(1) Numéro de publication:

**0 148 688** A2

12

#### **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: 84402647.6

5 Int. Ci.4: C 22 F 1/10

② Date de dépôt: 19.12.84

30 Priorité: 21.12.83 FR 8320436

① Demandeur: SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION, "S.N.E.C.M.A.", 2 Boulevard Victor, F-75015 Paris (FR)

Date de publication de la demande: 17.07.85
Builetin 85/29

Inventeur: Leonnard, Alain Roger, 26, rue Fragonard, F-91240 Saint Michel sur Orge (FR) Inventeur: Leray, Janick Jean-Marie Lucien, 26, square Alain Fournier, F-91100 ST. Germain Les Corbeil (FR)

Etats contractants désignés: DE FR GB

Mandataire: Moinat, François, S.N.E.C.M.A. Service des Brevets Boîte Postale 81, F-91003 Evry Cedex (FR)

Procédé de traitements thermomécaniques pour superaillages en vue d'obtenir des structures à hautes caractéristiques mécaniques.

Be traitements thermomécaniques de superalliages permettant d'obtenir à la fois une structure fine et homogène, des grains écrouis, une diminution des contraintes propres de refroidissement et l'absence de phase parasite (Ni<sub>3</sub>Nb- $\delta$  sous forme de plaquettes pour les bases Ni) sont caractérisés par un maintien isotherme à température et durée déterminées, après déformation, dans la séquence d'ébauche finale et dans la séquence de finition qui suit en enchaînement, par un taux de déformation limité et par un traitement thermique final constitué uniquement d'un revenu de précipitation de phase durcissante, ce traitement final pouvant suivre la séquence de finition, soit en enchaînement, soit après un refroidissement à l'air.

# PROCEDE DE TRAITEMENTS THERMOMECANIQUES POUR SUPERALLIAGES EN VUE D'OBTENIR DES STRUCTURES A HAUTES CARACTERISTIQUES MECANIQUES

- 5 La présente invention concerne un procédé de traitements thermomécaniques applicables à des superalliages et permettant d'obtenir des structures à hautes caractéristiques mécaniques.
- 10 Les conditions économiques actuelles et les performances requises pour les turbomachines aéronautiques en développement provoquent un regain d'intérêt pour les alliages à base de nickel, du type NC 19 Fe Nb (désignation commerciale : INCONEL 718).
- Son coût relativement bas, l'absence de cobalt dans sa composition et l'expérience accumulée avec cet alliage depuis de nombreuses années, tant en élaboration qu'en forge et en utilisation sur moteur, lui confèrent une position prépon-20 dérante parmi les alliages à hautes caractéristiques, pour des températures pouvant dépasser 650°C en courtes durées.

Des études de laboratoire réalisées par la demanderesse en vue d'améliorer cet alliage ont montré qu'une augmentation notable de certaines caractéristiques d'emploi - notamment de sa limite d'élasticité, de sa tenue en fatigue oligocyclique et au fluage - pouvait être obtenue par la génération de microstructures fines, homogènes, présentant un écrouissage résiduel associé à l'absence de phase Ni<sub>2</sub>Nb-d (delta) sous forme de plaquettes. Or, dans les conditions habituelles de forgeage de cet alliage, la structure des pièces apparaît souvent très hétérogène : des zones faiblement corroyées à gros grains cohabitent avec des domaines de structure dite duplex (gros grains écrouis et grains fins de recristallisation) tandis que les parties 35 épaisses des pièces soumises à un corroyage suffisant et à un refroidissement plus lent après forgeage, présentent une structure recristallisée à grains fins équiaxes. Cette observation a donc mis en évidence l'importance de certains paramètres des traitements thermomécaniques, tels que la température, la durée du chauffage, le taux de déformation, le mode de refroidissement, etc... dans la génération de la structure recherchée et par conséquent dans l'obtention des caractéristiques mécaniques améliorées.

On a ainsi étudié différentes gammes de traitements thermo10 mécaniques en vue de définir les paramètres des séquences
d'ébauche et de finition qui permettent de développer dans
l'alliage NC19 FeNb des structures homogènes à grains fins
et écrouis, caractérisées par l'absence de plaquettes
Ni<sub>3</sub>Nb-o, ces résultats devant être obtenus par un procédé
15 applicable à l'échelle de la production industrielle.

Il importe de souligner que les conditions actuelles de forgeage de l'alliage NC19 Fe Nb, retenues par différents forgerons, conduisent à des structures présentant un compromis à l'égard des caractéristiques mécaniques : l'amélioration de certaines propriétés peut, en effet, entraîner l'altération d'autres caractéristiques.

