



⑪ Numéro de publication : **0 438 338 A1**

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt : **91400064.1**

⑤① Int. Cl.⁵ : **B22F 1/00**

㉔ Date de dépôt : **11.01.91**

③① Priorité : **16.01.90 FR 9000454**

④③ Date de publication de la demande :
24.07.91 Bulletin 91/30

⑧④ Etats contractants désignés :
DE GB SE

⑦① Demandeur : **TECPHY**
F-58160 Imphy (FR)

⑦② Inventeur : **Davidson, James**
Les quatre cheminées
F-58640 Varennes-Vauzelles (FR)

⑦④ Mandataire : **Phélip, Bruno et al**
c/o Cabinet Harlé & Phélip 21, rue de La
Roche foucauld
F-75009 Paris (FR)

⑤④ **Procédé d'obtention d'un produit à partir de poudres préallliées et produit obtenu à partir dudit procédé.**

⑤⑦ Le procédé d'obtention d'un produit à partir de poudres préallliées, dans lequel lesdites poudres sont soumises à un traitement de densification, est caractérisé en ce que lesdites poudres sont préalablement soumises à un prétraitement sous faible pression (ou sans pression) à une température de précipitation des ségrégations en phases stables.

EP 0 438 338 A1

PROCEDE D'OBTENTION D'UN PRODUIT A PARTIR DE POUDRES PREALLIEES ET PRODUIT OBTENU A PARTIR DUDIT PROCEDE

La présente invention est relative à un procédé d'obtention de produit à partir de poudres préallées, et plus particulièrement à un procédé d'obtention dans lequel les poudres sont soumises à un traitement de densification.

La présente invention concerne aussi les produits obtenus à l'aide dudit procédé.

5 On sait que la métallurgie des poudres, en développement depuis plusieurs années, permet notamment la fabrication de pièces, à partir de métaux, impossibles ou difficiles à mettre en oeuvre autrement, par exemple en alliages superréfractaires. De ce fait, la métallurgie des poudres a, en particulier, des applications importantes dans le domaine de la fabrication aéronautique (pièces de turbines).

10 Cependant, si les matériaux réalisés avec les procédés d'obtention actuels présentent d'excellentes propriétés mécaniques aux moyennes températures, du fait de la finesse des grains, leur comportement à des températures élevées (au-delà de 650°C) n'est pas toujours satisfaisant, notamment en ce qui concerne leur tenue au fluage et leur résistance à la propagation des fissures.

Un but de l'invention est de proposer un procédé d'obtention de produits à partir de poudres préallées en alliage superréfractaire permettant de pallier ces inconvénients.

15 De façon surprenante, alors que jusqu'à présent en métallurgie des poudres, les matériaux réalisés étaient caractérisés par un grain métallurgique très fin, l'invention propose un procédé d'obtention comportant des traitements destinés à faire grossir la taille des grains, la taille des particules de poudres étant néanmoins toujours initialement limitée par tamisage, et l'échelle des ségrégations étant réduite à des dimensions qui ne dépassent pas la taille desdites particules.

20 On sait, en métallurgie classique, qu'il est possible de faire grossir la taille des grains d'un alliage en lui faisant subir un traitement thermique. Cependant, dans le cadre de la métallurgie des poudres, de tels traitements thermiques s'avèrent en pratique inefficaces, par exemple les grains d'alliage obtenus à partir de poudres de diamètre inférieur à 106 micromètres, étant notamment très difficile à grossir au-delà de 7 en norme ASTM.

25 En cherchant à analyser les causes de ces limitations, la demanderesse a observé que lors des étapes de densification, par exemple par compaction isostatique à chaud ou par filage, les éléments ségrégés à la surface des particules de poudre (principalement le carbone et l'oxygène) y précipitaient, formant ainsi des réseaux stables impossibles à résorber par des traitements ultérieurs. Une conséquence de ce phénomène est de favoriser les ruptures interparticulaires et de rendre impossible le grossissement du grain. De ce fait, le grain se trouve limité à la taille des particules de poudre initiale.

30 Dans un de ses aspects principaux, l'invention propose un procédé d'obtention dont une étape est un traitement permettant d'atténuer la "décoration" des particules par précipitation des éléments ségrégés. Plus particulièrement, la solution retenue par la demanderesse consiste à soumettre, avant compaction, les poudres de l'alliage à des traitements thermiques sous faible pression (ou sans pression) par lesquels les éléments ségrégés précipitent de façon interne, en phases stables à la température de compaction et non plus au cours de compaction sur la surface des particules.

