

Étude du comportement structural de l'alliage NC 19 Fe Nb (Inconel 718)

C. Slama et G. Cizeron (*)

Laboratoire de Structure des Matériaux Métalliques, bâtiment 414, Université Paris XI,
91405 Orsay Cedex, France

(Reçu 12 mars 1996, révisé le 20 novembre 1996, accepté le 27 novembre 1996)

PACS 81 30 Mh – Solid-phase precipitation

PACS.81.40.-z – Treatment of materials and its effects on microstructure and properties

PACS.81 40 Cd – Solid solution hardening, precipitation hardening and dispersion hardening;
aging

Résumé. — L'étude de l'alliage Inconel 718 (NC 19 Fe Nb) a permis de montrer que sa structure, dans l'état de livraison (après double revenu à 720 puis 620 °C), consiste en une matrice γ avec des précipités β intergranulaires et des carbures du type (Nb.Ti)C, en outre la matrice contient des précipités des phases γ'' et γ' . L'analyse du comportement structural de l'alliage – à l'aide de différentes méthodes physiques – a conduit à délimiter les domaines de température dans lesquels interviennent, au chauffage, la précipitation ou la dissolution des phases β , γ' , γ'' et de définir les conditions optimales d'homogénéisation. Le diagramme T R C de l'Inconel 718 a ensuite été tracé les intervalles de température dans lesquels interviennent les précipitations respectives des phases γ' , γ'' et β en fonction de la vitesse de refroidissement imposée depuis 990 °C, ont ainsi pu être précisés

Abstract. — In the as-received state (following a double treatment at 720 and 620 °C), the structure of INC 718 consists of a γ matrix, intergranular β precipitates and (Nb.Ti)C carbides, moreover, γ' and γ'' phases have precipitated in the matrix. Using different methods, the structural behaviour was analyzed which led to distinguish the temperature ranges in which occurs precipitation or dissolution of β , γ' and γ'' phases on heating and to define the optimum conditions of homogeneity. Furthermore a CCT diagram for INC 718 has been drawn showing the respective precipitation of γ' , γ'' and β phases as a function of the cooling rate applied from 990 °C.

1. Introduction

L'Inconel 718 est un superalliage à base de nickel, largement utilisé pour la fabrication des pièces principales des turboréacteurs (disques de turbines et arbres : pièces façonnées par forgeage et ensuite souvent soudées) ; cet alliage présente en effet une bonne aptitude à la fois au forgeage et au soudage. Sa limite d'élasticité reste élevée, même à 650 °C (1050 MPa) ; d'autre part, sa résilience (même à -40 °C) et sa ténacité sont satisfaisantes, de même que sa résistance à l'oxydation à chaud.

(*) Auteur auquel doit être adressée la correspondance

Les rôles respectifs des divers éléments contenus dans cet alliage sont les suivants

- le carbone présent en faible quantité est susceptible d'être piégé par les éléments carburi-gènes Ti et Nb sous forme de carbures MC - (Ti,Nb)C. Ces derniers précipitent principalement aux joints des grains de la matrice γ ; ils contribuent à améliorer la résistance au fluage intergranulaire. De toute façon, la teneur nominale en carbone doit être faible, sous peine d'amoindrir les teneurs en Ti et Nb, nécessaires à la formation des phases γ' et γ'' ;

- le nickel confère au matériau sa bonne résistance à l'oxydation à chaud. D'autre part, la limite d'élasticité de l'alliage à 20 °C est maximale pour une teneur en Ni de l'ordre de 53 % massique ;

- le chrome (~ 18 %) conforte, par ailleurs, la résistance à l'oxydation ;

- le molybdène (~ 3 %) permet d'augmenter la résistance mécanique de la matrice (durcissement de la solution solide austénitique) non seulement à 20 °C, mais aussi à chaud ;

- le niobium (4,3–6 %) intervient dans la formation de précipités durcissants γ'' ; la dureté, ainsi que la limite d'élasticité augmentent en fonction quasi-linéaire de la concentration en niobium. Cependant, pour des teneurs en Nb supérieures à 5 % massique, la striction tend à diminuer significativement – ce qui justifie que la concentration en cet élément soit le plus souvent limitée à la valeur précitée ;

- le titane et l'aluminium conduisent à la formation des précipités γ' dont le rôle est aussi durcissant, mais à un degré moindre que les précipités γ'' (la fraction volumique de γ'' étant par ailleurs environ 4 fois plus importante que celle de γ'). Selon les nuances d'alliage 718 le rapport $\left(\frac{\text{Al \% at}}{\text{Ti \% at}}\right)$ est compris entre 0,8 et 1,75, tandis que le rapport $\left(\frac{\text{Al + Ti}}{\text{Nb}}\right)$ peut varier de 0,65 à 0,90 (teneurs également exprimées en % at).

Contrairement à la grande majorité des superalliages, qui sont durcis par précipitation de la phase γ' , la principale phase durcissante dans le cas de l'INC 718 est la phase γ'' . En fait, ces deux types de précipités sont susceptibles de se former au sein de la matrice γ , soit au chauffage, soit au refroidissement ; si la formation des précipités, lors de traitements de revenu ou de vieillissement, a déjà fait l'objet d'études détaillées, par contre, les évolutions structurales de l'alliage à la faveur de refroidissements continus n'ont guère été analysées. Pour situer le contexte, nous rappellerons brièvement les caractéristiques principales des phases observées [1] dans l'alliage INC 718 :

- γ solution solide – (CFC) – structure désordonnée type A_1 $a = 0,3616$ nm ;

- γ' $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$ – (CS) – structure métastable type $L1_2$ $a = 0,362$ nm ;

- γ'' Ni_3Nb – (QC) – structure métastable type DO_{22} $\left\{ \begin{array}{l} a = 0,3624 \text{ nm} \\ c = 0,7046 \text{ nm} \end{array} \right.$;

- β Ni_3Nb – (O) – structure d'équilibre type DO_a $\left\{ \begin{array}{l} a = 0,5141 \text{ nm} \\ b = 0,4231 \text{ nm} \\ c = 0,4534 \text{ nm} \end{array} \right.$,

(cette dernière phase est parfois dénommée δ dans certaines publications).

D'après les références [1] et [2], les précipités durcissants γ' et γ'' se forment conjointement dans l'intervalle 550–660 °C si les durées de vieillissement sont assez longues ; par contre, ils se forment – toujours conjointement – dans le domaine des températures comprises entre 700 et 900 °C, si les durées de vieillissement sont assez courtes. Il faut noter que ces conclusions des auteurs précités concernent un alliage de composition telle que le rapport $\left(\frac{\text{Ti + Al}}{\text{Nb}}\right)$ était égal à 0,66, en effet, dans le cas d'alliages présentant une valeur de ce rapport supérieure à 0,8 – Cozar et Pineau [3] ont montré que la précipitation de la phase γ' précède celle de γ'' .

De même, Marsh [4] a signalé que la précipitation de γ' intervenait avant celle de γ'' dans le domaine des températures de traitement comprises entre 780 et 820 °C.

Par ailleurs, dans le cas de vieillissements de longue durée et dans l'intervalle 700–900 °C on constate, en sus, la formation de la phase β [1] et [2] ; cette phase devient majoritaire si les traitements sont effectués dans l'intervalle 900–1000 °C. Cette phase β ne contribue pas significativement au durcissement de l'alliage ; par contre, elle semble bénéfique en ce qui concerne la valeur de la ductilité à rupture. La formation plus précoce des phases métastables γ' et γ'' (par rapport à celle de la phase β) a été attribuée à la différence des écarts à la cohérence, qui sont bien plus faibles dans le cas des interfaces γ/γ' ou γ/γ'' que dans celui de l'interface γ/β .

Par suite, l'objectif de la présente étude a d'abord été de délimiter les domaines de température dans lesquels les différentes phases γ' , γ'' et β précipitent et, si possible, leur séquence d'apparition et/ou d'évolution. Par ailleurs, nous avons tenté de déterminer les températures respectives de solvus de ces phases ; en particulier, la température de solvus de la phase β nous semblait devoir être précisée, vu que la température de mise en solution de l'alliage considéré par [1] et [2] était de 1100 °C, avant de procéder à une trempe à l'eau : une telle température serait en effet trop élevée pour éviter un grossissement exagéré de la taille moyenne du grain γ [5]. Par suite, après avoir caractérisé l'état de livraison de l'alliage et suivi son évolution à la faveur de traitements anisothermes, nous avons déterminé les conditions optimales de mise en solution et d'homogénéisation. Nous avons, ensuite, pu procéder à des refroidissements continus à différentes vitesses et déduire du dépouillement des courbes dilatométriques obtenues, un tracé du diagramme TRC de l'Inconel 718.

2. Matériau et méthodes expérimentales

L'alliage utilisé, dont la composition chimique est donnée dans le tableau I, nous a été fourni par les aciéries Aubert et Duval, sous forme d'un élément de barre ayant 68 mm de diamètre et une longueur égale à 170 mm. Ce matériau, après laminage à chaud, a subi les traitements suivants :

- mise en solution de 1 heure à 960 °C ;
- refroidissement (air soufflé) jusqu'à 720 °C ;
- premier vieillissement durant 8 heures à cette température ;
- refroidissement lent de 720 à 620 °C ;
- deuxième vieillissement durant 8 heures à cette température ;
- refroidissement final à l'air calme.

Cette séquence de traitements a conduit à un état structural qualifié "d'état de livraison". Les essais en refroidissement continu ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre de trempe Adamel-Lhomargy du type DT 1000, à partir d'éprouvettes $\phi = 2$ mm et $L = 12$ mm (chauffage sous vide primaire, trempe sous hélium). Les vitesses de refroidissement mises en œuvre ont varié de $0,083$ °C s^{-1} (300 °C h^{-1}) à 150 °C s^{-1} . Les examens micrographiques ont été effectués à l'aide d'un microscope Reichert type MeF II. L'attaque chimique des échantillons a été réalisée à l'aide du réactif de Marble.

Les lames minces ont été observées à l'aide d'un microscope JEOL 2000 EX fonctionnant sous une tension de 200 kV, cet appareil étant par ailleurs équipé d'un système de microanalyse X à dispersion d'énergie. Après abrasion préliminaire sous eau jusqu'à une épaisseur de 0,1 mm, les échantillons ont été amincis électrolytiquement par la technique du double jet (appareillage Struers) dans un bain d'acide perchlorique-éthanol (10-90) sous une tension de 19 V et ce, à une température de 0 °C.