Ainsi, lors de la séquence de finition une température de réchauffage trop basse entraine la conservation de la structure fine due à la séquence précédente, avec cependant, précipitation de la phase Ni<sub>3</sub> Nb - dans les joints de grains ou, pour certaines conditions, à l'intérieur des grains, sous forme de plaquettes croissant préférentiellement dans les plans cristallographiques de type {111}. La phase d, de structure orthorhombique, est néfaste quelle que soit sa morphologie car elle fixe le niobium et limite ainsi la formation de la phase durcissante Ni<sub>3</sub> Nb - d' "(gamma seconde), métastable, de structure quadratique centrée.

Enfin, dans le cas de la morphologie en plaquette, la phase induit une sensibilité plus marquée à l'amorçage en fatigue

- 5 Inversement, le chauffage avant forgeage à une température trop élevée, évite la précipitation de phase den plaquettes, mais conduit par contre à un accroissement de la taille de grain, préjudiciable à la tenue en fatigue.
- 10 L'intérêt du procédé conforme à l'invention relève de la possibilité d'obtenir des structures à grains fins, selon des séquences de chauffage/forgeage garantissant simultanément l'absence de plaquettes de phase de l'existence d'un écrouissage résiduel indispensable à la consolidation de 15 l'alliage.

L'influence bénéfique d'une structure à grains fins sur la tenue en fatigue de l'INCONEL 718 est bien connue de l'homme du métier. C'est ainsi que le brevet U.S.-A-3 660 177 pro
20 pose une méthode d'affinement du grain basée sur la précipitation de la phase Ni<sub>3</sub> Nb - d au sein des grains avant l'opération de forgeage et le traitement de recristallisation. Le traitement de précipitation de la phase d'réalisé à 900°C environ, avant forgeage, conduit à une subdivision des grains par des plaquettes de phase d'qui se forment dans les plans de type {111}. Le traitement thermique, effectué après forgeage avec réduction d'épaisseur de 50 à

phase det une recristallisation de la structure. Ce procédé
30 permet d'obtenir des structures recristallisées, de 10 ASTM
ou plus dénommées "Minigrain", dont les caractéristiques
de fatigue sont améliorées, mais dont la tenue au fluage et
la ténacité sont notoirement insuffisantes pour un matériau
à hautes caractéristiques, nécessaires pour certaines appli35 cations industrielles.

65 %, entraîne une globulisation des plaquettes déformées de

Les conditions recherchées dans le cas particulier d'un alliage de type NC 19 Fe Nb de désignation commerciale INCONEL 718 pq se retrouvent également pour les superalliages à durcissement par précipitation, en général, dont ceux à base de nickel constituent une sous-classe.

En conséquence, la présente invention définit les paramètres thermomécaniques qui permettent d'obtenir une amélioration de l'ensemble des caractéristiques mécaniques pour 10 ces superalliages. Pour assurer la reproductibilité industrielle et l'obtention de résultats optimaux, un contrôle rigoureux est indispensable pendant tout le processus de fabrication, au niveau des paramètres de forgeage et des cycles de traitement thermique. En particulier, la tempéra-15 ture et le taux de déformation de la séquence de finition doivent être parfaitement définis afin d'éviter la croissance du grain et la précipitation d'une phase parasite, mais de générer au sein des grains une sous-structure de dislocations. En fait, pour atteindre ces objectifs, la méthode revendiquée par l'invention doit permettre de satisfaire quatre critères que les procédés connus jusqu'alors ne permettaient pas d'obtenir simultanément :

- structure fine et homogène ;
- 25 grains écrouis ;

5

- diminution des contraintes propres de refroidissement;
- absence de phase parasite.

Le procédé de traitement thermomécanique pour superalliages à durcissement par précipitation selon l'invention est caractérisé en ce que les étapes du procédé prises en enchaînement se composent, dans la séquence d'ébauche finale, de:

<sup>-</sup> a - une opération de chauffe,

- b - une opération de déformation à chaud par compression,

les conditions de température et de durée de la chauffe étant déterminées et un taux de déformation suffisamment élevé étant appliqué pour obtenir une structure de type duplex, en cours de recristallisation,

- c - un traitement thermique consistant en un maintien isotherme dont la température et le temps de maintien tien sont déterminés pour obtenir une structure homogène, de 7 ASTM ou plus et dans laquelle n'apparaissent pas de précipités de phase parasite,

dans la séquence de finition, qui s'enchaîne avec les éta
pes précédentes de la séquence d'ébauche finale, de :

- d - une opération de déformation par compression à chaud dont le taux de déformation est limité de telle sorte qu'un écrouissage de la structure homogène, précédente, à grains fins est obtenu par faible déformation de manière à consolider la structure sans produire de phénomène de recristallisation

en ce que le procédé est complété par un traitement thermique final dont l'étape unique est constituée de :

- e - un traitement de revenu qui permet de conserver la structure écrouie et de provoquer la précipitation de phase durcissante dans les conditions de traitement déterminées pour le superalliage considéré, en l'absence de phase parasite.

