'alliage que nous avons étudié, l'objectif était de mesurer la composition des précipités  $\gamma'$  et de la matrice  $\gamma$ . Pour cela nous avons d'abord identifié les précipités  $\gamma'$  à partir des iso-surfaces (surfaces avec une composition constante) avec un seuil de 10% atomique en W. Après identification nous avons créé des boîtes 3D qui traversent la matrice et un précipité. L'image ci-contre montre la procédure pour calculer la composition  $\gamma$ .

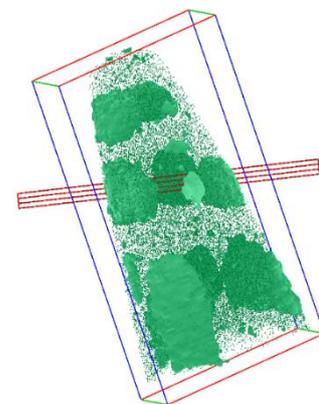
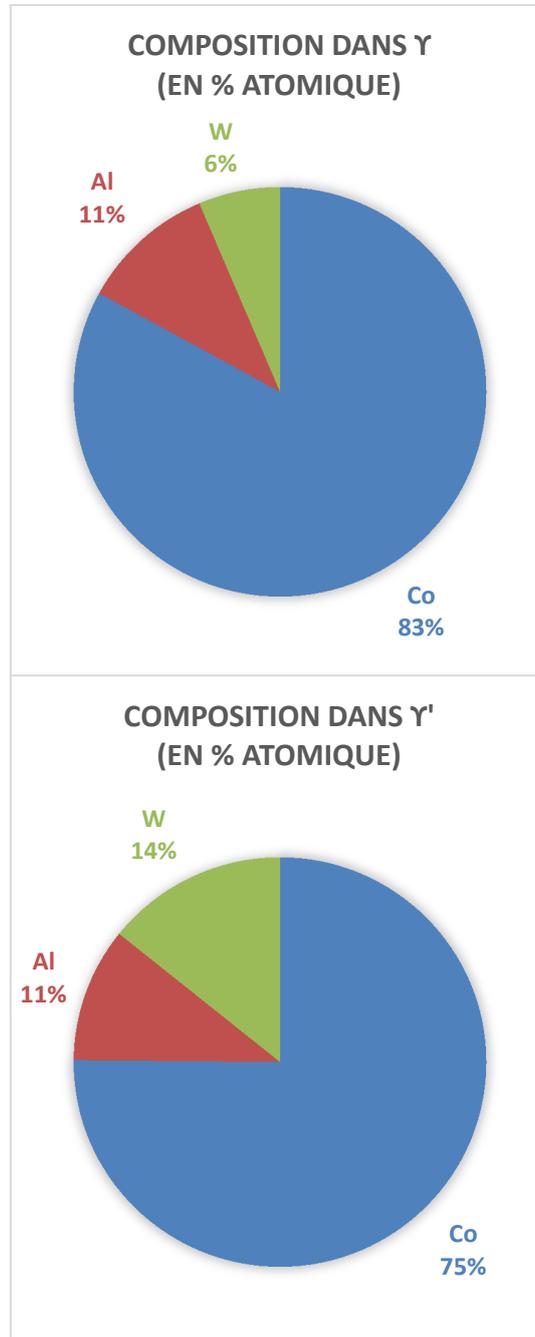


Figure 9 : Aperçu 3 - calcul de la composition chimique

Les deux graphes ci-dessous donnent la composition dans les deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  :



## PARTIE III : MESURE DE LA DURETE DES SUPERALLIAGES

### III. MESURES DE DURETE DES SUPERALLIAGES

Il existe différentes méthodes (plus ou moins précises) pour mesurer la dureté d'un matériau. Lors de nos expériences nous avons utilisé la méthode Vickers, la plus précise et donc la plus utilisée pour les mesures de micro-dureté d'alliages métalliques (mesures à l'échelle microscopique).

#### 1. Principe

Le principe de la méthode Vickers repose sur la pénétration d'une pyramide dans le matériau à tester. Afin de standardiser les résultats obtenus, on utilise une pyramide à base carrée de section définie et la durée de pénétration est normalisée. La dureté est mesurée par la profondeur de la pénétration: plus la pointe pénètre loin et plus on peut dire que le matériel est mou. Cette pénétration peut être quantifiée en mesurant la longueur  $d$  de la diagonale de l'empreinte comme on le montre sur la figure ci-contre.

