

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: **79400302.0**

㉔ Date de dépôt: **14.05.79**

㉑ Int. Cl.²: **B 22 F 1/00**
B 22 F 3/14, C 22 C 19/08
C 22 C 1/04, C 22 C 33/02
B 22 F 9/00

㉓ Priorité: **16.05.78 FR 7814432**

㉕ Date de publication de la demande:
28.11.79 Bulletin 79/24

㉖ Etats Contractants Désignés:
DE GB SE

㉗ Demandeur: **COMMISSARIAT A L'ENERGIE**
ATOMIQUE Etablissement de Caractère Scientifique
Technique et Industriel
31/33, rue de la Fédération
F-75015 Paris(FR)

㉘ Inventeur: **Devillard, Jacques**
"La Bastide" Chemin de Rozat
F-38330 Saint Ismier(FR)

㉙ Mandataire: **Mongredien, André et al,**
c/o Brevatome 25, rue de Ponthieu
F-75008 Paris(FR)

㉚ **Procédé de fabrication de pièces en alliage par métallurgie des poudres.**

㉛ L'invention a pour objet un procédé de fabrication de pièces en alliage par métallurgie des poudres.

Ce procédé consiste à préparer à partir des constituants dudit alliage une poudre ou un mélange de deux poudres comportant chacune tous les constituants dudit alliage, ladite poudre ou le mélange desdites poudres comportant une phase solide fusible à une température T_1 inférieure à la température théorique de brûlure T dudit alliage, puis à fritter sous charge ladite poudre ou le mélange desdites poudres à une température au moins égale à T_1 , ladite température étant telle qu'une seule des phases de la poudre soit liquide.

Application à la réalisation de disques ou d'aubes de turbines de machines tournantes.

EP 0 005 668 A1

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication de pièces en alliage par métallurgie des poudres, et plus particulièrement un procédé de fabrication de pièces en superalliage à base de nickel ou à base de fer, présentant la forme de disques ou d'aubes de turbines de machines tournantes.

Jusqu'à présent, on a réalisé de telles pièces soit par des techniques de coulée et de forgeage, soit par métallurgie des poudres.

Les procédés de fabrication par coulée et par forgeage présentent certains inconvénients, notamment pour la réalisation de pièces en alliage très chargé en éléments d'addition car les opérations de coulée et de transformation par forgeage deviennent de plus en plus complexes en raison des difficultés dues principalement à l'apparition de ségrégations qui augmentent la fragilité des alliages.

Les procédés de fabrication par métallurgie des poudres permettent d'éviter l'inconvénient précité car en divisant l'alliage en micro-lingots que l'on associe ensuite par frittage, il est possible de réaliser des préformes très alliées présentant un minimum de ségrégations.

Cependant, ces procédés présentent d'autres inconvénients liés principalement au mode de frittage des poudres, qui est généralement réalisé par compression hydrostatique ou par frittage en phase liquide.

En effet, les procédés faisant appel à un frittage par compression hydrostatique sont très onéreux car ils exigent l'emploi de dispositifs très complexes pour obtenir les pressions aux températures très élevées nécessaires pour le frittage. Par ailleurs, ils sont peu adaptés à la réalisation de disques à aubes intégrées.

Les procédés faisant appel à un frittage en phase liquide nécessitent l'emploi d'un adjuvant de frittage tel que le nickel phosphoreux pour abaisser la température et la pression de mise en forme de la poudre, et l'adjonction d'un

élément étranger, même à des teneurs très faibles, risque d'altérer profondément les propriétés mécaniques de l'alliage

La présente invention a précisément pour objet un procédé de fabrication de pièces en alliage par métallurgie des poudres qui pallie les inconvénients précités car il
5 permet de réaliser un frittage en phase liquide sans nécessiter l'adjonction d'un élément étranger et sans mettre en oeuvre des pressions élevées.

Le procédé selon l'invention se caractérise en ce
10 qu'il consiste à préparer à partir des constituants dudit alliage une poudre ou un mélange de deux poudres comportant chacune tous les constituants dudit alliage, ladite poudre ou le mélange desdites poudres comportant une phase solide fusible à une température T_1 inférieure à la température
15 théorique de brûlure T dudit alliage, puis à fritter sous charge ladite poudre ou le mélange desdites poudres à une température au moins égale à T_1 , ladite température étant telle qu'une seule des phases de la poudre soit liquide.

Selon l'invention, ledit alliage est de préférence
20 choisi dans le groupe comprenant les alliages à base de nickel et les alliages à base de fer.