Tableau I. — *Composition chimique de l'alliage étudié (partie supérieure : % massiques ; partie inférieure : % atomiques).*

[Chemical analysis of the alloy (upper table: wt. %; lower table. at. %).]

Ni	Fe	Cr	Nb + Ta	Mo	Ti	Al
52,94	19,22	17,94	5,11	2,95	0,93	0,53
Co	Si	Mn	Cu	Ca	Mg	Pb
0,14	0,04	0,04	< 0,10	< 0,002	< 0,003	< 0,001
C	B	S	P			
0,034	< 0,005	< 0,002	0,009			

Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	$\frac{T_1 + Al}{Nb}$	$\frac{T_1}{Al}$
52,58	20,06	20,10	3,20	1,79	1,13	1,14	0,71	0,99

Par ailleurs, diverses techniques ont été utilisées pour caractériser les évolutions structurales de l'alliage :

- étude qualitative en condition anisotherme basée sur des enregistrements de courbes d'analyse thermique différentielle et de courbes dilatométriques, à la vitesse de $300\text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$ (dilatomètre DI 24 Adamel-Lhomargy) ;
- enregistrement de diffractogrammes à l'aide d'un appareillage Siemens équipé d'un monochromateur arrière à cristal de graphite (anticathode de cuivre, 30 kV, 24 mA) ;
- mesures de dureté Vickers pour un effort appliqué égal à 200 N

3. Résultats

3.1. CARACTÉRISATION DU MATÉRIAU DANS L'ÉTAT DE LIVRAISON

3.1.1. Microscopie électronique en transmission. — L'observation de lames minces extraites d'un échantillon dans l'état de livraison, montre que la précipitation de la phase β s'est effectuée aux joints des grains, sous la forme de lamelles plus ou moins allongées (Fig. 1). La longueur moyenne de ces lamelles est de l'ordre de $1\text{ }\mu\text{m}$. Par ailleurs, on remarque que ces précipités β sont parallèles entre eux et qu'il existe une zone dénudée en précipités γ'' autour de ces précipités β et ce, tout au long des joints des grains.

Le dépouillement d'un cliché de diffraction de la phase β (Fig. 1c) montre que la structure est orthorhombique ; par ailleurs, ces précipités β sont en relation d'épitaxie avec la matrice :

$$\begin{aligned} &(210)_\beta // (220)_\gamma \\ &[001]_\beta // [1\bar{1}1]_\gamma. \end{aligned}$$

D'autre part, la figure 2 montre que le matériau contient des précipités des phases γ' et γ'' . En champ sombre, les précipités γ'' sont les plus clairs et ils ont la forme de disques allongés ($l = 20\text{--}30\text{ nm}$), alors que les précipités γ' sont sensiblement de géométrie sphérique (10 à 15 nm) et apparaissent plus sombres. En champ clair, au contraire, les disques γ'' sont assez sombres, tandis que les globules de phase γ' apparaissent beaucoup plus clairs. Sur le diagramme de diffraction correspondant à cet état de réception (Fig. 2c), on observe que les taches autres que celles de la matrice γ doivent être associées à des précipités γ'' , de structure

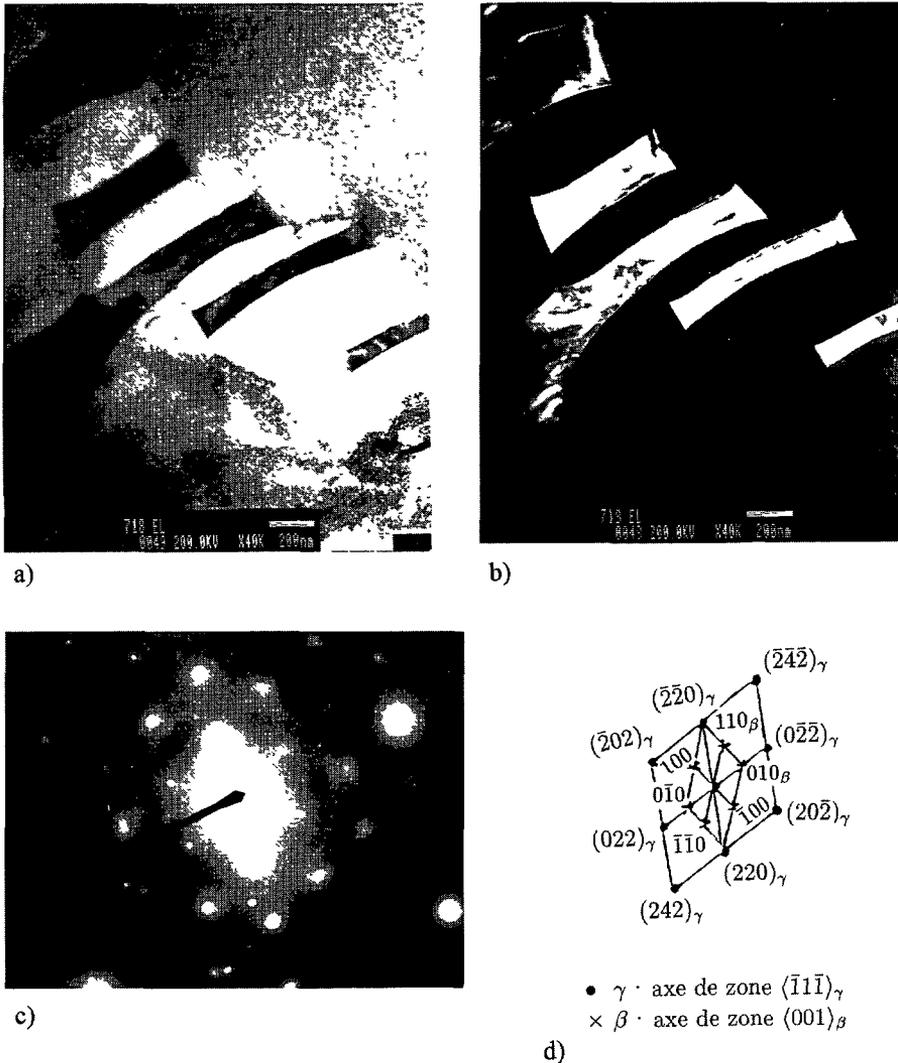


Fig 1. — Précipitation de la phase β : (a) champ clair ; (b) champ sombre à partir de la tache $(\bar{1}\bar{1}0)_\beta$; (c) diagramme de diffraction électronique de la matrice γ et d'un précipité β (d) clef correspondante [Precipitation of β phase (a) bright field. (b) dark field from $(\bar{1}\bar{1}0)_\beta$ spot (c) electron diffraction pattern with spots from γ and β ; (d) corresponding key.]

quadratique centrée, qui sont en épitaxie avec les trois plans $\{110\}$ de la matrice γ . Les relations d'orientation (précipité γ'' -matrice γ) sont les suivantes :

$$\begin{aligned} & (\bar{1}\bar{1}2)_{\gamma''} // (\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma} \\ & [\bar{1}11]_{\gamma''} // [1\bar{1}2]_{\gamma}. \end{aligned}$$

La figure 3 montre des carbures du type MC, localisés le long des joints de grains. Ces carbures jouent un rôle important dans la limitation du grossissement du grain au sein des superalliages à base de nickel. En effet, du fait de leur répartition, ces carbures ralentissent et bloquent la

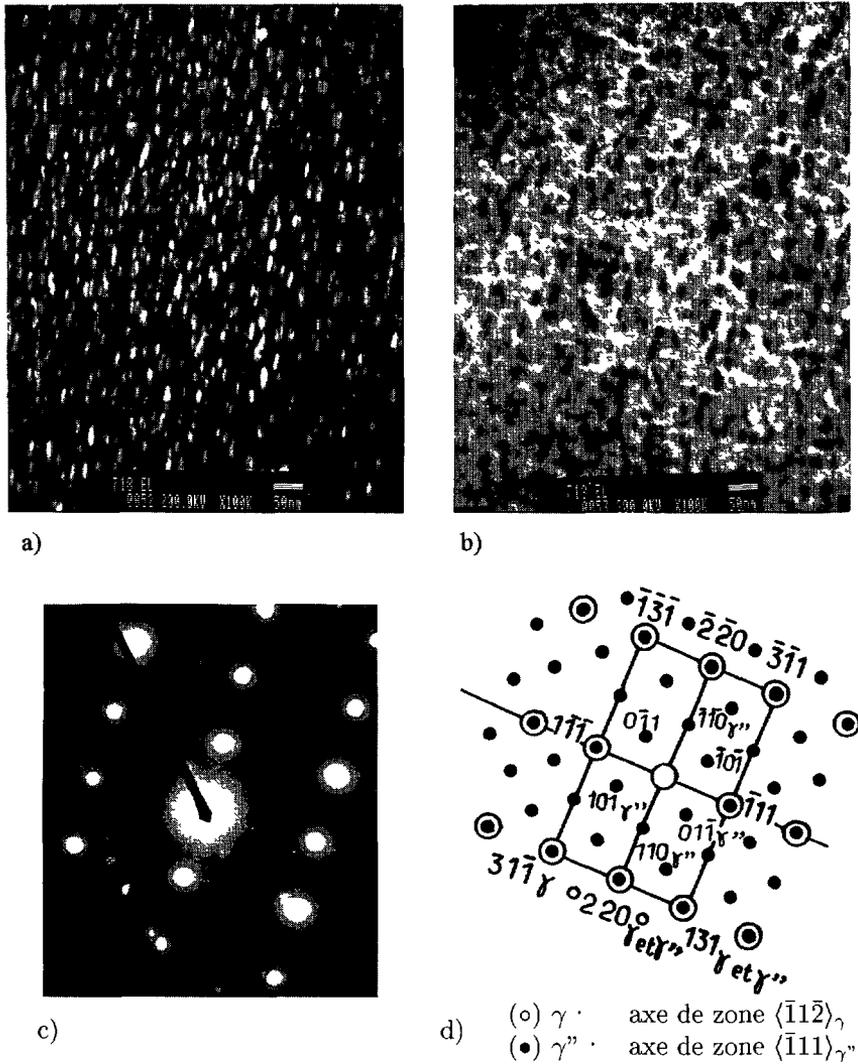


Fig 2. — Morphologie des précipités γ' et γ'' dans l'état de livraison (a) champ sombre, (b) champ clair ; (c) diagramme de diffraction électronique de la matrice γ et de la phase γ'' ; (d) clef correspondante.