Avantageusement, un taux de déformation compris entre 30 % et 60 %, préférentiellement de 45 %, est réalisé lors de

30

20

l'opération de déformation à chaud par compression entrant dans la séquence d'ébauche finale, puis un taux de déformation de l'ordre de 8 % à 25% est réalisé de même dans la séquence de finition.

5

10

25

Dans l'application du procédé, selon l'invention, à des superalliages à durcissement par précipitation à base de nickel, la phase parasite, dont l'apparition est évitée au cours des étapes du procédé, est une phase  $Ni_3$  Nb de type  $\delta$  sous forme de plaquettes.

Dans l'application du procédé selon l'invention à un alliage de type NC 19 Fe Nb de désignation commerciale INCONEL 718 pq les conditions de chauffe dans la séquence d'ébauche finale sont 1040°C ± 10°C pendant cinquante minutes et le maintien isotherme est effectué à 970°C pendant trente minutes.

- D'autres caractéristiques et avantages de l'invention

  20 seront mieux compris à l'aide de la description ci-après,
  en se référant aux dessins annexés dans lesquels :
  - les figures 1 à 1A sont des microphotographies à deux grandissements, respectivement 50 fois et 300 fois, d'une pièce en INCONEL 718 révélant un grain de 7 ASTM après un maintien isotherme suivant un forgeage avec taux de déformation de 25 %,
- les figures 2 et 2A sont des microphotographies analogues à celle des figures 1 et 1A lorsque le taux de déformation est de 45 % pour un grain obtenu de 8-8,5 ASTM,
- les figures 3 et 3A sont également des microphotographies analogues à celles des figures 1, 1A ou 2, 2A lorsque le taux de déformation est de 60 % pour un grain obtenu de

8-8,5 ASTM,

5

- les figures 4 et 4 A sont des microphotographies analogues à celles des figures 1, lA et suivantes et révèlent un grain de 6-6,5 ASTM à la suite d'un maintien isotherme de trente minutes à 980°C après un forgeage avec un taux de déformation de 45 %,
- les figures 5 et 5 A sont des microphotographies obtenues dans les mêmes conditions que celles des figures 4 et 4 A à l'exception de la température de maintien isotherme qui est de 970°C et conduit à un grain de 8 ASTM,
- les figures 6 et 6 A sont des microphotographies obtenues

  dans les mêmes conditions que celles des figures 4, 4 A

  et 5, 5A à l'exception de la température de maintien isotherme qui est de 960°C et conduit à un grain de 8 ASTM,
- la figure 7 est une microphotographie électronique à
  grandissement 3200 fois d'une pièce en INCONEL 718 ayant
  suivi les séquences d'ébauche et de finition conformes à
  l'invention avec un taux de déformation en finition de
  10 % montrant des grains et des sous-grains écrouis,
- la figure 7 A est une microphotographie à grandissement 25000 fois obtenue dans les mêmes conditions que celle de la figure 7 et montrant un exemple de sous-joints et de sous-grains avec la répartition du réseau de dislocations,
  - la figure 8 est une microphotographie à grandissement 6400 fois d'une pièce en INCONEL 718 obtenue dans les mêmes conditions que celle de la figure 7 à l'exception

du taux de déformation en finition qui est de 15 % et montrant des grains écrouis et un petit grain de recristallisation,

5 - la figure 8 A est une microphotographie à grandissement 25000 fois montrant une structure, à sous-grains écrouis analogue à celle de la figure 7 A et obtenue dans les mêmes conditions, à l'exception du taux de déformation en finition qui est de 15 %,

10

15

- les figures 9 et 9A sont des microphotographies à deux grandissements, respectivement 50 fois et 300 fois, d'une pièce en INCONEL 718 obtenue selon un procédé connu par le brevet US 3 660 177 conduisant à une structure dite "minigrain" de taille 10-11 ASTM,
- les figures 10 et 10 A sont des microphotographies analogues à celles des figures 9 et 9A dont la structure est obtenue selon un procédé couramment utilisé conduisant à une structure à grains fins recristallisés, de taille 7-8 ASTM,
- les figures 11 et 11 A sont des microphotographies analogues à celles des figures 9 et 9A, 10 et 10A et correspondant à une structure obtenue en appliquant le procédé conforme à l'invention.