Par ailleurs, dans le cadre de son analyse, la demanderesse a encore observé que les traitements de grossissement des grains par élévation de température étaient limités par des phénomènes de brûlure, c'est-à-dire de début de fusion locale, qui empêchaient de porter l'alliage de poudre aux températures souhaitées.

40 Pour remédier à cette autre limitation, l'invention propose, en combinaison avec les traitements sans pression ou sous faible pression précités, de soumettre les poudres ou alliages à des traitements d'homogénéisation, destinés à uniformiser structurellement les matériaux, afin de remonter autant que possible la température où apparaissent ces phénomènes de brûlure.

Plus particulièrement, dans le cas d'alliages à durcissement structural, les traitements d'homogénéisation, selon l'invention sont des traitements thermiques au-dessus de la température de Solvus de l'alliage.

L'invention a donc pour objet un procédé d'obtention d'un produit à partir de poudres préallées, dans lequel lesdites poudres sont soumises à un traitement de densification, ce procédé étant caractérisé par le fait que lesdites poudres sont préalablement soumises à un prétraitement sans pression ou sous faible pression à une température de précipitation des ségrégations en phases stables

50 Avantagusement, dans le cas où l'alliage obtenu est un alliage à durcissement structural, la température de précipitation des ségrégations à laquelle sont soumises les poudres lors du prétraitement sans pression ou sous faible pression est choisie entre la température de Solvus de l'alliage diminuée de 100°C environ et sa température de fusion.

De façon avantageuse, encore, toujours dans le cas où l'alliage obtenu est un alliage à durcissement struc-

tural, une des étapes du procédé est un traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage.

De préférence, le traitement de densification comporte une étape de compaction à basse pression.

De préférence encore, le traitement de densification comporte une étape de consolidation, notamment par compaction isostatique à chaud ou par filage. Le traitement de densification peut comporter à la fois une étape de compaction à basse pression et une étape postérieure de consolidation

Dans un mode de mise en oeuvre préférentiel, le traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage est réalisé après le traitement de densification.

Dans un autre mode de mise en oeuvre préférentiel, le traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage est réalisé lors du prétraitement sans pression ou sous faible pression et/ou lors du traitement de densification. L'étape de consolidation peut notamment comprendre une compaction isostatique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage.

L'invention a aussi pour objet un produit en alliage à durcissement structural obtenu à partir d'un tel procédé, et plus particulièrement en produit en alliage superréfractaire à base de nickel.

Enfin, un autre objet de l'invention encore est l'utilisation de produits obtenus à l'aide dudit procédé, dans des pièces critiques fonctionnant à des températures élevées, par exemple supérieures à 650°C, et plus particulièrement l'utilisation de tels produits pour la fabrication de pièces critiques dans le domaine de la construction aéronautique.

La description qui suit est purement illustrative et non limitative. Elle doit être lue en regard des dessins annexés.

Sur ces dessins :

– La Figure 1 représente une micrographie illustrant, pour un premier alliage, la croissance des grains métallurgiques au-delà des limites des particules de poudre initiales, grâce à la mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

– La Figure 2 est un graphe illustrant la croissance des grains métallurgiques d'un deuxième alliage, grâce à la mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

– Les Figures 3 et 4 sont des micrographies illustrant respectivement, pour le même deuxième alliage, les différences de tailles de grains métallurgiques de matériaux obtenus, d'une part, avec un procédé d'obtention conforme à l'état de l'art, et, d'autre part, avec un procédé d'obtention conforme à l'invention.

Le procédé conforme à l'invention a été mis en oeuvre pour l'obtention d'un premier alliage connu sous la dénomination commerciale ASTROLOY® (Marque déposée), dont la composition pondérale est la suivante : 0,040% de zirconium ; 0,023% de bore ; 0,020% de carbone ; 3,5% de titane ; 4% d'aluminium ; 5% de molybdène ; 15% de chrome ; 17% de cobalt ; balance de nickel. Cet alliage admet une température de Solvus de 1140°C.

Un procédé classique d'obtention d'un produit, à base de poudres préallées dans les proportions pondérales précitées, consiste en un traitement de densification à haute température et sous pression, par exemple en un traitement thermique sous 100 MPa pendant six heures. Le tableau A ci-dessous donne, en norme ASTM, les tailles de grains obtenues en fonction de la température de ce traitement thermique, ce à partir de particules de poudre ayant un diamètre moyen inférieur à 75 micromètres.