[Shape of γ' and γ'' precipitates in the as-received state (a) dark field, (b) bright field, (c) electron diffraction pattern with spots from γ and γ'' phase, (d) corresponding key.]

migration des joints de grains à haute température. La suite de l'étude confirmera que ces carbures sont du type (Nb,Ti)C.

3.1.2. *Microanalyse sur lames minces.* — Les compositions chimiques respectives de la matrice γ , des carbures MC et de la phase β dans l'alliage étudié, ont été déterminées par microanalyse X sur lames minces. Les résultats présentés dans le tableau II correspondent à la moyenne de 3 points d'analyse sur une même lame.



Fig. 3. — Carbures (Nb,Ti)C aux joints des grains.

[(Nb,Ti)C intergranular carbides.]

Tableau II. — *Composition chimique des phases γ , β et MC (dans ce dernier cas, seules les teneurs des éléments métalliques présents dans MC sont ici données).*

[Chemical analysis of γ , β and MC phases in the as-received state (for MC, contents of elements are only given).]

	Éléments	Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al
γ	% atomiques	49,21	20,90	20,96	2,86	3,94	0,96	1,17
	% massiques	49,22	19,89	18,58	4,54	6,44	0,78	0,54
MC	% atomiques	29,07	12,80	11,75	41,68	0,05	4,52	0,13
	% massiques	23,93	10,03	8,57	54,32	0,07	3,04	0,05
β	% atomiques	52,50	17,05	17,08	9,14	1,94	1,30	0,99
	% massiques	50,96	15,75	14,69	14,05	3,08	1,03	0,44

D'après ces résultats, on remarque que la composition chimique de la matrice γ diffère peu de celle trouvée lors de l'analyse nominale de l'alliage, à l'exception de la teneur en molybdène qui est sensiblement plus élevée (6,44 % contre 2,95 %).

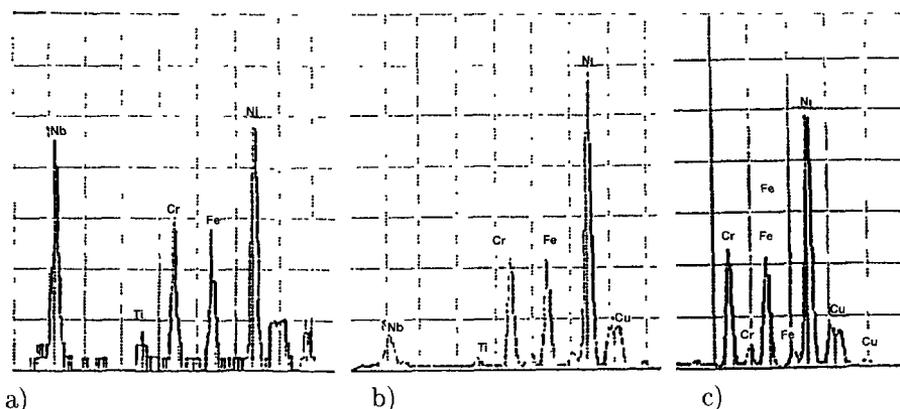


Fig 4. — Spectres de microanalyse X · (a) carbure MC ; (b) lamelle $\beta(\text{Ni}_3\text{Nb})$, (c) matrice γ .
[X-ray microanalysis (a) MC carbide; (b) $\beta(\text{Ni}_3\text{Nb})$ plate, (c) γ matrix.]

D'autre part, on constate que les carbures MC sont riches en niobium (54,32 %) et en titane (3,04 %). La teneur en niobium dans la phase β est sensiblement plus forte que dans la matrice, mais moindre que dans les carbures MC (soit 14,05 contre 54,32 %). Par ailleurs, les teneurs en chrome ou en fer dans MC et β sont en grande partie dues à la matrice avoisinante prise involontairement en compte lors de l'analyse. D'après ces résultats, on peut conclure que les carbures MC sont bien du type (Nb,Ti)C.

Étudiant la précipitation dans l'Inconel 718, Wachtel et Rack [6] ont effectué des microanalyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) sur un carbure au sein d'un échantillon traité à 1150 °C pendant 3 heures. Ces microanalyses ont également montré qu'il s'agissait d'un carbure mixte de Ti et de Nb, du type MC.

Les spectres de microanalyse X sont regroupés sur les figures 4 (abc). Dans le cas du carbure MC (Fig. 4a), les deux pics principaux sont ceux du nickel et du niobium ; on observe aussi un petit pic du titane. Vu la faible taille des particules à analyser, le spectre comporte également les pics des principaux éléments présents dans la matrice, tels que ceux du fer et du chrome.

Dans le cas de la phase stable $\beta\text{-Ni}_3\text{Nb}$, le spectre comporte les pics respectifs du nickel et du niobium ; en outre, les pics des principaux éléments de la matrice sont également observés.

La figure 4c représente le spectre de microanalyse X obtenu à partir de la matrice γ , il faut noter ici que le pic correspondant au cuivre provient en fait du clip servant à fixer la lame mince sur le porte-objet.

3.1.3 Diffraction des rayons X. — L'analyse diffractométrique (Fig. 5) effectuée à partir d'un échantillon massif dans l'état de livraison, n'a permis de détecter que les principales raies de la matrice γ austénitique, de structure cubique à faces centrées. De la position des raies dans ce diagramme de diffraction, nous avons pu déduire la valeur du paramètre cristallin de la matrice γ en utilisant la méthode d'extrapolation proposée par Perio [7]. Le paramètre a ainsi calculé, a été trouvé égal à :

$$a_\gamma = 0,3593 \text{ nm}$$

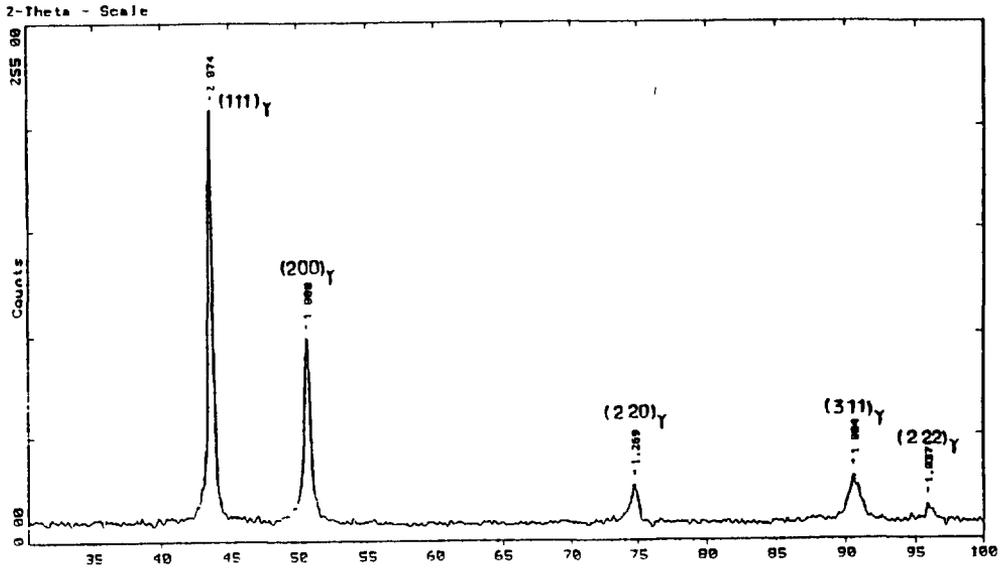


Fig 5. — Diagramme de diffraction des rayons X . échantillon massif dans l'état de livraison.
[X-ray pattern of the material in the as-received state.]

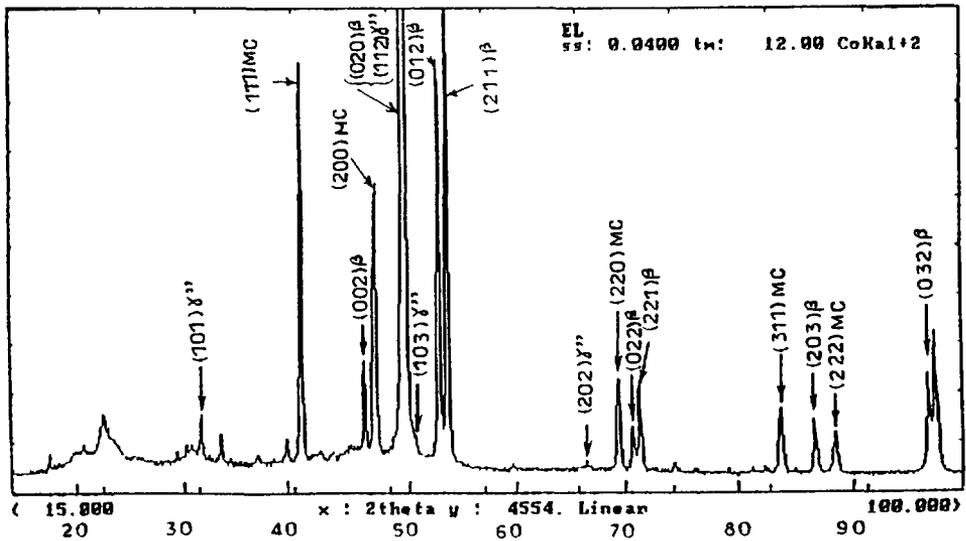


Fig 6. — Diffractogramme enregistré sur résidus d'extraction à partir d'un échantillon à l'état de livraison
[X-ray pattern for extracted residue from the material in the as-received condition.]

Par ailleurs, le diffractogramme enregistré sur résidus d'extraction, obtenus à partir d'un échantillon dans l'état de livraison (Fig. 6), nous a permis d'identifier les carbures MC ainsi que les deux phases (β et γ''), dont les proportions sont nettement moindres. Dans ces résidus extraits,

la phase majoritaire est la phase stable β (Ni_3Nb) de structure orthorhombique DO_a . Le calcul des paramètres cristallins à partir des valeurs angulaires des pics de diffraction (002), (020) et (211) a donné les résultats suivants :

$$\begin{aligned} a &= 0,5076 \text{ nm} \\ b &= 0,4203 \text{ nm} \\ c &= 0,4524 \text{ nm.} \end{aligned}$$

Les valeurs de ces paramètres sont très proches de celles données par Wachtel *et al.* [6].