Nous allons développer les conditions qui permettent par le procédé conforme à l'invention d'apporter une solution 30 optimale au problème posé qui est d'obtenir simultanément pour un superalliage :

- une structure fine et homogène,
- des grains écrouis,
- une diminution des contraintes propres de refroi dissement,

- l'absence de phase parasite éventuelle et en particulier, dans le mode de réalisation de l'invention concernant l'INCONEL 718, l'absence de plaquettes de phase Ni<sub>3</sub> Nb - 6,

5

et par ces moyens, de réunir les avantages qui en découlent et, en particulier, de hautes caractéristiques mécaniques.

## Structures fines et homogènes

10

20

30

35

Les recherches effectuées pour l'obtention d'une structure homogène, à grains fins, ont mis en évidence l'influence de trois paramètres :

## 15 a) Incidence du taux de déformation

Des essais menés pour trois taux de déformation - 25 - 45 - 60 %, réalisés à 1040°C et suivis d'un maintien isotherme de recristallisation, ont conduit aux tailles de grains suivantes (figures 1 à 3A):

7 ASTM pour 25% 8/8 1/2 ASTM pour 45 % et 60 %

25 à partir d'une structure initiale de 3 1/2 ASTM.

La structure obtenue est par ailleurs plus homogène, à la suite d'une réduction des zones mortes : en effet, les parties de galet qui refroidissent prématurément au contact de l'outil, présentent, avant maintien isotherme, une structure écrouie et des grains de recristallisation dont la migration des joints s'est trouvée contrariée par refroidissement à des températures inférieures au domaine de recristallisation. Le maintien isotherme permet alors de faire évoluer la microstructure par généralisation de

la recristallisation à la plus grande partie de la pièce: les zones mortes sont donc réduites et la structure, affinée, puisque la taille de grain des parties internes du galet passe par exemple de 3 1/2 ASTM à 8 - 8 1/2 AST après 45% ou 60% de corroyage. Le taux de corroyage intermédiaire (45%), associé au maintien isotherme de recristallisation, assure donc l'obtention d'une structure fine et homogène, dont la troisième particularité réside dans l'absence de phase f en plaquettes. A l'intérêt économique que représente l'enchaînement entre déformation et maintien isotherme, sans repasser par la température ambiante, se greffe l'avantage d'éviter la formation de germes de phase d qui, normalement précipitent lors du refroidissement puis du réchauffage des pièces, par traversée du domaine d'existence de cette phase ( 800 - 990°C).

5

10

15

20

25

30

35

# b) Incidence de la température et du temps de maintien isotherme

Pour les mêmes conditions de forgeage (1040°C-45%), des maintiens isothermes ont été réalisés dans le domaine 960-980°C, chacun pendant une demi-heure.

Entre 960 et 980°C, le grain de recristallisation passe de 8 à 6-6,5 ASTM, la température intermédiaire 970°C-conférant une structure fine et homogène, de taille de grain d'environ 8 ASTM (figures 4 à 6A).

Ces résultats montrent l'intérêt de retenir la température de 970°C, pour un maintien isotherme d'une durée d'une demi-heure environ. Cette température permet ainsi d'accepter les tolérances de fonctionnement des fours industriels, une fluctuation de ± 10°C n'ayant alors qu'une incidence limitée sur la taille de grains de la

structure recristallisée.

En ce qui concerne le temps de maintien isotherme, ce facteur a une incidence modérée qui a été vérifiée. Un allongement du temps de maintien tend à provoquer un grossissement de la taille de grain. Cependant, en-dessous d'une heure de maintien aux températures définies, aucune influence néfaste décisive à l'égard du résultat final obtenu sur le produit fini, n'a été observée. Les résultats recherchés sont obtenus pour une durée de maintien sensiblement voisine de trente minutes et dans les conditions d'application industrielle cette durée reste toujours inférieure à une heure.

On notera que l'affinement du grain, selon l'invention, ne comporte pas les inconvénients de la méthode ayant fait l'objet du brevet US-A-3 660 177 mentionné cidessus qui consiste, en partie, à fragmenter artificiellement le grain par une précipitation de plaquettes de phase d.

Dans le procédé selon l'invention, l'élément Niobium est utilisé en totalité pour la formation de la phase durcissante Ni<sub>3</sub> Nb - 7 "; seuls, quelques germes de phase Ni<sub>3</sub> Nb - 7 peuvent être parfois décelés par microscopie à fort grandissement. La faible fraction volumique de ces germes et leur morphologie globulaire n'ont alors pas d'incidence néfaste à l'égard des propriétés mécaniques.