Le procédé tel que caractérisé ci-dessus tire avantageusement profit du fait que, en partant d'une poudre ou d'un mélange de poudres présentant la propriété de former
25 une phase liquide à une température inférieure à ce qu'il est convenu d'appeler la température théorique de "brûlure" de l'alliage, c'est-à-dire la température qui correspond à la fusion d'une phase d'un alliage dans lequel plusieurs phases se trouvent en équilibre, on peut réaliser le frittage en
30 phase liquide de la poudre à une température plus basse en évitant de plus dans certains cas que la totalité de la poudre ne forme une phase liquide.

Selon un premier mode de réalisation du procédé de l'invention, on prépare ladite poudre en refroidissant
35 rapidement des gouttelettes liquides dudit alliage de façon

à obtenir par solidification desdites gouttelettes des particules de poudre comportant une phase solide dont la composition ne correspond pas à l'équilibre, ladite phase solide étant fusible à une température T_1 inférieure à la température théorique de brûlure de l'alliage.

Les gouttelettes liquides peuvent par exemple être formées à partir d'un lingot cylindrique dudit alliage en portant à une température de fusion la surface d'extrémité dudit lingot entraîné en rotation autour de son axe afin que l'alliage en fusion soit éjecté de la surface d'extrémité du lingot, sous l'action de la force centrifuge, sous la forme de gouttelettes liquides.

En refroidissant rapidement ces gouttelettes liquides on ne suit pas les lois normales d'équilibre et l'apparition des différentes phases de solidification se produit hors équilibre.

Dans le cas d'un alliage à base de nickel, le liquide présent à l'interface de solidification atteint rapidement la composition eutectique alors que la partie solidifiée de l'alliage ne présente pas la composition correspondant à la limite de solubilité.

Ainsi, on obtient dans les particules de poudre une phase plus fusible dans les espaces interdendritiques et on peut utiliser cette phase plus fusible pour réaliser le frittage en phase liquide à une température inférieure à la température théorique de brûlure dudit alliage.

Ce mode de formation d'une phase plus fusible dans les particules de poudre peut s'appliquer à d'autres alliages que les alliages de nickel et en particulier à tous les alliages qui peuvent se ramener à des alliages binaires, par exemple à des aciers dans lesquels les espaces interdendritiques sont constitués par de la ferrite.

Selon un deuxième mode de mise en oeuvre du procédé de l'invention, on prépare ladite poudre en mélangeant de façon homogène une poudre d'un alliage A_1 et une poudre d'un

alliage A_2 , lesdits alliages A_1 et A_2 comportant tous les constituants dudit alliage mais ayant une teneur différente en au moins deux desdits constituants de façon que l'alliage A_1 forme une phase liquide à une température T_1 inférieure à la
5 température T_2 à laquelle l'alliage A_2 forme une phase liquide, et on fritte sous charge ledit mélange de poudres à une température comprise entre T_1 et T_2 .

De préférence, la concentration des principaux constituants des alliages A_1 et A_2 est identique et seules
10 varient les teneurs en certains éléments d'addition présents à des concentrations peu importantes, en particulier, les teneurs de certains éléments d'addition tels que le carbone, le bore et le zirconium.

En effet, en abaissant la concentration en carbone,
15 en bore, ou en zirconium d'un alliage à base de nickel, on parvient à élever la température de brûlure de cet alliage. Ainsi, la diminution de la teneur en carbone d'un alliage de nickel contenant 12 % de chrome, 18 % de cobalt, 3 % de molybdène, 4 % de titane, 5 % d'aluminium, 0,011 % de bore, 0,05 %
20 de zirconium, permet d'augmenter sa température de brûlure de plus de 60°C lorsqu'on passe d'une teneur en carbone de 0,2 % à une teneur de 0,003 %.

Ce second mode de mise en oeuvre du procédé de l'invention se révèle particulièrement avantageux car l'emploi
25 de deux types de poudre permet de ne former une phase liquide que dans un seul type de poudre sans nécessiter l'adjonction d'un élément étranger et en ne modifiant que très peu la teneur de l'une des poudres en l'un des constituants de l'alliage.

Dans ce second mode de mise en oeuvre du procédé
30 de l'invention, le mélange de poudres est, par exemple, constitué par des volumes égaux de poudre d'alliage A_1 et de poudre d'alliage A_2 dont les granulométries sont sensiblement identiques par exemple de l'ordre de 50 à 300 μ . Cependant, on peut aussi utiliser des volumes variables de poudre d'alliage A_1 et
35 de poudre d'alliage A_2 à condition toutefois que dans le mélange

homogène de poudres, chaque particule moins fusible d'alliage A_2 soit en contact avec une particule plus fusible d'alliage A_1 . Par ailleurs, on peut utiliser des granulométries variables pour chacune des poudres d'alliage A_1 et d'alliage A_2 ,
5 par exemple dans le but d'obtenir un empilage de particules de poudres plus compact.