La seconde phase, aisément décelable en diffractométrie, est le carbure primaire MC de structure cubique à faces centrées. Le calcul du paramètre de ce carbure, en utilisant la méthode de Perio, a permis de trouver la valeur suivante : $a_{\text{MC}} = 0,442 \text{ nm}$. D'après Cozar [8], il s'agit de carbures mixtes de composition (Nb,Ti)C. De fait, si l'on suppose que le paramètre de MC varie linéairement en fonction de la teneur en titane ou en niobium, et en tenant compte du fait que les paramètres respectifs de TiC et NbC sont respectivement égaux, d'après [9], à :

$$a_{\text{TiC}} = 0,433 \text{ nm} \quad a_{\text{NbC}} = 0,447 \text{ nm.}$$

On peut en conclure que la teneur en niobium doit être plus conséquente que celle en titane. Nos résultats de microanalyse X confirment bien cette hypothèse. Diconza, Biederman et Burger [10] considèrent que la présence de gros carbures de MC est indésirable car ils diminuent la ductilité de l'alliage en empruntant le Nb nécessaire à la formation de la phase durcissante γ'' . Il a également été montré [5], par observation au MEB d'éprouvettes de résilience rompues, que l'obtention d'un faciès de rupture localement fragile est favorisé par la présence des carbures MC dans les cupules (ou crevasses) ou par la présence de phase β dans les joints de grains.

Enfin, quelques raies de la phase γ'' sont observées sur le diffractogramme, mais en nombre moins important que pour MC ou β . En utilisant la formule donnant les distances inter-réticulaires dans le cas du système quadratique et en considérant le rapport c/a de la phase γ'' égal à 2,044 [11], nous avons pu déterminer les paramètres de γ'' qui sont les suivants :

$$\begin{aligned} a_{\gamma''} &= 0,3599 \text{ nm} \\ c_{\gamma''} &= 0,7355 \text{ nm.} \end{aligned}$$

Ces valeurs sont proches de celles données dans la littérature [12].

3.2. COMPORTEMENT DU MATÉRIAU LORS DE TRAITEMENTS ANISOTHERMES. — Les essais ont consisté à imposer aux échantillons, pris dans l'état de livraison, des cycles thermiques en dilatométrie et Analyse Thermique Différentielle (ATD). Le but poursuivi était de caractériser les domaines de température où interviennent des phénomènes de précipitation ou de dissolution des différentes phases, soit au chauffage, soit au refroidissement.

La figure 7 représente l'enregistrement obtenu par dilatométrie lorsque l'on réchauffe l'échantillon ($\varnothing = 5 \text{ mm}$, $l = 25 \text{ mm}$) à la vitesse de $300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$, sous argon jusqu'à $990 \text{ }^\circ\text{C}$. Ceci nous a permis d'observer les faits suivants :

- une dilatation quasi-linéaire de la matrice austénitique γ jusqu'à $400 \text{ }^\circ\text{C}$;
- une légère contraction entre 400 et $620 \text{ }^\circ\text{C}$, liée à la fin de précipitation de la phase $\gamma'/\text{Ni}_3(\text{Ti,Al})$ de structure C.F.C. En effet, dans ce domaine de température, peut encore se former un peu de phase γ' , laquelle a précipité essentiellement lors du second vieillissement imposé à l'alliage avant livraison (à savoir $620 \text{ }^\circ\text{C}/8 \text{ h}$) ;
- dans le domaine des températures comprises entre 620 et $750 \text{ }^\circ\text{C}$, un premier phénomène expansionnel se manifeste : il s'agit du début de la dissolution des précipités γ' précédemment formés ;

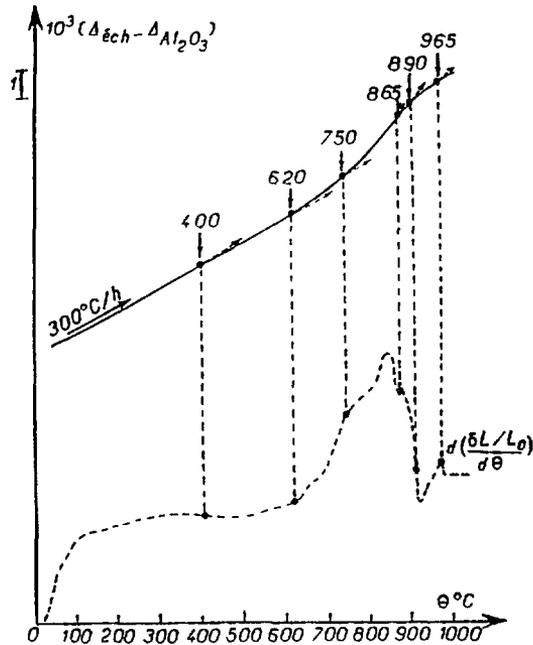


Fig 7 — Comportement dilatométrique au cours du chauffage
[Dilatometric curve on heating ($V = 300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$)]

- avant que cette dissolution ne soit achevée, il se développe – dans le domaine 750/890 °C – un second phénomène expansionnel lié (selon divers auteurs [13], [14] et [15]) à la dissolution de la phase γ'' formée au refroidissement (lors de l'élaboration) ;
- par ailleurs, à 865 °C, on observe un changement de pente lié au début de la coalescence de la phase β (Ni_3Nb) ;
- à partir de 890 °C débute une contraction, laquelle semble se terminer à 965 °C : cette dernière anomalie dimensionnelle traduit la dissolution de la phase β . Par suite, le solvus de la phase β (pour $V_c = 300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$) se situe sensiblement vers 990 °C ; cette température est à comparer avec celle trouvée par Krueger [16], à savoir 980 °C.

Lors du refroidissement, après maintien de 15 min à 990 °C, la courbe dilatométrique (Fig. 8) montre qu'il se développe une nette contraction entre 820 et 640 °C : cette dernière est liée à la précipitation de la phase γ'' . Par ailleurs, le changement de pente observé entre 640 et 420 °C pourrait traduire une faible précipitation de la phase γ' . Au terme du refroidissement, l'observation de l'échantillon en microscopie optique montre qu'il y a eu formation de quelques lamelles de phase β aux joints des grains (Fig. 9). Ceci justifie que, dans l'intervalle de température (820 °C/640 °C), en plus de la phase γ'' , il y ait aussi précipitation d'une certaine quantité de phase β .

D'autre part, le diagramme d'A.T.D. enregistré à partir d'un échantillon initialement dans l'état de livraison, est donné figure 10. On y observe un pic exothermique entre 400 et 650 °C, correspondant à la précipitation de la phase γ' . Il se produit ensuite un net phénomène endothermique entre 650 et 830 °C, qui est lié à la dissolution de cette phase γ' . Ce processus est relayé par un second phénomène endothermique entre 830 et 880 °C, qui est attribuable à la dissolution de la phase γ'' formée antérieurement lors du revenu de 8 h à 720 °C. À partir

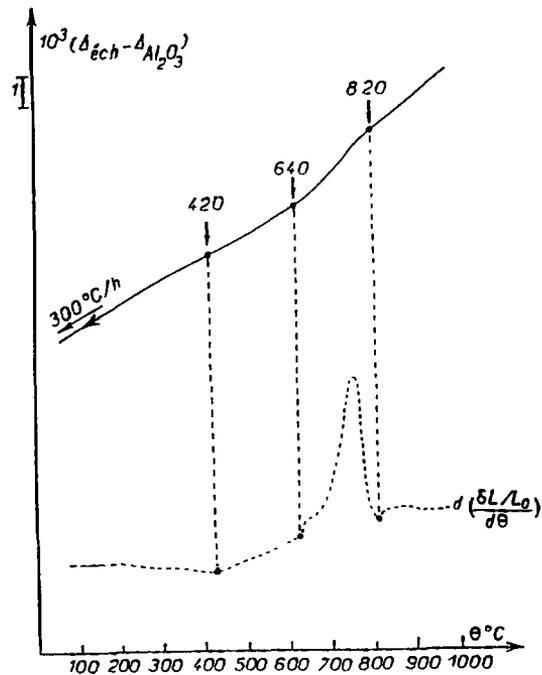


Fig 8 — Comportement dilatométrique au cours du refroidissement
[Dilatometric curve on cooling ($V = 300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$).]

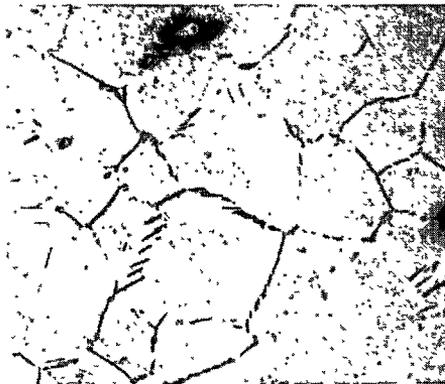


Fig. 9. — Structure micrographique de l'échantillon ayant subi un cycle dilatométrique ($300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$),
 $\times 500$

[Microstructure after a thermal cycle ($V = 300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$) up to $1000 \text{ }^\circ\text{C}$]

de $920 \text{ }^\circ\text{C}$, débute un troisième pic endothermique associé à la dissolution de la phase β . Au refroidissement, on observe seulement un pic exothermique entre 790 et $650 \text{ }^\circ\text{C}$, lequel doit être associé aux processus conjoints de précipitation des phases β puis γ'' . Cependant, il faut noter que l'analyse thermique différentielle n'a pas permis de mettre en évidence d'anomalie correspondant à la précipitation de la phase γ' .