30

35

25

5

10

#### Ecrouissage des grains

A l'issue du maintien isotherme, une déformation finale a été réalisée. Différents taux de corroyage ont été testés entre 8 et 45 %, le refroidissement étant réalisé à l'air libre. Lorsque le taux de déformation excède 25 % de réduction d'épaisseur, de nouveaux germes de recristallisation sont générés et la structure est alors constituée d'un mélange de grains fins écrouis et de grains très fins recristallisés : leurs tailles respectives sont de 8 et 10/11 ASTM.

Une des caractéristiques de l'invention est de retenir, pour la déformation finale, des taux de déformation n'excédant pas 25 %. On obtient alors une structure homogène de 8 ASTM dont les grains présentent la particularité d'être pourvus d'un réseau de dislocations qui tendent, en partie, à se réarranger en une sous-structure très fine (\$\sime\$15 ASTM) également écrouie, au voisinage des joints de grains déformés (voir figures 7 à 8A). Ces dernières structures possèdent les caractéristiques mécaniques les meilleures, en raison de la consolidation de l'alliage par les dislocations et la sous-structure qui leur est associée.

# 20 Diminution des contraintes propres de trempe

35

brutes.

Il est de pratique courante dans les gammes de mise en oeuvre de l'alliage INCONEL 718, chez certains forgerons, de procéder à un refroidissement à l'eau en fin de chaude 25 de finition. Cette trempe est à l'origine de contraintes importantes qui sont libérées d'une façon hétérogène au cours de l'usinage et peuvent entraîner des déformations importantes, génératrices de rebuts coûteux.

Or, dans de telles gammes thermomécaniques, les taux de déformation finale atteignent des valeurs très élevées 60% environ) qui imposent un refroidissement à l'eau afin de modérer la recristallisation de la structure déformée, intervenant en partie lors du refroidissement des pièces

Deux types de séquences peuvent être adoptées dans le cadre de l'invention en fonction des moyens disponibles de l'atelier de forgeage :

- 5 séquence (a) : fin de forgeage
  - retour à la température ambiante
  - traitement de revenu
  - retour à la température ambiante
- 10 séquence (b) : fin de forgeage
  - traitement de revenu
  - retour à la température ambiante
- La première solution (a) consiste à laisser refroidir les pièces brutes, forgées, à l'air libre, sur des soles réfractaires, sans les empiler. Après refroidissement, les pièces subissent un traitement thermique limité au revenu R de précipitation de la phase ".
- Dans la seconde solution (b), la pièce forgée est directement placée dans un four, sans repasser par la température ambiante, pour subir le traitement de revenu R.
- Pour l'INCONEL 718, le traitement de revenu appliqué est un des traitements connus et consiste en un maintien de huit heures à 720°C suivi d'un refroidissement à la vitesse de 50°C par heure jusqu'à 620°C avec maintien de huit heures à 620°C, terminé par un refroidissement à l'air.

# 30 Absence de plaquettes de phase d

35

La gamme thermomécanique, objet de l'invention, a permis d'obtenir en fin de foogeage, une structure écrouie, à grains fins, exempte de phase  $\int$  en plaquettes. Le traitement T = 955°C - 1 h - air a été volontairement

écarté des gammes proposées. En effet, ce dernier dont le rôle devait assurer l'homogénéïsation de l'alliage, avant le traitement – R – de précipitation de la phase  $\delta$  ", conduit en fait, d'une part à la précipitation plus ou moins marquée des plaquettes de phase  $\delta$  et, d'autre part, à une recristallisation hétérogène, à l'origine d'une déconsolidation de l'alliage.

On notera que l'écrouissage résiduel obtenu par l'invention permet, entre autres choses, de faciliter dans certaines conditions la germination d'une phase mineure telle que Ni<sub>3</sub> Nb - d ou d'. Compte-tenu de l'objectif qui revient à éviter la précipitation de la phase d, il y a donc lieu de supprimer le traitement T dont la température appartient au domaine d'existence de la phase d.

Par contre, l'application du revenu, seul, permet de conserver l'écrouissage résiduel de la structure; de plus, le domaine de température de revenu (720-620°C) correspond à la précipitation unique de la phase durcissante d'.

# Exemple de gammes conformes à l'invention pour l'INCONEL 718

Il est bien entendu que ces gammes ne se rapportent qu'aux opérations de forgeage finales et ne préjugent en rien des opérations de définition en amont.