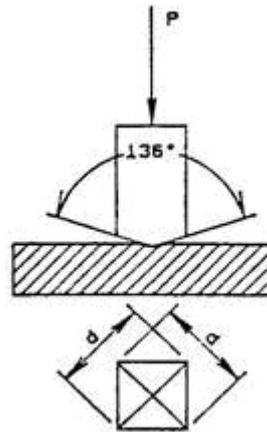


Figure 10 : Principe de la méthode Vickers

En pratique puisque le matériau à tester et le matériel de mesure possèdent des défauts, l'empreinte est de forme irrégulière. Dans ce cas on fait la moyenne  $d$  des deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$ .

La dureté Vickers (HV) est ensuite obtenue par la relation suivante :

$$HV = \frac{2 * m * \sin(\alpha)}{d^2}$$

Avec  $\alpha$  la moitié de l'angle d'ouverture de la pointe de la pyramide en degrés °,  $m$  la masse en kg appliquée sur la pointe et  $d$  est la moyenne des diagonales de l'empreinte en mm.

En prenant la pyramide de base carrée et d'angle d'ouverture  $2\alpha = 136^\circ$  utilisée pour les tests Vickers et une masse de 300g on obtient alors:

$$2 * m * \sin(\alpha) = 2 * 0.3 * \sin(68) = 0.556$$

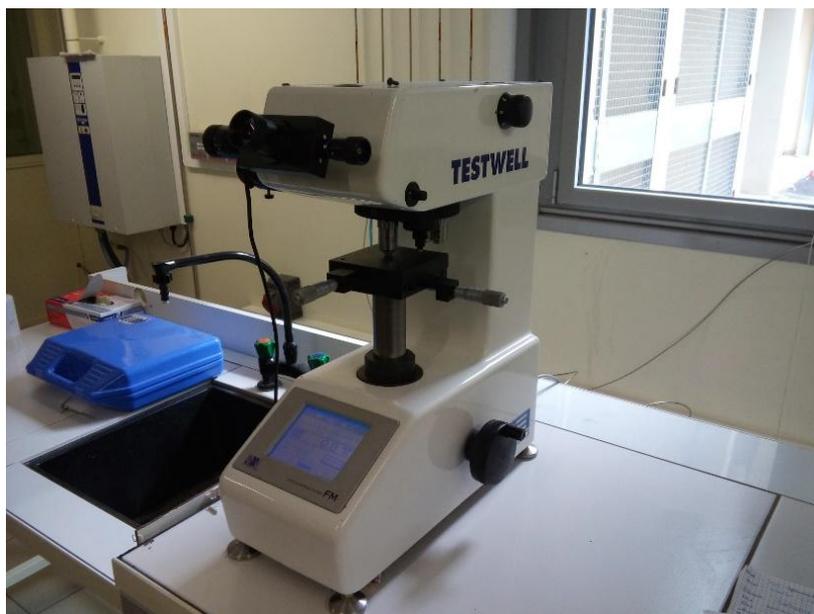
$$\text{D'où} \quad HV = \frac{0.556}{d^2}$$

Il convient de répéter les mesures afin d'obtenir un résultat de petite incertitude. De plus la surface du matériau à tester n'est pas homogène et présente donc des zones de dureté variable, d'où la nécessité de multiplier les mesures.

## 2. Utilisation du duromètre TESTWELL

Dans cette partie expérimentale, nous avons réalisé nous-même des mesures de dureté afin d'observer l'effet de la durée du recuit sur la résistance du matériau.

Pour ce faire, M. AZZAM, notre encadrant, nous a invité dans son laboratoire au GPM où nous avons utilisé un Duromètre TESTWELL avec une force de 0.3 kg.F (2.94N).



*Figure 11 : Duromètre TESTWELL (Laboratoire GPM)*

Cette machine, qui sert à déterminer la dureté d'un alliage, est très simple à utiliser : l'appui d'un bouton lance la pénétration de la pointe. Une fois celle-ci ressortie de la matière, on utilise le microscope intégré pour baliser les extrémités des diagonales de l'empreinte deux à deux. Lorsque ces extrémités sont repérées le duromètre opère et affiche seul le calcul de dureté Vickers.