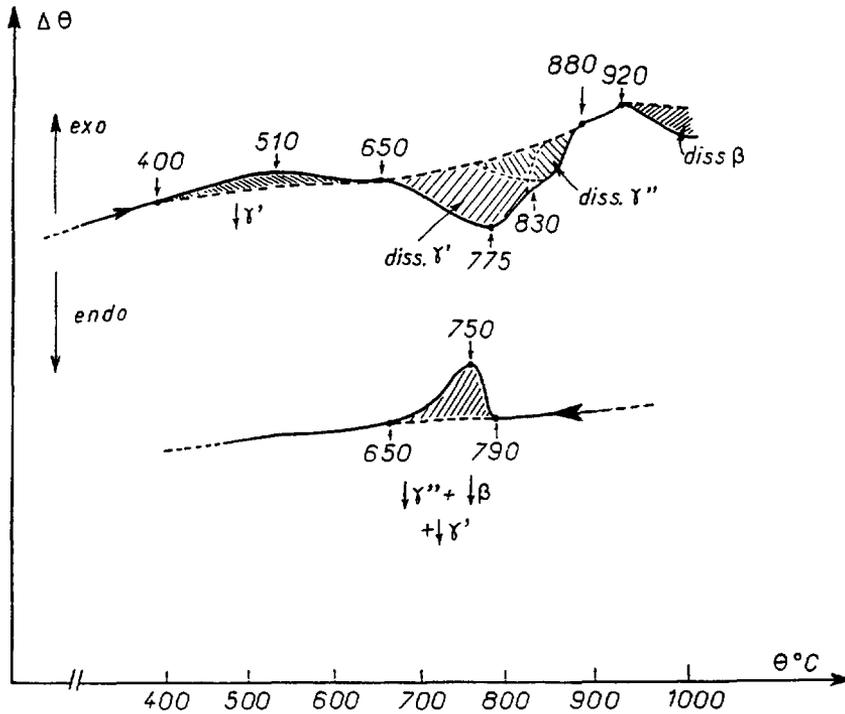


Fig. 10. — Courbe d'A.T.D. ($V = 300\text{ }^{\circ}\text{C h}^{-1}$). État de livraison.
[D.T.A. curve ($V = 300\text{ }^{\circ}\text{C h}^{-1}$); sample in the as-received state]

Compte tenu des résultats précédents, il a été possible de déterminer les conditions optimales d'homogénéisation de l'alliage, puis d'étudier son comportement au cours de chauffages et de refroidissements effectués à différentes vitesses.

3.2.1. Comportement du matériau au chauffage. — En utilisant un dilatomètre à vitesse rapide, nous avons porté un échantillon, initialement dans l'état de livraison, jusqu'à la température de $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ (sous vide) avec une vitesse de chauffe $V_c = 1\text{ }^{\circ}\text{C s}^{-1}$.

La courbe obtenue (Fig. 11) montre les faits suivants :

- une faible expansion, entre 495 et $675\text{ }^{\circ}\text{C}$, qui traduit le phénomène de dissolution de la phase γ' ;
- une seconde expansion, mieux marquée, dans le domaine $675/910\text{ }^{\circ}\text{C}$, laquelle est liée à la dissolution de la phase γ'' ;
- on remarque qu'aux températures supérieures à $910\text{ }^{\circ}\text{C}$, la courbe reste quasiment linéaire, du moins jusqu'à la température de $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ceci nous laisse penser que la température d'homogénéisation de l'alliage doit être choisie dans ce domaine de température. De ce fait, nous avons été amenés à effectuer — sur des échantillons dans l'état de livraison — des traitements isochrones (d'une durée d'une heure) à des températures comprises entre $910\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ces échantillons ont ensuite été soumis à des essais de dureté et à des examens micrographiques.

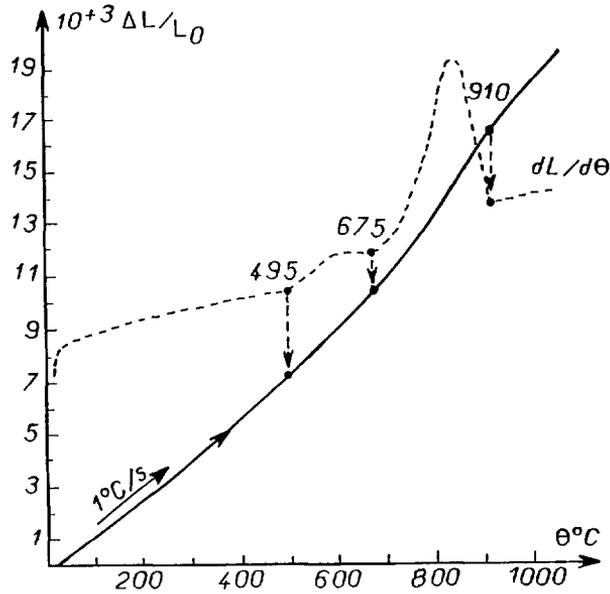


Fig. 11. — Comportement dilatométrique au cours du chauffage ($V_c = 1 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$).

[Dilatometric curve on heating ($V_c = 1 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$)]

Tableau III. — Variation de la taille des grains et de la dureté en fonction de la température de traitement à haute température.

[Change in grain size and hardness with temperature.]

Traitements thermiques	930 °C/1 h	960 °C/1 h	990 °C/1 h	1020 °C/1 h	1050 °C/1 h	1080 °C/1 h
\varnothing (μm)	20	21,5	30	40	80	146
HV 200 N	229 \pm 4	219 \pm 2	200 \pm 4	180 \pm 3	170 \pm 2	161 \pm 4

La figure 12 donne les microstructures observées au terme des traitements isochrones effectués à ces différentes températures. Pour les deux traitements à 930 et 960 °C, on observe encore des quantités significatives de lamelles β aux joints des grains et à l'intérieur des grains. Pour le traitement à 990 °C, il n'y a plus de lamelles de phase β , ou du moins leur nombre est devenu négligeable. Pour des traitements à température supérieure à 990 °C, les lamelles de phase β ont disparu totalement, et on note qu'il s'est produit une augmentation considérable de la dimension moyenne des grains, notamment pour $\theta = 1050$ et 1080 °C.

D'après Muzyka [17], Marsh [4], Oradei-Basile and Radavich [18], la phase β serait l'une des phases précipitées qui permettraient de contrôler le grossissement des grains γ . Ceci nous a incités à tracer la courbe donnant l'évolution de la taille moyenne du grain (Fig. 13) ; elle montre que le grossissement du grain débute à compter de 960 °C. Par ailleurs, la figure 14 montre que la dureté est d'autant plus faible que la température de mise en solution a été plus élevée. Le tableau III regroupe les différentes valeurs obtenues pour la taille des grains et la dureté, en fonction de la température de traitement.

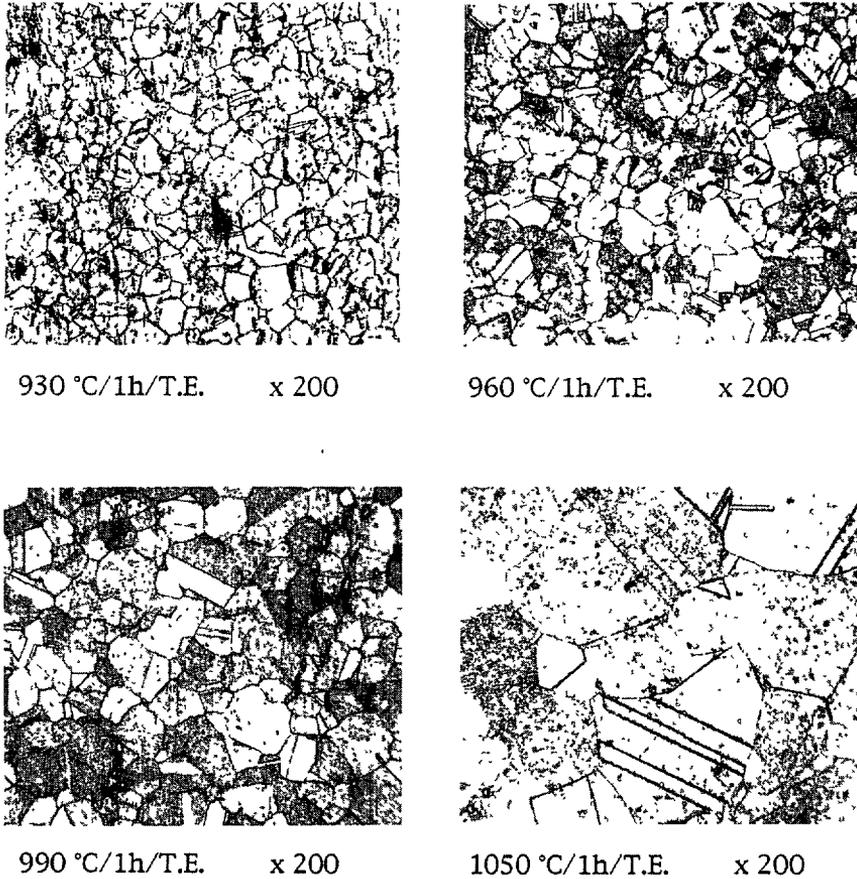


Fig. 12 — Microstructure après revenu isochrone à différentes températures. 930 °C/1 h/T.E. ($\times 200$) ; 960 °C/1 h/T.E ($\times 200$) , 990 °C/1 h/T.E ($\times 200$) , 1050 °C/1 h/T E ($\times 200$).

[Microstructure after treatment (1 h) at different temperatures followed by a water quench: 930 °C – 960 °C (top); 990 °C – 1050 °C (bottom).]