Pour le frittage, la durée et la pression du frittage sont choisies en fonction de la nature de l'alliage. Ainsi, dans le cas de pièces en alliage à base de nickel, la pression
10 de frittage est avantageusement de l'ordre de 100 bars et la durée de soixante minutes.

Pour l'opération de frittage de la poudre ou du mélange de poudres, il est préférable de porter le plus rapidement possible la poudre ou le mélange de poudres à la température de frittage, par exemple en réalisant le chauffage de
15 façon telle qu'on augmente la température de la poudre ou du mélange de poudres de 1 000 à 10 000°C par heure. En opérant ainsi, on évite une diffusion importante et une homogénéisation au cours du chauffage de la poudre, ce qui serait néfaste
20 à l'obtention d'une bonne cinétique de frittage.

Par ailleurs, lorsque la poudre ou le mélange de poudre se trouve à la température de frittage, il est important de ne maintenir la poudre ou le mélange de poudres à cette température de frittage que pendant une durée relativement
25 court pour éviter la diffusion et le grossissement des grains et obtenir ainsi une structure dense bien frittée et homogène globalement.

De préférence, on maintient la poudre ou le mélange de poudres à la température de frittage pendant une durée
30 d'au plus une heure.

L'invention sera mieux comprise à la lecture des exemples qui suivent donnés bien entendu à titre illustratif et non limitatif. Un exemple se rapporte à la fabrication d'une
pièce en alliage de nickel, selon le second mode de mise en
35 oeuvre du procédé de l'invention, c'est-à-dire par frittage

d'un mélange de poudres de deux alliages ayant une composition voisine, l'autre se rapportant à un frittage d'un alliage à base de fer selon le premier mode de mise en oeuvre.

EXEMPLE I

5 En premier lieu, on prépare à partir des constituants de l'alliage de nickel deux poudres d'alliages A_1 et A_2 qui se différencient par leur teneur en carbone et en nickel. La première poudre d'alliage A_1 contient 12 % de chrome, 18 % de cobalt, 3 % de molybdène, 4 % de titane, 5 % d'aluminium,
10 0,011 % de bore, 0,05 % de zirconium et 0,2 % de carbone, le reste étant constitué par du nickel, et la seconde poudre d'alliage A_2 contient 12 % de chrome, 18 % de cobalt, 3 % de molybdène, 4 % de titane, 5 % d'aluminium, 0,011 % de bore, 0,05 % de zirconium et 0,003 % de carbone, le reste étant
15 constitué par du nickel.

Les poudres d'alliage A_1 et d'alliage A_2 ont chacune une granulométrie comprise entre 50 et 300 μ .

On mélange ensuite des volumes identiques de poudre d'alliage A_1 et de poudre d'alliage A_2 pendant trente minutes,
20 puis on introduit le mélange de poudres dans un moule en céramique ou en métal réalisé, par exemple, par un procédé tel que le moulage en cire perdue, le schoopage ou tout autre procédé permettant la réalisation de moules simples ou complexes, à parois d'épaisseur comprise entre 1 et 2 mm, suffisamment
25 résistantes pour être manipulées. Ce moule comporte à sa partie supérieure une masselotte cylindrique particulière qui permet d'ajouter à la partie supérieure du moule une quantité supplémentaire du mélange de poudre.

On dispose ensuite le moule à l'intérieur d'un
30 dispositif chauffant, en intercalant entre les parois du moule et le dispositif une poudre métallique réfractaire présentant une faible aptitude au frittage, à la température choisie pour le frittage du mélange de poudres.

On porte ensuite le moule contenant le mélange de
35 poudres à une température d'environ 1 290°C, en réalisant le chauffage du moule rempli de poudres très rapidement, par

exemple en augmentant sa température de 1 000°C par heure. On maintient ensuite le moule à la température choisie de 1 290°C, sous une pression uniaxiale de 50 à 100 bars, pendant une durée d'environ soixante minutes pour assurer le frittage du mélange de poudre. La mise en compression de la poudre pendant le frittage est réalisée au moyen d'un piston en matériau réfractaire qui prend place à la partie supérieure du moule et peut coulisser dans la masselotte cylindrique afin de charger à l'intérieur du moule la quantité supplémentaire de poudre placée initialement dans cette masselotte, en contribuant ainsi à éliminer la porosité dans la pièce frittée. Après démoulage, les pièces présentent un état de surface parfait avec des grains d'une dimension moyenne de 50 μ .

EXEMPLE II

On prend une poudre d'acier rapide M₂ (de composition suivante : 0,8 % C ; 4 % Cr ; 6,5 % W ; 5 % Mo ; 1,7 % V ; le reste étant du fer et quelques impuretés).

