

Apport et complémentarité de différentes techniques de microscopie électronique pour la caractérisation de nano-précipités dans un acier martensitique

V. Vidal^{a,1}, F. Pettinari-Sturmel^a, J. Douin^a, A. Coujou^a, F. Houdellier^a

^a CEMES-CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 Toulouse Cedex 4

Résumé - L'objectif de ce travail est d'analyser la microstructure d'un acier présentant une double précipitation de nano-précipités de carbures et d'intermétalliques NiAl par l'utilisation conjointe de différentes techniques de MET.

Le présent travail concerne l'étude de la microstructure du nouvel acier ML1014 destiné en particulier à des applications aéronautiques dont les très hautes caractéristiques mécaniques sont conférées par la présence d'une double précipitation de carbures et de phase intermétallique β Ni-Al qui interagit avec les dislocations de la matrice martensitique.

Les nanoprecipités présents dans l'acier ont été caractérisés par l'utilisation conjointe de différents modes de microscopie électronique en transmission. En effet, le SACTEM-Toulouse, un TECNAI F20 avec correcteur d'aberration sphérique permet, sur une même zone, la réalisation d'études structurales en Haute Résolution (METHR) et chimiques en spectroscopie de pertes d'énergie des électrons par l'utilisation de spectre-ligne et spectre-image (STEM EELS). Le CEMES offre en outre la possibilité de réaliser des essais de traction in situ avec un JEOL 2010 haut contraste.

Les observations en MET conventionnelle ont montré la présence de lattes martensitiques et d'une forte densité de dislocations caractéristiques de la microstructure complexe des aciers (figure 1).

Après un traitement thermique de précipitation de 100 heures à 500°C, les carbures observés sous forme de bâtonnets (« couchés » ou « debout ») de longueur proche de 50 nm et de largeur de l'ordre de 7 nm présentent une structure hexagonale identifiée par diffraction électronique en précession. Ces carbures correspondraient donc à des carbures de type M_2C ou M_7C_3 .

Les observations en haute résolution (METHR) ont permis une identification précise des carbures (figure 2) et des précipités intermétalliques NiAl. Ces derniers, plutôt sphériques, ont des dimensions de l'ordre de 5 nm, voire inférieures selon les durées de revenu et donc selon la nuance observée. Il est aussi possible, à partir des images METHR, de remonter à l'état de déformation au voisinage des différents précipités en utilisant la méthode des phases géométriques [1, 2].

Quant aux analyses EELS, elles ont permis d'obtenir des informations chimiques locales très précieuses nous permettant de différencier les différents nano-précipités.

Finalement, il est important de rappeler qu'une des étapes dans l'étude de ces aciers est aussi d'obtenir des informations sur les micro-mécanismes de déformation. Ainsi, afin de suivre en temps réels l'évolution des paysages de dislocations sous contrainte, nous commençons à mener des essais de traction MET in-situ.

L'ensemble de ces techniques très complémentaires est donc particulièrement approprié à l'étude et à la caractérisation fine de cette nouvelle génération d'acier.

Remerciements

Cette recherche a été soutenue financièrement par l'ANR dans le cadre du projet AMARAGE du programme RNMP 2005.

Références

- [1] M.J. Hytch, E. Snoeck et R. Kilaas, *Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs*, *Ultramicroscopy* **74** (1998) 131-146
- [2] *GPA Phase* plug-in for DigitalMicrograph (Gatan) available from HREM research Inc. : www.hremresearch.com

¹ Vanessa Vidal : vidal@cemes.fr – Tel : 05 62 25 78 70

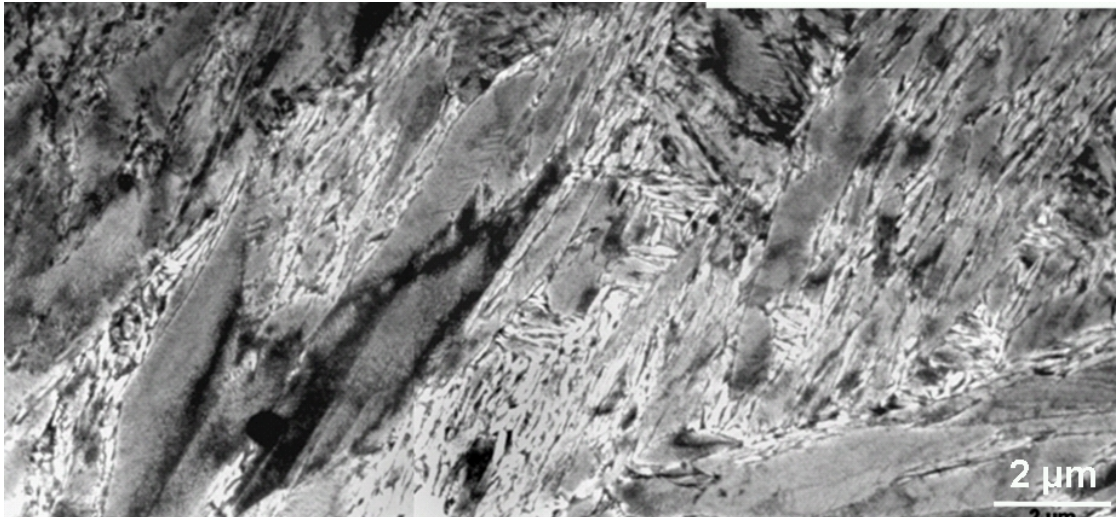


Figure 1 Vue d'ensemble de la nuance ML1014 : observation de lattes martensitiques

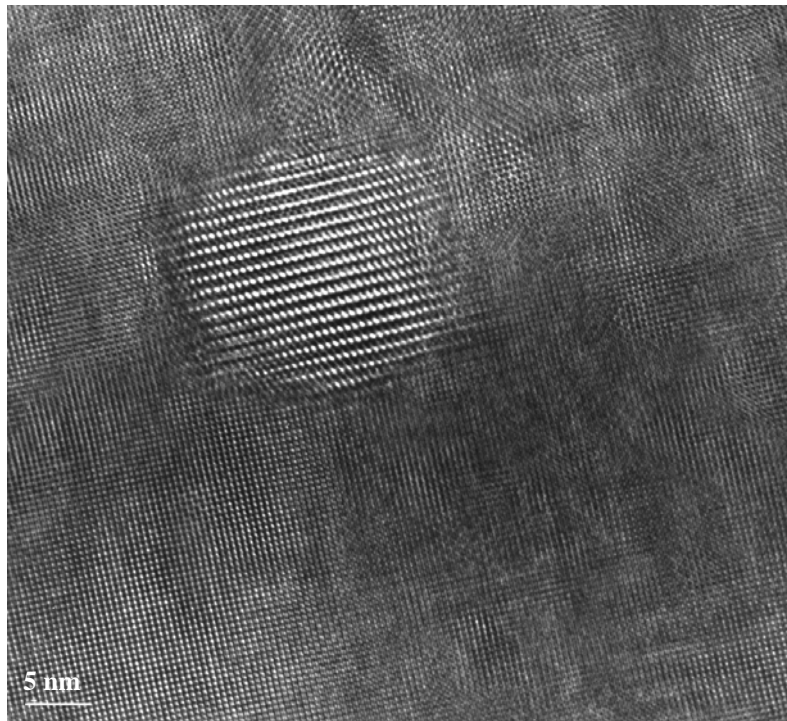


Figure 2 Image en haute résolution d'un carbure « debout » dans la nuance ML1014