# 1°) Séquence d'ébauche

5

30

- Chauffage de la pièce à 1040°C † 10°C (50 minutes de maintien)
- Déformation à la presse : 45 %
- Mise au four à 970°C pendant 30 minutes

  A l'issue de cette séquence, la pièce ébauchée présente

une structure homogène, à grains fins.

## 2°) Séquence de finition

5

En fin de maintien isotherme, la pièce est sortie du four pour être directement écrasée avec un taux de déformation de 8 à 25 %.

10

Ce faible taux de déformation constitue un avantage important de la méthode : il permet d'utiliser des outils moins puissants, donc plus facilement disponibles et moins coûteux.

15

A l'issue de cette séquence, la pièce brute présente une structure : - homogène

- fine
- écrouie

# 3°) Refroidissement à l'air

20

Le refroidissement à l'air peut être effectué soit en fin de forgeage, soit à l'issue du traitement thermique final, sur une sole réfractaire (pour éviter les échanges thermiques trop rapides).

25

#### 4°) Revenu

30

Il est effectué dans les conditions du traitement de revenu standard de l'INCONEL 718, c'est-à-dire :

---

- un maintien de huit heures à 720°C suivi d'un refroidissement jusqu'à 620°C, à la vitesse de 50°C par heure, avec un maintien de huit heures à cette température puis un retour à la température ambiante en air calme.

# COMPARAISON DES CARACTERISTIQUES MECANIQUES DES PIECES

Dans les tableaux ci-après, nous procédons à une comparaison des caractéristiques mécaniques principales de trois 5 microstructures typiques (planche 4) pour l'Inconel 718 :

- A "Minigrain" selon brevet US 3 660 177 + T' R (pour une taille de grain de 10/11 ASTM)
   T' correspond à un traitement thermique d'une durée
   d'une heure à 980°C suivi d'un refroidissement à l'air.
- B Recristallisée à grains fins + T.R. (pour une taille de grain de 7/8 ASTM) T correspond à un traitement thermique d'une durée d'une heure à 955°C suivi d'un refroidissement à l'air.
  - C selon gamme proposée par l'invention (pour une taille de grain de 8 ASTM)

# 20 a) CARACTERISTIQUES DE TRACTION A 20 ET A 650°C (8 = 4,5 mm - 10 = 23 mm)

25	Structure	R (MPa)		R <sub>O,2</sub> (MPa)		А¥		Z%	
		20°C	650°C	20°C	650°C	20°C	650°C	20°C	650°C
30	A	1460	1180	1210	980	19,5	16,5	39,5	30
	В	1430	1170	1250	1075	15	15,5	27	31
35	С	1480	1220	1390	1155	14,7	17	34,8	37,2

# b) CARACTERISTIQUES DE FLUAGE-RUPTURE A 650°C

 $(\emptyset = 4,5 \text{ mm} - 10 = 23 \text{ mm})$ 

sous  $\sigma = 750 \text{ Mpa}$ 

5

10

15

Structure	A	В	С
t, (h)	78	94	316
A %	7,5	7,5	14,5
Z %	17,5	17,5	25

20

c) <u>CARACTERISTIQUES DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A 650°C</u>:
Limite d'endurance à l'amorçage en déformation
imposée.

Les essais de fatigue oligocyclique à déformation longitudinale totale, imposée, ont été réalisés à 650°C selon un cycle triangulaire de fréquence 0,05 Hz avec :

30

35

25

$$R \xi = \frac{\xi \ell mini}{\xi \ell max_i} = -1$$

où £ ₩ est la déformation longitudinale totale (élastique + plastique).

0148688

La comparaison a été établie essentiellement entre les structures B et C. Les résultats ont montré un gain de 15 à 20% en limite d'endurance, de C par rapport à B.

#### REVENDICATIONS

- 1. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation comportant une séquence d'ébauche finale, une séquence de finition et un traitement thermique final caractérisé en ce que les étapes du procédé prises en enchaînement se composent, dans la séquence d'ébauche finale, de :
- a une opération de chauffe,

5

15

25

- b une opération de déformation à chaud par compression,
  - les conditions de température et de durée de la chauffe étant déterminées et un taux de déformation suffisamment élevé étant appliqué pour obtenir une structure de type duplex en cours de recristallisation,
- c un traitement thermique consistant en un maintien isotherme dont la température et le temps de maintien sont déterminés pour obtenir une structure homogène, de 7 ASTM ou plus et dans laquelle n'apparaissent pas de précipités de phase parasite,
  - dans la séquence de finition qui s'enchaîne avec les étapes précédentes de la séquence d'ébauche finale de :
  - d une opération de déformation par compression à chaud dont le taux de déformation est limité de telle sorte qu'un écrouissage de la structure homogène, précédente, à grains fins est obtenu par faible déformation de manière à consolider la structure sans produire de phénomène de recristallisation.

en ce que le procédé est complété par un traitement thermique final dont l'étape unique est constituée de :

5 - e - un traitement de revenu qui permet de conserver la structure écrouie et de provoquer une précipitation de phase durcissante dans les conditions de traitement déterminées pour le super-alliage considéré, en l'absence de phase parasite.