TABLEAU A

ASTROLOY	Traitement(s)	Tailles de grain en norme ASTM
Procédés conformes à l'état de la technique	1120°C 6h 100 MPa	10
	1160°C 6h 100 MPa	7
	1200°C 6h 100 MPa	6

Un exemple de procédé d'obtention conforme à l'invention consiste, quant à lui, en un traitement thermique préalable des poudres sous faible pression (inférieure à 1 atm) ou sans pression pendant, 24 heures, puis en un traitement thermique de densification dont une étape est une étape de compaction isostatique à chaud, sous

100 MPa pendant six heures, à 1160°C, cette étape de compaction isostatique à chaud pouvant être suivie par un traitement, pendant quatre heures à une température de 1200°C.

Les tailles de grains obtenues à partir de poudres initiales ayant un diamètre moyen inférieur à 75 µm sont données dans le tableau B suivant :

TABLEAU B

ASTROLOY	Traitement(s)	Tailles de grain en norme ASTM
Procédés conformes à l'invention	1120°C 24 h + 1160°C 6 h 100 MPa	5
	1160°C 24 h + 1160°C 6 h 100 MPa	3
	1160°C 24 h + 1160°C 6 h 100 MPa + 1200°C 4h	1 à 3

Il ressort clairement de la comparaison des Tableaux A et B, que la mise en oeuvre d'un prétraitement thermique sous faible pression ou sans pression permet un accroissement notable des tailles de grain des alliages obtenus.

On note aussi, à partir du tableau B, que les tailles de grains sont beaucoup plus importantes lorsque le prétraitement est réalisé à 1160°C, c'est-à-dire au-dessus de la température de Solvus de l'alliage, que lorsqu'il est réalisé à 1120°C

En outre, on constate encore, que les résultats sur les tailles de grain sont encore très nettement améliorés lorsque le procédé d'obtention comporte une dernière étape de traitement à 1200°C, les tailles de grain métallurgiques réalisées pouvant aller jusqu'à une valeur de 1 en norme ASTM.

Si l'on réfère, par ailleurs, à la Figure 1, qui représente une micrographie d'un alliage d'ASTROLOY obtenu à partir de celui des procédés conformes à l'invention cités dans le tableau B, qui comporte une dernière étape de traitement à 1200°C, on constate que les grains métallurgiques, dont les limites apparaissent en trait continu, se sont développés au-delà des limites initiales des particules de poudre, que l'on aperçoit en pointillés sur la micrographie, du fait de la persistance de faibles décorations malgré le procédé de mise en oeuvre.

Le procédé conforme à l'invention a encore été appliqué pour obtenir un deuxième alliage connu sous la dénomination commerciale N18, dont la composition pondérale est la suivante : 0,030% de zirconium ; 0,015% de bore ; 0,015% de carbone ; 0,25% d'hafnium ; 4,35% de titane ; 4,35% d'aluminium ; 6,5% de molybdène ; 11,5% de chrome ; 15,7% de cobalt ; balance de nickel. Cet alliage a une température de Solvus de 1195°C.

Le Tableau C donne les tailles de grain obtenues pour ce deuxième alliage, à partir de procédés d'obtention classiques, c'est-à-dire par compaction isostatique à chaud sous 100 MPa, pendant six heures, pour différentes températures de compaction, les poudres initiales ayant un diamètre moyen inférieur à 75 µm.

TABLEAU C

5	N 18	Traitement(s)	Tailles de grain en norme ASTM
10	Procédés conformes à l'état de la technique	1120°C 6h 100 MPa 1160°C 6h 100 MPa 1200°C 6h 100 MPa	10 9 7

15 Le Tableau D donne quant à lui, des valeurs de tailles de grain d'alliages réalisés pour des poudres initiales de dimensions similaires, à partir de procédés d'obtention conformes à l'invention. Ces procédés d'obtention comportent chacun des prétraitements thermiques sous faible pression (inférieure à 1 atm) ou sans pression, suivi d'un traitement de densification. Un tel traitement de densification peut comporter une étape de consolidation par compaction isostatique à chaud classique, suivie ou non d'une étape postérieure de consolidation. 20 Le traitement de densification peut aussi consister en une étape de compaction isostatique sous basse pression, suivie d'une étape de compaction postérieure.

TABLEAU D

25	N 18	Traitement(s)	Tailles de grain en norme ASTM
30	Procédés conformes à l'invention	1160°C 24 h + 1200°C 6 h 100 MPa	5
35		1160°C 24 h + 1160°C 6 h 100 MPa + 1200°C 4 h	5
40		1170°C 24 h + 1170°C 4 h 10 MPa + 1200°C 6 h 100 MPa	-1 à -2
45		1200°C 24h + 1160°C 6 h 100 MPa + 1200°C 6 h 100 MPa	4

Il ressort de la comparaison des Tableaux C et D, que le prétraitement thermique des poudres sous faible pression permet de réaliser des alliages ayant des tailles de grain importantes, notamment ayant une valeur en norme ASTM inférieure ou égale à 5.