Cette poudre, obtenue par centrifugation d'un barreau, révèle par métallographie une structure ferritique δ avec excès de liquide eutectique provenant du non équilibre lors de la solidification.

Cette poudre, dont le diamètre de grains se situe entre 100 et 600 μ , est frittée à 1 200-1 220°C pendant trois minutes sous 300 bars.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication de pièces en alliage par métallurgie des poudres, caractérisé en ce qu'il consiste à préparer à partir des constituants dudit alliage une poudre ou un mélange de deux poudres comportant chacune tous les
5 constituants dudit alliage, ladite poudre ou le mélange desdites poudres comportant une phase solide fusible à une température T_1 inférieure à la température théorique de brûlure T dudit alliage, puis à fritter sous charge ladite poudre ou le mélange desdites poudres à une température au moins égale à
10 T_1 , ladite température étant telle qu'une seule des phases de la poudre soit liquide.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit alliage est choisi dans le groupe comprenant les alliages à base de nickel et les alliages à base de fer.

15 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on prépare ladite poudre en refroidissant rapidement des gouttelettes liquides dudit alliage de façon à obtenir par solidification desdites gouttelettes des particules de poudres comportant une phase solide dont la
20 composition ne correspond pas à l'équilibre, ladite phase solide étant fusible à la température T_1 .

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on prépare ladite poudre en mélangeant de façon homogène une poudre d'un alliage A_1 et une
25 poudre d'un alliage A_2 , lesdits alliages A_1 et A_2 comportant tous les constituants dudit alliage mais ayant une teneur différente en au moins deux desdits constituants de façon que l'alliage A_1 ait une phase liquide à une température T_1 inférieure à la température T_2 à laquelle l'alliage A_2 forme une
30 phase liquide, et en ce que l'on fritte ledit mélange de poudres à une température comprise entre T_1 et T_2 .

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que lesdits alliages A_1 et A_2 comprennent au moins un

constituant choisi dans le groupe comprenant le carbone, le bore et le zirconium et en ce que lesdits alliages A_1 et A_2 ont une teneur différente en au moins l'un des constituants choisis dans le groupe comprenant le carbone, le bore et le zirconium.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'alliage A_1 est un alliage de nickel comprenant 12 % de chrome, 18 % de cobalt, 3 % de molybdène, 4 % de titane, 5 % d'aluminium, 0,011 % de bore, 0,05 % de zirconium, 0,2 % de carbone, le reste étant constitué par du nickel et en ce que l'alliage A_2 est un alliage de nickel comprenant 12 % de chrome, 18 % de cobalt, 3 % de molybdène, 4 % de titane, 5 % d'aluminium, 0,011 % de bore, 0,05 % de zirconium, 0,003 % de carbone, le reste étant constitué par du nickel.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'on fritte ledit mélange de poudres à une température d'environ 1 290°C sous une pression d'environ 100 bars.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisé en ce que ladite poudre comprend des volumes sensiblement égaux de poudre d'alliage A_1 et de poudre d'alliage A_2 .

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que pour réaliser le frittage de ladite poudre, on chauffe ladite poudre de façon à atteindre le plus rapidement possible ladite température de frittage.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'on chauffe ladite poudre de façon telle qu'on augmente la température de ladite poudre de 1 000 à 10 000°C par heure.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que l'on maintient ladite poudre ou le mélange desdites poudres à la température de frittage pendant une durée d'au plus une heure.

0005668

Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 79 40 0302

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. ³)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
X	FR - A - 2 296 491 (UNITED TECHNOLOGIES CORP.) * revendications 1,5,7 *	1,2,4,5	B 22 F 1/00 B 22 F 3/14 C 22 C 19/08 C 22 C 1/04 C 22 C 33/02 B 22 F 9/08
	-- FR - A - 968 581 (BÖHLER) * résumé 1a,c; page 1, colonne de gauche, ligne 39 - colonne de droite, ligne 2 *	1,2	
	-- FR - A - 1 263 847 (BSA) * résumé 1,2,3,12 *	2,5,6	
A	GB - A - 888 274 (GENERAL ELECTRIC) * revendications 4,6; page 1, lignes 50-57 *	3,6	B 22 F 1/00 C 22 C 1/04 C 22 C 19/08 C 22 C 33/02
A	FR - A - 949 279 * résumé 1a, d *	1,2	
P	GB - A - 1 535 409 (FORD) * revendications 19,20 *	1,2,7,11	
P	FR - A - 2 394 614 (U.S. DEPARTMENT OF ENERGY) * revendication 15 *	1,2	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ³)
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
			&: membre de la même famille, document correspondant
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 16-08-1979	Examineur SCHRUEERS