- 2. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation selon la revendication l caractérisé en ce que l'étape - e - du procédé, lors du traitement thermique final, s'enchaîne directement avec l'étape - d - précédente de déformation par compression à chaud dans la séquence de finition.
- 3. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation selon la revendi20 cation 1 caractérisé en ce que l'étape d du procédé
  lors de l'opération de déformation à chaud par compression constituant la séquence de finition est suivie avant
  l'opération de traitement thermique final d'un retour à
  la température ambiante obtenue par refroidissement en
  air calme.
- 4. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce qu'un taux de déformation compris entre 30 % et 60 % est appliqué dans l'étape - b - du procédé, lors de l'opération de déformation à chaud par compression entrant dans la séquence d'ébauche finale.

5. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce qu'un taux préférentiel de déformation appliqué dans l'étape - b - du procédé, lors de l'opération de déformation à chaud par compression entrant dans la séquence d'ébauche finale est de 45 %.

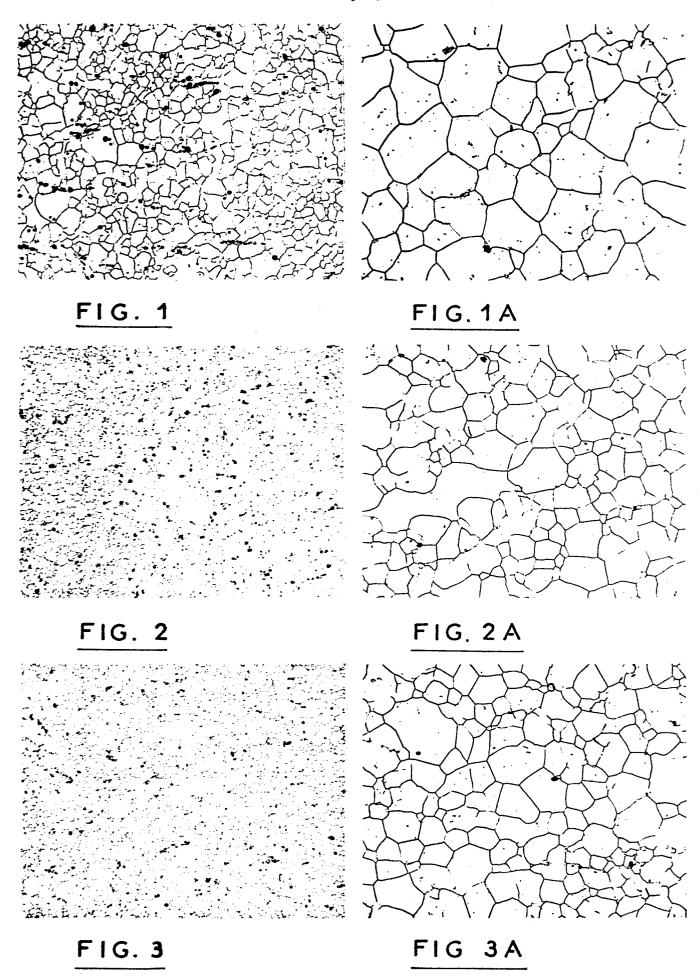
- 6. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à durcissement par précipitation selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce qu'un taux de déformation de l'ordre de 8 % à 25 % est appliqué dans l'étape d- du procédé, lors de l'opération de déformation à chaud par compression constituant la séquence de finition.
- 7. Procédé de traitements thermomécaniques pour superalliages à base de nickel et à durcissement par précipitation selon l'une quelconque des revendications

  20 précédentes caractérisé en ce que la phase parasite
  dont l'apparition est évitée aux différentes étapes du
  procédé et particulièrement par la détermination de la
  température du traitement thermique de l'étape c de
  maintien isotherme et par les conditions déterminées

  pour la séquence de finition et le traitement thermique
  final est une phase sous forme de plaquettes.
- 8. Procédé de traitements thermomécaniques pour un alliage de type NC 19 Fe Nb, de désignation commerciale INCONEL
  30 718 p.q. selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que l'étape a du procédé consistant en une opération de chauffe dans la séquence d'ébauche finale est effectuée à une température de 1040°C ± 10°C avec un temps de maintien de cinquante minutes,

pouvant aller jusqu'à une heure.