### 3. Travail expérimental & Résultats obtenus

Nous avons été au total trois fois au laboratoire pour faire des mesures. Les résultats des essais sont présentés ci-dessous. Les diamètres D1 et D2 sont en micromètres et la colonne HV correspond à la dureté. Les incertitudes quant à elles sont obtenues par la méthode de STUDENT (détaillée en III.3.c).

#### a) *Séries de mesures*

##### ❖ Première série de mesures

Nous avons réalisé notre première série de mesures sur un alliage avant recuit (brut de coulée).

Brut de coulée			
n° de la mesure	D1	D2	HV
1	48,1	49,3	234
2	49,7	49,9	224
3	47,2	48,6	242
4	48,1	49,3	236
5	53,3	44,6	232
6	48,7	49,1	233
7	49,9	50,6	220
8	49,5	50,1	224
9	50,0	51,5	216
10	48,3	49,6	232
11	48,3	50,1	230
12	50,6	51,6	234
13	49,5	49,5	233
14	50,0	50,1	222
15	51,4	52,1	208

Moyenne des résultats :  $\bar{x} = 228$

Ecart-type des résultats :  $S_x = 8,84$

Incertitude : 6,80

Résultat : HV =  $230 \pm 7$

Tableau 2: Série de mesures n°1

##### ❖ Deuxième série de mesures

Notre deuxième série de mesures a été faite sur un superalliage ayant subi 2 minutes de recuit dans un four à 900°C :

2 min à 900°C			
n° de la mesure	D1	D2	HV
1	47,7	47,5	247
2	43,7	44,7	284,7
3	45,8	45,7	265,7
4	43,7	45,8	277,8
5	46,4	45,4	264
6	43,4	46,5	275,3
7	42,7	46,9	277,1
8	45,3	47	261,2
9	45,2	46,4	264,6
10	46	46,2	261,7
11	44,4	45,5	275,3
12	44,7	43,5	286
13	47,6	48,4	241,4
14	44,8	46,5	266,9
15	45	45,6	271

Moyenne des résultats :  $\bar{x} = 267,98$

Ecart-type des résultats :  $S_x = 12,44$

Incertitude : 9,57

Résultat : HV =  $270 \pm 10$

Tableau 3 : Série de mesures n°2

❖ Troisième série de mesures

Notre troisième série de mesures a été faite sur un superalliage ayant subi 10 heures de recuit dans un four à 900°C :

10 h a 900°C			
n° de la mesure	D1	D2	HV
1	44,2	42,3	297,4
2	42,5	40,3	324,5
3	45,1	43,8	281,5
4	45,2	44,4	277,1
5	42,8	41,7	311,6
6	41,9	42,4	313,1
7	42,4	41,4	316,8
8	42,9	41,4	313,1
9	44,2	43,5	289,3
10	41,1	41,6	325,3
11	42,6	42,4	307,9
12	41	41,3	328,5
13	42,3	40,7	323

Moyenne des résultats :  $\bar{x} = 308,4$

Ecart-type des résultats :  $S_x = 17,02$

Incertitude : 10

Résultat : HV = 310 ± 10

Tableau 4: Série de mesures n°3

*b) Exemple de calcul de dureté VICKERS*

Pour chaque mesure le duromètre donnait directement la valeur de dureté Vickers. Nous avons donc voulu vérifier que l'on obtiendrait bien les mêmes résultats en appliquant la formule détaillé en 3.1.

Appliquons la formule au premier résultat de la série de mesures sur l'alliage brut de coulée.

Pour cette mesure on trouve : **D1 = 48,1 μm** et **D2 = 49,3 μm**.

$$\text{Ainsi } \bar{D} = 48,7 * 10^{-3} \text{ mm} , \text{ d'où } HV = \frac{0.556}{(4,87 * 10^{-3})^2} = 234$$

On trouve donc bien le même résultat, notre formule semble ainsi concorder avec celle de la machine.

*c) Traitement statistique des résultats*

Afin de pouvoir exploiter ces résultats, il fallait en faire un traitement statistique. Puisque nous avons de nombreuses mesures d'une même expérience, que nous considérons que ces résultats ne sont pas teintés d'une erreur systématique (nous avons opéré le duromètre sous la vigilance de M. AZZAM) et que nos résultats sont dispersés selon une loi grossièrement assimilable à une gaussienne, nous avons donc décidé d'utiliser la méthode de mesure d'incertitudes de STUDENT.