De ces résultats on déduit que la température de début de dissolution de la phase β est voisine de 960 °C, mais nous avons préféré retenir la température de 990 °C pour réaliser la mise en solution et l'homogénéisation de l'alliage sans risquer toutefois de faire grossir le grain γ . Par ailleurs, pour déterminer le temps de maintien (t_γ) nécessaire à cette homogénéisation, nous avons fait subir à un échantillon ($\varnothing = 2$ mm, $L = 12$ mm) un chauffage ($V_c = 1$ °C s^{-1}) jusqu'à $\theta_\gamma = 990$ °C ; nous l'avons ensuite maintenu à cette température pendant 30 min. L'enregistrement du comportement isotherme de l'échantillon à 990 °C (Fig. 15) met en évidence le fait qu'une contraction se produit au tout début du maintien (pendant les dix premières minutes). D'après ces résultats, les conditions optimales de traitement à appliquer seront les suivantes :

$$\theta_\gamma = 990 \text{ °C}, \quad t_\gamma = 15 \text{ min.}$$

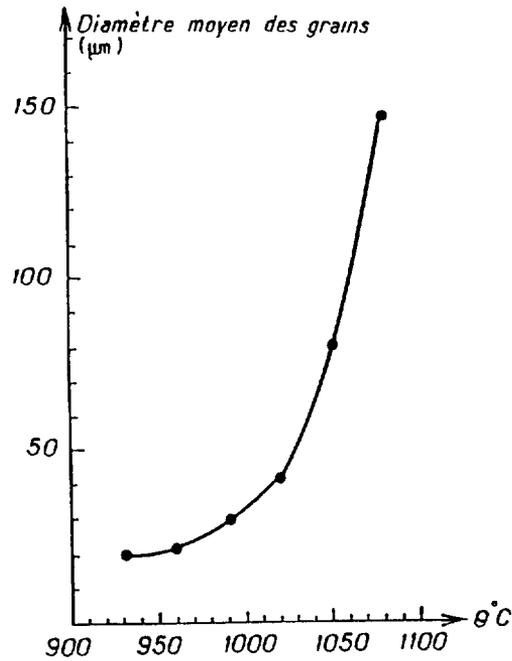


Fig. 13. — Évolution de la taille de grain en fonction de la température du traitement thermique (pour une durée constante de 1 h)

[Change in grain size with temperature (constant time of treatment: 1 h)]

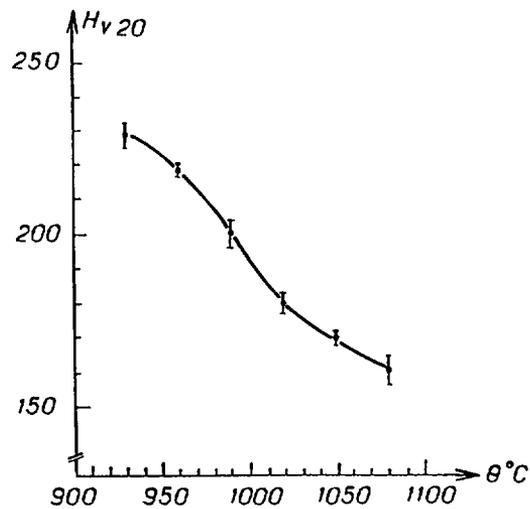


Fig. 14. — Variation de la dureté en fonction de la température, pour des revenus isochrones ($t_R = 1$ h).

[Change in hardness with temperature (for isochronal treatments $t_R = 1$ h)]

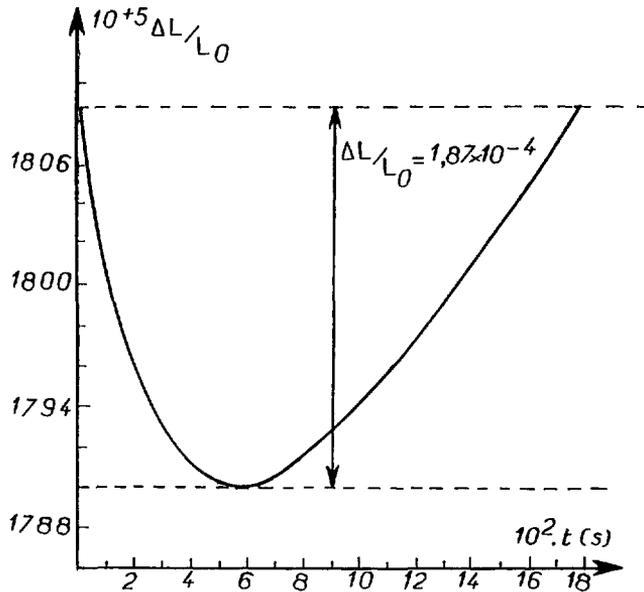


Fig. 15 — Comportement dilatométrique au cours du maintien à 990 °C.
[Isothermal holding at 990 °C]

Ce choix est en bon accord avec celui trouvé dans la littérature : en effet, avant d'effectuer des revenus isothermes sur l'Inconel 718, Radavich *et al.* [18] ont fait subir à leurs échantillons, initialement dans l'état de livraison, une homogénéisation de 15 min à 1000 °C, suivie d'une trempe à l'eau. Il faut noter que la contraction intervenant durant la première partie de l'enregistrement isotherme à 990 °C, correspond à la dissolution de la phase β (Ni_3Nb). Par ailleurs, le gonflement noté à partir de la dixième minute de maintien est manifestement lié à l'expansion de la maille γ . en effet, la phase β contient du niobium ayant un rayon atomique égal à 0,147 nm [19] ; la substitution de cet élément au sein de la maille C.F.C. de l'austénite provoque donc l'expansion de cette maille.

3.2.2. *Évolutions structurales à la faveur de refroidissements continus. Diagramme TRC.* — L'exploitation des courbes dilatométriques, enregistrées pour des vitesses de refroidissement comprises entre 0,08 et 150 °C s⁻¹, nous a permis de tracer le diagramme TRC de l'alliage. Les résultats obtenus ont été complétés par des mesures de dureté et des observations micrographiques

La figure 16 représente le diagramme T.R.C. de l'alliage préalablement homogénéisé 15 min à 990 °C. Le tableau IV rassemble les températures de début et de fin de précipitation au refroidissement, observées en fonction de la vitesse de refroidissement imposée. La figure 17 représente la variation de la dureté $H_V 0,5$ en fonction de la vitesse croissante de refroidissement. Aux vitesses très lentes ($V_R = 0,08$ °C s⁻¹), la dureté présente une valeur maximale : $H_v = 413$. Elle diminue ensuite rapidement et atteint $H_v = 253$ pour une vitesse de refroidissement $V_R = 1$ °C s⁻¹. Pour des vitesses supérieures, la dureté continue de diminuer légèrement jusqu'à la valeur de 221 pour $V_R = 50$ °C s⁻¹.

Les structures observées à l'échelle micrographique (Fig. 18a,b) sont sensiblement identiques : elles consistent en une matrice contenant quelques carbures ainsi que des lamelles de phase β

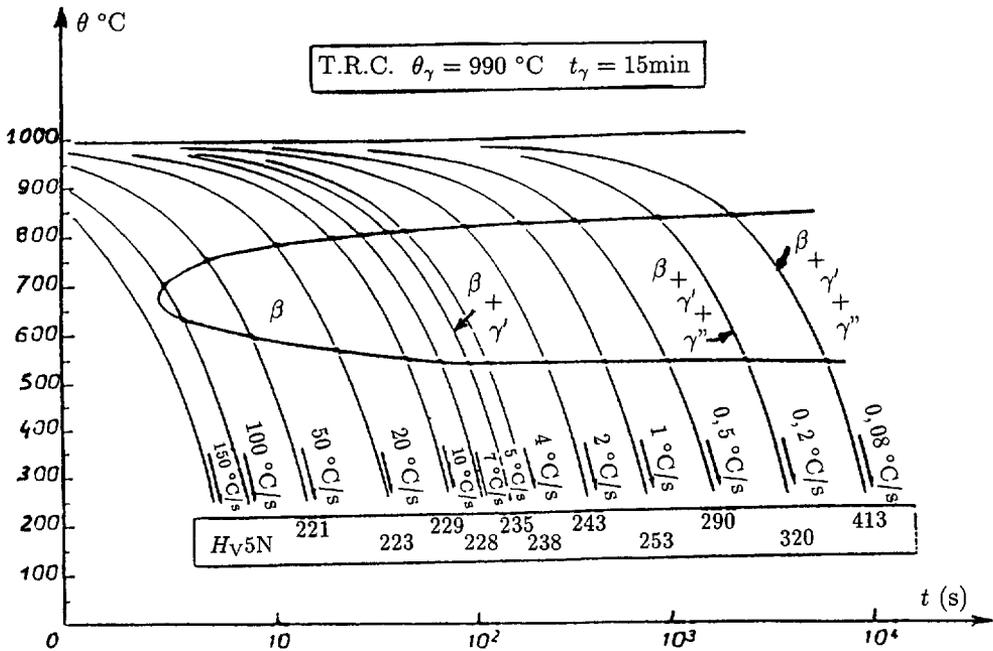


Fig. 16. — Diagramme T.R.C. de l'Inconel 718.

[CCT diagram for INC 718 ($\theta_\gamma = 990^\circ\text{C}$)]

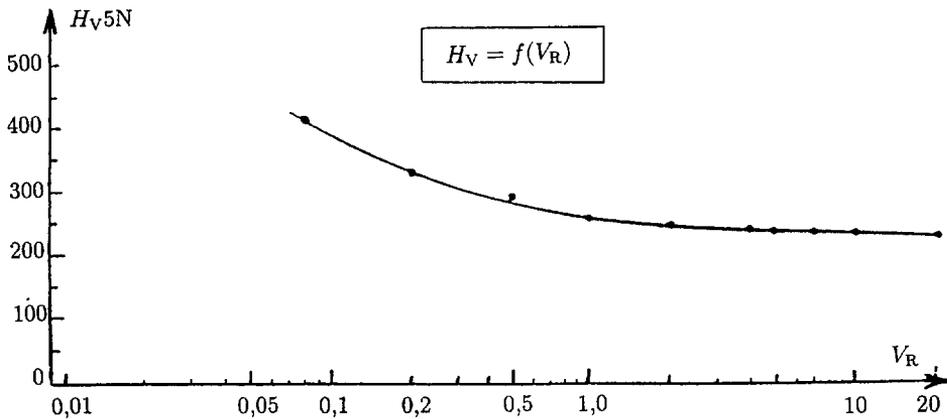


Fig 17 — Évolution de la dureté $H_V 0,5$ en fonction de la vitesse de refroidissement.

[Change in hardness in function of the cooling rate.]

(Ni_3Nb) ayant précipité dans les joints et à l'intérieur des grains γ .

Les examens effectués par microscopie électronique en transmission, sur des échantillons ayant subi un refroidissement à la vitesse de 5°C s^{-1} , révèlent la présence d'une quantité importante de dislocations et de quelques précipités (Fig. 19). On remarque cependant, sur certaines de ces dislocations, la présence de précipités de taille très petite et par conséquent

Tableau IV — *Températures de début et de fin de précipitation, pour les différentes vitesses de refroidissement mises en œuvre.*

[Temperatures for the beginning and the end of the precipitation process, according to the cooling rate.]