- Procédé de traitements thermomécaniques pour un alliage de type NC 19 Fe Nb de désignation commerciale INCONEL 718 p.q. selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que l'étape - b - du procédé consistant en un maintien isotherme dans la séquence d'ébauche finale est effectuée à une température de 970°C † 10°C avec un temps de maintien de trente minutes, 10 pouvant aller jusqu'à une heure.
- 10. Procédé de traitements thermomécaniques pour un alliage de type NC 19 Fe Nb de désignation commerciale INCONEL 718 p.q. selon l'une quelconque des revendica-15 tions précédentes caractérisé en ce que l'étape - e - du procédé consistant en un traitement de revenu constituant le traitement thermique final est effectué à une température de 720°C avec un temps de maintien de huit heures suivi d'un refroidissement jusqu'à 620°C à une vitesse de 20 50°C par heure avec un nouveau temps de maintien de huit heures terminé par un refroidissement à l'air de telle sorte que la structure obtenue par le procédé appliqué à l'INCONEL 718 est une structure à grains fins et homogènes de dimension de l'ordre de 8 ASTM dont les grains ont conservé leur écrouissage, ladite structure comportant une 25 phase durcissante par précipités  ${
  m Ni}_3$  Nb de type  ${
  m f}$  " sans présence simultanée de phase parasite Ni, Nb de type of sous forme de plaquettes, de manière à présenter des caractéristiques mécaniques améliorées au point de vue de 30 la limite d'élasticité, de la tenue en fatigue oligocyclique et au fluage et à présenter en outre un niveau de contraintes propres de refroidissement suffisamment faible pour éviter des déformations inacceptables lors des séquences ultérieures de mise en oeuvre des pièces obtenues, notamment en cours d'usinage. 35



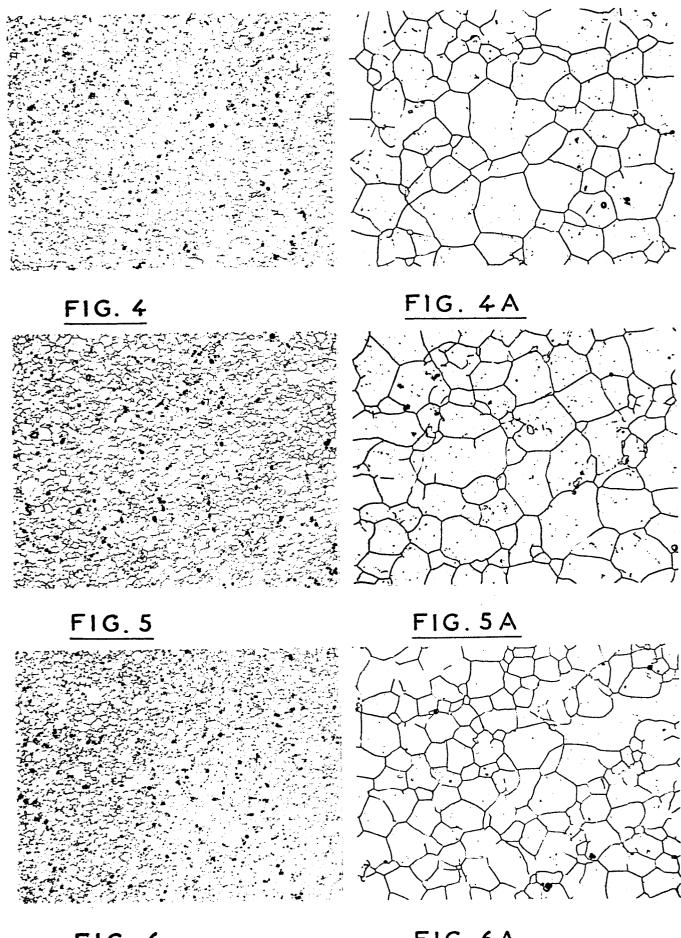


FIG. 6

FIG.6A



FIG. 7

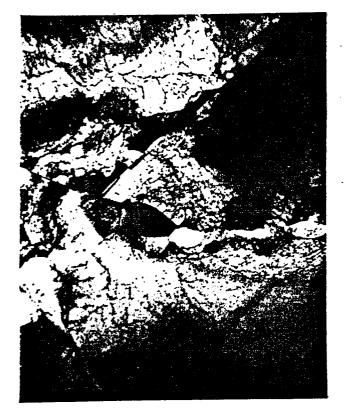


FIG. 8



FIG. 7A



FIG. 8A