Celle-ci utilise l'écart-type  $S_x$ , le nombre de mesures  $N$  et un coefficient de STUDENT  $t$  pour associer une incertitude à une moyenne de mesures.

Avec la méthode de STUDENT l'incertitude d'une série de mesures est donnée par:

$$\Delta x = \frac{t * S_x}{\sqrt{N}}$$

Où  $t$  dépend du nombre de mesures et du degré de certitude voulu sur le résultat.

Dans notre cas nous avons choisi de prendre un intervalle de confiance de 99%.

Prenons l'exemple de notre première série de mesures.

En utilisant le tableur Excel, on trouve  $\bar{x} = 228$  et  $S_x = 8.84$

Avec quinze mesures et pour un intervalle de confiance de 99%,  $t = 2.98$

On a alors :

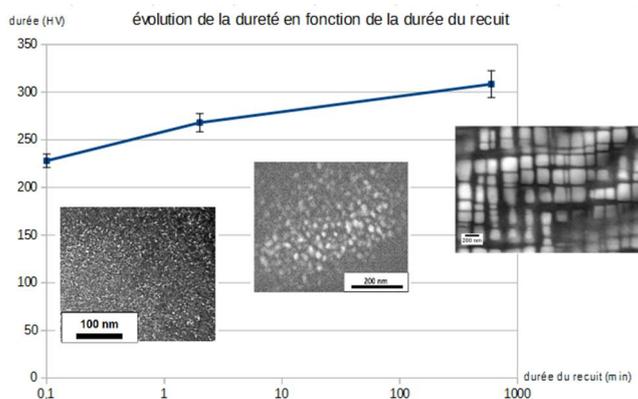
$$\Delta x = \frac{2.98 * 8.84}{\sqrt{15}} = 6.80$$

Afin de maximiser la certitude de notre intervalle de confiance, on arrondit  $\Delta x$  par excès et on arrondit la valeur de  $\bar{x}$ .

$$D'où HV = 230 \pm 7$$

#### *d) Courbe d'évolution de la dureté en fonction de la durée de recuit*

Une fois les données obtenues et traitées, nous avons pu, à l'aide du tableur Excel, modéliser la dureté du superalliage testé en fonction du temps. Puisque nous avons des



écarts aussi importants entre les temps de recuits, nous avons opté pour une échelle logarithmique du temps. Par ailleurs, M. AZZAM nous a fourni des photos des états de surface du superalliage à chaque étape de recuit que nous avons associé au graphique. On obtient alors le graphique ci-contre.

Figure 12: Evolution de la dureté en fonction du temps de recuit

#### 4. Conclusion expérimentale

Pour la partie expérimentale de ce projet, nous avons commencé par visiter le laboratoire du GPM avec notre enseignant responsable afin de découvrir les locaux et prendre connaissance du matériel utilisé pour analyser les propriétés des matériaux.

Ensuite il nous a présenté le duromètre TESTWELL, avec lequel nous avons par la suite réalisé trois séries de mesures. L'objectif étant de connaître l'influence de la durée de recuit sur la dureté de notre superalliage à base de cobalt.

Pour cela, nous avons travaillé sur 3 échantillons ayant subis des durées de recuit différentes:

- 0 min - Brute après coulée - série 1,
- 2 min dans un four à 900°C - série 2,
- 10h dans un four à 900°C - série 3.

Nous avons constaté qu'à température égale, le temps de recuit améliore la dureté du superalliage sur lequel nous avons travaillé. En parallèle, on remarque qu'une augmentation du temps de recuit se remarque structurellement sur le superalliage par la formation de précipités qui augmentent par ailleurs en taille avec le temps. Nous pouvons donc supposer que cette modification structurelle du superalliage est à l'origine de l'augmentation de sa dureté.

## CONCLUSION & PERSPECTIVES

### ❖ Conclusions sur le travail réalisé

Ce projet nous a permis de comprendre comment la microstructure des superalliages influait sur leurs propriétés mécaniques, en particulier sur leur dureté, de comprendre la différence entre la structure idéale des atomes et leur structure réelle.

L'étude des superalliages et de leurs utilisations a suscité notre intérêt, et il a été intéressant de comprendre comment ces alliages peuvent posséder leurs propriétés mécaniques exceptionnelles de dureté et de résistance à la chaleur.