Vitesse (°C s ⁻¹)	0,08	0,2	0,5	1	2	4	5	7	10	20	50	100
Début de précipitation	820	815	815	815	810	805	800	795	790	780	750	700
Fin de précipitation	520	525	530	530	530	530	530	535	540	560	590	630

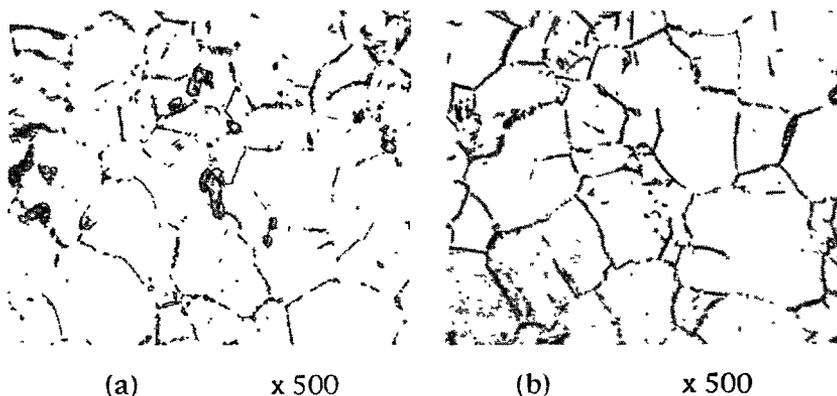


Fig 18. — Exemples de structures observées après refroidissement continu à 50 °C s⁻¹ et 0,5 °C s⁻¹. (a) $V_R = 50 \text{ °C s}^{-1}$, $H_{V0,5} = 221$ ($\times 500$). (b) $V_R = 0,5 \text{ °C s}^{-1}$, $H_{V0,5} = 290$ ($\times 500$)

[Microstructure after continuous cooling (a) $V_R = 50 \text{ °C s}^{-1}$, $H_v = 221$. (b) $V_R = 0,5 \text{ °C s}^{-1}$, $H_v = 290$ ($\times 500$)]



Fig 19. — Structure du matériau pour $V_R = 5 \text{ °C s}^{-1}$: dislocations ancrées par des précipités γ' . [Microstructure after continuous cooling ($V_R = 5 \text{ °C s}^{-1}$), dislocations pinned by γ' precipitates]

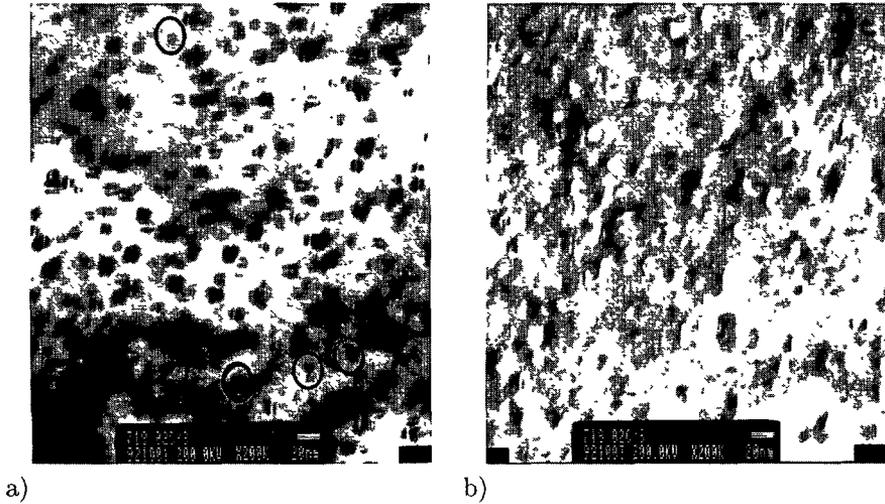


Fig 20 — Morphologie de la précipitation pour $V_R = 0,2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. (a) champ clair, (b) champ sombre. [Shape of γ'' and γ' precipitates after cooling at $V_R = 0,2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, (a) bright field, (b) dark field]

difficiles à identifier ; nous pensons qu'il s'agit vraisemblablement de précipités γ' . Cependant, en traçant le diagramme T.R.C de l'Inconel 718 ($\theta_\gamma = 1180 \text{ } ^\circ\text{C}$, $t_\gamma = 72 \text{ h}$) Loria [20] a montré que la précipitation de la phase γ' n'intervenait que pour des vitesses $V_R \leq 5 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. Dans le cas où $V_R = 0,2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, la micrographie en champ clair (Fig. 20a) montre qu'il y a eu précipitation de plaquettes de la phase γ'' . Ces précipités γ'' apparaissent en noir avec un contraste "double lobe" allongé : ceci montre que les précipités γ'' ne présentent pas une cohérence parfaite avec la matrice γ . Cependant il existe aussi, en plus petit nombre, des particules moins sombres et de forme sphérique présentant un contraste en "ailes de papillon". il s'agit de précipités γ' $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ de symétrie cubique simple [CS] (cerclés sur la Fig. 20). En champ sombre, seuls les précipités allongés γ'' sont éclairés ; par contre, les précipités γ' restent sombres (Fig. 20b).

Pour la vitesse de refroidissement $V_R = 0,08 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, la figure 21a démontre qu'il y a eu précipitation des phases γ' et γ'' ; la densité de ces phases est beaucoup plus importante que celle observée dans le cas de $V_R = 0,2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$. Les précipités γ' apparaissent moins sombres et de géométrie sphérique ; le plus souvent, ils sont accolés à des plaquettes de γ'' (cercles). Les précipités γ'' se présentent sous la forme de particules quelque peu allongées (présentant un contraste double lobe), qui se sont formées dans la matrice ou parfois au voisinage des joints. On notera, par ailleurs, que les précipités du type γ'' sont orientés suivant les trois directions $\langle 100 \rangle$ de la maille C.F.C. de la matrice (comme montré par le cliché de diffraction de la Fig. 21b).

3.2.3. Discussion. — Le diagramme TRC de la figure 16 montre que, quelle que soit la vitesse de refroidissement dans la gamme considérée, on observe qu'interviennent des phénomènes de précipitation, seulement marqués par des changements de pente sur les courbes dilatométriques. Pour des vitesses V_R supérieures à $10 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, l'intervalle de précipitation est, au plus, compris entre 800 et $600 \text{ } ^\circ\text{C}$ (il s'élargit à mesure que la vitesse V_R diminue). Par contre, pour les vitesses V_R inférieures à $5 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$, l'intervalle de précipitation est sensiblement constant ($850\text{--}550 \text{ } ^\circ\text{C}$).

Aux vitesses de refroidissement les plus fortes ($V_R > 10 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$), il semble que seule une quantité limitée de phase β puisse se former, essentiellement aux joints des grains γ . Il n'a pas été possible de procéder à des examens de lames minces, ces dernières ne pouvant être

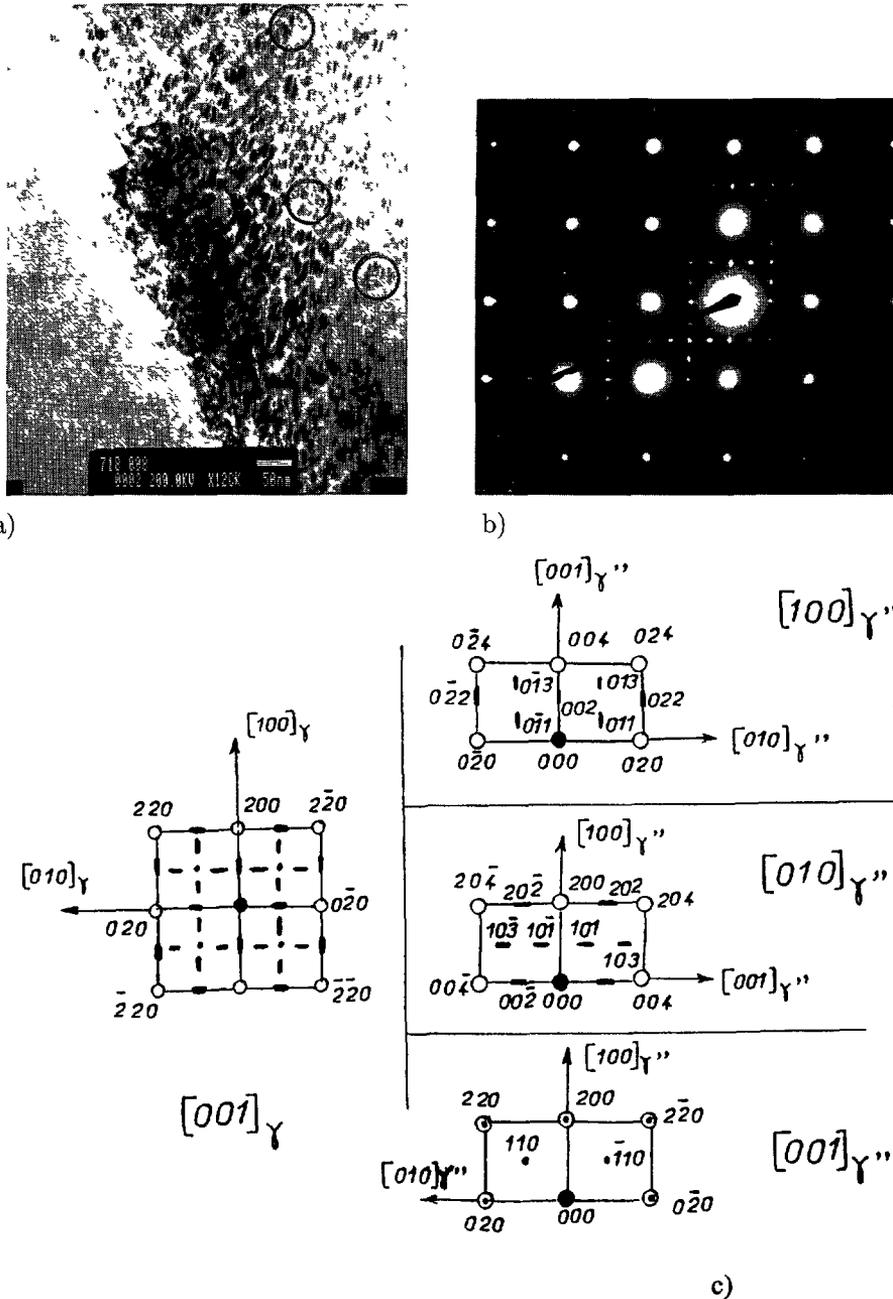


Fig. 21. — (a) Alliage refroidi à $V_R = 0,08 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$. Précipitation en plaquettes de la phase γ'' (champ clair) ; (b) diagramme de diffraction électronique comportant les taches de la matrice γ et de la phase γ'' , seules sont indexées les taches de la matrice ; (c) clef représentant les trois familles de précipités γ'' , seuls sont indexés les spots de γ'' .