### ❖ Conclusions sur l'apport personnel de ce projet

Ce projet nous amené à travailler en groupe tout en étant autonomes. Nous avons dû apprendre à nous organiser pour nous répartir les tâches et faire avancer le projet. La plus grande difficulté vient du fait que nous ayons scindé le groupe en deux, pour qu'une partie s'occupe des tests de dureté pendant que l'autre partie s'occupait de l'exploitation de données de la SAT. En effet il a fallu que chaque partie du groupe présente explique ce qu'elle a fait à l'autre et lui présente ses résultats, pour pouvoir aboutir à une conclusion générale.

Ce projet nous a aussi permis d'apprendre à analyser les données obtenues par la SAT, et à en créer une représentation 3D avec le logiciel GPM 3D Soft. En ce qui concerne les tests de dureté, cela nous a permis de découvrir la méthode expérimentale permettant de déterminer la dureté des matériaux. Nous souhaitons au passage remercier M. Azzam de nous avoir accueilli dans son laboratoire en dehors de ses heures de travail afin que nous puissions faire ces tests.

### ❖ Perspectives pour la poursuite de ce projet

Tout d'abord, il pourrait être intéressant d'assister à une analyse d'un échantillon utilisant la sonde atomique tomographique, que ce soit dans le cadre de ce projet, ou plus tard si l'occasion se présente.

Aussi, nous n'avons qu'effleuré toutes les possibilités que les superalliages peuvent apporter. Nous pourrions étendre le projet à l'étude des superalliages à base de nickel ou encore étudier les microstructures de différents alliages connus comme le bronze, l'acier et d'autres moins connus comme l'électrum. La sonde atomique tomographique offre aussi de nombreuses possibilités d'étendre le projet. En effet, elle permet une analyse de la matière à l'échelle atomique, et peut s'appliquer à de nombreux matériaux.

## BIBLIOGRAPHIE

<http://www.im2np.fr/recherche/sat/> (valide à la date du 20/05/2016)

<http://gpm.labos.univ-rouen.fr/spip.php?article170> (valide à la date du 20/05/2016)

<http://www.onera.fr/fr/imagedumois/superalliage-monocristallin-base-nickel> (valide à la date du 03/06/2016)

[http://www.mat.mines-paristech.fr/Donnees/data15/1524-resume\\_seminaire\\_23-11-2012-vf.pdf](http://www.mat.mines-paristech.fr/Donnees/data15/1524-resume_seminaire_23-11-2012-vf.pdf) (valide à la date du 13/05/2016)

<http://nuxeo.edel.univ-poitiers.fr/nuxeo/site/esupversions/6e1c7dd8-4e12-4858-8028-02a8c5edc534> (valide à la date du 13/05/2016)

Didier BLAVETTE, François VURPILLOT et Bernard DECONIHOUT, "Sonde atomique tomographique SAT", *Editions Techniques de l'Ingénieur*, 2013.

Didier BLAVETTE, présentation "Atom-probe tomography in material science".

## TABLE DES ILLUSTRATIONS

Figure 1 : Microstructure d'un superalliage à base de nickel .....	10
Figure 2: Représentation d'un cristal de type cubique face centrée .....	10
Figure 3 : Aubes de turbines .....	11
Figure 4 : Photo d'un réacteur dont certaines paries sont composées d'un superalliage .....	11
Figure 5 : Échantillon prêt pour la SAT .....	13
Figure 6 : Aperçu n°1 - Logiciel GPM 3D SOFT .....	15
Figure 7 : Aperçu n°2 - Reconstruction 3D de l'échantillon avec les phases $\gamma$ et $\gamma'$ .....	16
Figure 8 : Aperçu 3 - Spectre de masse .....	17
Figure 9 : Aperçu 3 - calcul de la composition chimique .....	17
Figure 10 : Principe de la méthode Vickers .....	20
Figure 11 : Duromètre TESTWELL (Laboratoire GPM) .....	21
Figure 12: Evolution de la dureté en fonction du temps de recuit .....	24

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Tableau de valeurs à reconnaître .....	16
Tableau 2: Série de mesures n°1 .....	22
Tableau 3 : Série de mesures n°2 .....	22
Tableau 4: Série de mesures n°3 .....	23