[(a) Shape of γ'' and γ' precipitates (bright field) after cooling at $V_R = 0.08 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$; (b) electron diffraction pattern with spots of γ matrix and γ'' phase, (c) key showing the three sets of γ'' precipitates]

extraites des échantillons utilisés, de diamètre trop limité. Cependant, on notera que la dureté après trempe reste faible : 220–230 vickers, ce qui exclut la présence de fractions volumiques significatives des phases durcissantes.

Dès que la vitesse de refroidissement est telle que $V_R \leq 5 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, des lames minces ont pu être extraites d'échantillons de diamètre plus important ; des précipités γ' , de forme sensiblement sphérique, ont pu être observés – ceci étant en accord avec les observations mentionnées par Loria [20].

Cependant, le fait que pour $1 < V_R < 5 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ la dureté après trempe n'excède pas 240–250 vickers, montre que la fraction volumique de γ' reste faible et que ce type de précipité est peu durcissant dans le cas de l'alliage INC 718.

Pour des vitesses $V_R < 0,5 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, l'examen micrographique révèle toujours qu'il y a eu formation de β , tandis que l'examen de lames minces montre désormais la présence conjointe des phases γ' et γ'' . Parallèlement, la dureté après trempe croît significativement de 290 à 415 vickers à mesure que V_R diminue de 0,5 à 0,08 $^\circ\text{C s}^{-1}$. La fraction volumique de γ'' est bien plus importante que celle de γ' ; le durcissement constaté est bien essentiellement le fait de la présence de γ'' , phase de forme lenticulaire (ou de disque plat). Par ailleurs, on observe localement des précipités γ' hémisphériques avec plaquette de phase γ'' accolée le long du plan diamétral (ce qui est un des types d'association classiques de ces deux phases).

On retiendra donc que .

- il semble fort probable que la germination de la phase γ' soit plus aisée que celle de la phase γ'' , du moins dans le cas des vitesses de refroidissement élevées, et ce pour une valeur du rapport $\frac{\text{Ti} + \text{Al}}{\text{Nb}} = 0,71$ seulement ;
- un simple refroidissement continu, à la vitesse de $300 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$, confère un durcissement non négligeable à l'alliage ;
- la phase β se forme en plus ou moins grande quantité, quelle que soit la vitesse V_R mise en œuvre.

En ce qui concerne précisément cette phase β , Sundararaman *et al.* [1,2] ont conclu que cette phase d'équilibre était la seule observée au sein de la matrice γ pour des traitements effectués entre 900 et 1000 $^\circ\text{C}$, il n'est donc pas surprenant que cette phase puisse se former en premier au refroidissement et ce à partir de températures relativement élevées. Son mode de précipitation est manifestement hétérogène, les sites préférentiels de nucléation étant principalement (mais pas exclusivement) localisés aux joints des grains γ ; de fait, quelques précipités β ont pu être observés sur les parties incohérentes des macles de la matrice γ . Par ailleurs, vu que nous avons effectué des refroidissements continus, il était prévisible que le second mode de formation de la phase β (à partir des défauts d'empilement formés au sein des précipités γ'') avait très peu de chance d'être observé.

Conclusions

Le matériau étudié présente dans l'état de livraison, une structure γ (C.F.C.), avec des précipités β intergranulaires et des carbures primaires du type MC ; l'étude, par microanalyse X et par diffraction des rayons X, a permis de conclure que ces carbures MC étaient du type (Nb,Ti) C. En outre, l'étude par microscopie électronique en transmission a révélé la présence de précipités γ'' (disques allongés) et γ' (géométrie sphérique) avec prédominance de la phase γ'' . Par ailleurs, l'analyse dilatométrique, ainsi que celle par A.T.D., nous ont permis de préciser les limites en température des domaines dans lesquels interviennent, la précipitation ou la

dissolution des différents précipités. Ainsi, la phase γ' continue de précipiter dans l'intervalle des températures comprises entre 400 et 620–650 °C. À compter de 650 °C débute la dissolution de cette même phase γ' , laquelle disparaît vers 830 °C environ. La dissolution de la phase γ'' se produit entre 750 et 890 °C. Enfin, pour des températures supérieures à 890 °C, commence, d'abord la coalescence de la phase β , puis sa dissolution progressive (surtout au-delà de 920–960 °C).

Par dilatométrie isotherme à haute température, nous avons déterminé les paramètres optimaux de mise en solution de l'alliage, soit respectivement $\theta_\gamma = 990$ °C et $t_\gamma = 15$ min (du moins pour les échantillons de faibles dimensions utilisés en dilatométrie de trempe). Incidemment, la valeur de θ_γ retenue signifie que la température de solvus de la phase β est très sensiblement égale à 1000 °C.

L'étude des transformations en refroidissement continu nous a ensuite permis de tracer le diagramme T.R.C., pour les valeurs précitées de θ_γ et t_γ . Les caractéristiques essentielles de ce diagramme sont les suivantes :

- pour des vitesses de refroidissement $V_R > 100$ °C s⁻¹, seule la phase γ est observée ;
- pour $5 < V_R \leq 100$ °C s⁻¹ il y a seulement précipitation de la phase β ; la dureté des échantillons trempés dans de telles conditions est faible et varie peu ;
- pour $V_R = 5$ °C s⁻¹, en plus de la phase β , il y a précipitation de la phase γ' , ce qui engendre un léger durcissement de l'alliage ;
- enfin, pour des vitesses $V_R < 5$ °C s⁻¹, il y a précipitation d'une troisième phase qui est la phase γ'' (Ni₃Nb). Cependant, plus la vitesse de refroidissement diminue, plus les fractions volumiques précipitées (de γ' et surtout de γ'') sont importantes. Par suite, la dureté après trempe devient nettement plus élevée : de fait, cette caractéristique passe de $H_v = 320$ (pour $V_R = 0,2$ °C s⁻¹) à $H_v = 413$ (pour $V_R = 0,08$ °C s⁻¹).

Remerciements

Nous tenons ici à remercier vivement M.J. Papier des Éts. Aubert et Duval, pour nous avoir aimablement fourni le matériau ayant fait l'objet de cette étude.

Bibliographie

- [1] Sundararaman M., Mukhopadhyay P. and Banerjee S., Precipitation of the δ -Ni₃Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys, *Metall. Trans.* **19A** (1988) 453-465.
- [2] Sundararaman M., Mukhopadhyay P. and Banerjee S., Precipitation and Room Temperature Deformation Behaviour of Inconel 718, *Superalloys 718* 625, 706 and Various Derivatives, E.A. Loria, Ed., The Minerals, Metals & Materials Society (1994) pp. 419-440.
- [3] Cozar R. and Pineau A., Morphology of γ' and γ'' Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys, *Metall. Trans.* **4** (1973) 47-59.
- [4] Marsh A.E., Aerospace forgings – materials, processes, products, *Metallurgia* **1** (1982) 10-20.

- [5] Slama Ch., Analyse des évolutions structurales et des processus de précipitation intervenant dans l'alliage à base de nickel Inconel 718, Thèse de Doctorat, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay (1993).
- [6] Watchel E.F. and Rack H.J., Phase Stability and Aging Response of TiC Reinforced Alloy 718, Superalloy 718 – Metallurgy and Applications (The Minerals, Metals & Materials Society, 1989) p. 599.
- [7] Perio P., Thèse Doc. État, Paris (1953).
- [8] Cozar R., Étude de la précipitation des phases γ' ($L1_2$) et γ'' (DO_{22}) dans des aciers austénitiques Fe–Ni–(Co)–Ta et des superalliages dérivés de l'Inconel 718, Thèse de Docteur–Ingénieur (Université de Nancy 1, 1973).
- [9] Pearson W.B., A handbook of lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys (Pergamon Press, Vol. 1, 1964; Vol. 2, 1967).
- [10] Diconza P.J., Biederman R.R. and Burger J.L., Microstructural Characterization of Alloy 718. (Microstructural Science, Vol.18, (1990) ASM International) pp. 89-100.
- [11] Merrick H.F., Effect of Heat Treatment on the Structure and Properties of Extruded P/M Alloy 718, *Met. Trans.* **7A** (1976) 505-514.
- [12] Wagner H.J. and Hall A.M., DMIC-217 (1965).
- [13] Muzyka D.R. and Maniar G N , Effects of solution treating temperature and microstructure on the properties of hot-rolled 718 alloys. *Met. Engin. Quart. ASM.* **11** (1969) 23-34.
- [14] Eiselstein H.L , Metallurgy of Columbium-hardened Ni–Cr–Fe alloy. *ASTM, STP* **369** (1965) 62
- [15] Boesch W.J. and Canada H.B., Precipitation reactions and stability of Ni_3Nb in Inconel 718, *J. Metals* **10** (1969) 34-38.
- [16] Krueger D D., The development of direct age 718 for gas turbine engine disk applications Superalloy 718 – Metallurgy and Applications (The Minerals, Metals & Materials Society, 1989) pp. 279-296.
- [17] Muzyka D.R., Controlling microstructures and properties of superalloys *via* use of precipitated phases, *Met. Engin. Quart.* **11** (1971) 12-20.
- [18] Oradei-Basile A. and Radavich J.F., A Current T-T-T diagram for wrought alloy 718 Superalloys 718, 625 and Various Derivatives (The Minerals, Metals & Materials Society, 1991) pp. 325-335.
- [19] Schubert K., Intermetallic Compounds (J H. Westbrook, John Wiley & Sons, Inc. London Eds , 1967) 100.
- [20] Loria E. A., Recent Developments in the progress of Superalloy 718, *The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society* **6** (1992) 33-36.