Il faut aussi noter que les résultats obtenus sur ces tailles de grain sont d'autant meilleurs, que les températures de prétraitement ou de traitement thermique sont supérieures à la température de Solvus de l'alliage (1195°C).

En outre, on notera encore que les résultats obtenus avec une étape de compaction isostatique intermédiaire à basse pression (10 MPa) sont très nettement supérieurs aux autres, les valeurs des tailles de grain atteintes pouvant aller jusqu'à -2 en norme ASTM.

Si l'on se réfère maintenant aux Figures 3 et 4, qui représentent des micrographies respectivement d'un alliage N18 traité selon, d'une part, l'état de la technique à 1160°C, pendant 6 heures, sous 100 MPa, et, selon, d'autre part, un procédé conforme à l'invention consistant en un prétraitement à 1170°C pendant 24 heures,

suivi d'une compaction isostatique sous faible pression à 1170°C, pendant 4 heures sous 10 MPa, suivie encore d'une compaction postérieure à 1200°C, pendant 6 heures sous 100 MPa, on voit que l'on distingue très nettement sur la Figure 4, les limites des grains métallurgiques formés dans l'alliage par le procédé d'obtention conforme à l'invention, alors que ces mêmes limites sont difficilement distinguables sur la micrographie représentée sur la Figure 3, c'est-à-dire sur l'alliage obtenu par un procédé conforme à l'état de la technique. Les grains des alliages obtenus avec le procédé conforme à l'invention sont très nettement supérieurs à ceux obtenus avec le procédé conforme à l'état de la technique.

Si l'on se réfère maintenant à la Figure 2, qui est un graphe donnant la taille des grains, en norme ASTM, des alliages obtenus à l'aide d'un procédé conforme à l'invention, en fonction de la température de prétraitement auxquels lesdits alliages sont soumis pendant 24 heures, ce prétraitement ayant été suivi par une étape de compaction isostatique à chaud à 1120°C, pendant six heures, sous 100 MPa, prolongée par une étape de compaction postérieure à 1200°C pendant six heures, sous 100 MPa, on note un accroissement sensible de la valeur des tailles des grains lorsque la température du prétraitement initiale est au-delà de la température de Solvus de l'alliage (1195°C).

Revendications

1. Procédé d'obtention d'un produit à partir de poudres préallliées, dans lequel lesdites poudres sont soumises à un traitement de densification, caractérisé en ce que lesdites poudres sont préalablement soumises à un prétraitement sous faible pression (ou sans pression) à une température de précipitation des ségrégations en phases stables.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le produit obtenu est en alliage à durcissement structural, caractérisé en ce que la température à laquelle est réalisée le prétraitement sous faible pression (ou sans pression) est comprise entre la température de Solvus de l'alliage diminuée de 100°C environ et sa température de fusion.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel le produit obtenu est en alliage à durcissement structural, caractérisé en ce que une des étapes dudit procédé est un traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le traitement de densification comporte une étape de compaction à basse pression.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le traitement de densification comporte une étape de consolidation, notamment par compaction isostatique à chaud.
6. Procédé selon les revendications 4 et 5 prises en combinaison, caractérisé en ce que le traitement de densification comporte une étape de compaction à basse pression et une étape postérieure de consolidation.
7. Procédé selon la revendication 3 prise en combinaison avec l'une quelconque des revendications 4 à 6, caractérisé en ce que le traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage, est réalisé après le traitement de densification.
8. Procédé selon la revendication 3 prise en combinaison avec l'une quelconque des revendications 4 à 6, caractérisé en ce que le traitement thermique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage est réalisé lors du prétraitement sans pression ou sous faible pression et/ou lors du traitement de densification.
9. Procédé selon la revendication 8, prise en combinaison avec l'une des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que l'étape de consolidation comprend une compaction isostatique à une température supérieure à la température de Solvus de l'alliage.
10. Produit en alliage de durcissement structural obtenu à partir du procédé selon l'une des revendications 1 à 9.
11. Produit en alliage superréfractaire à base de nickel selon la revendication 10.

12. Utilisation d'un alliage selon l'une des revendications 10 ou 11, pour la fabrication de pièces critiques devant travailler à des températures $> 650^{\circ}\text{C}$.

13. Utilisation selon la revendication 12 d'un alliage selon l'une des revendications 10 ou 11 pour la fabrication de pièces critiques en construction aéronautique.

5

10

15

20

25

30

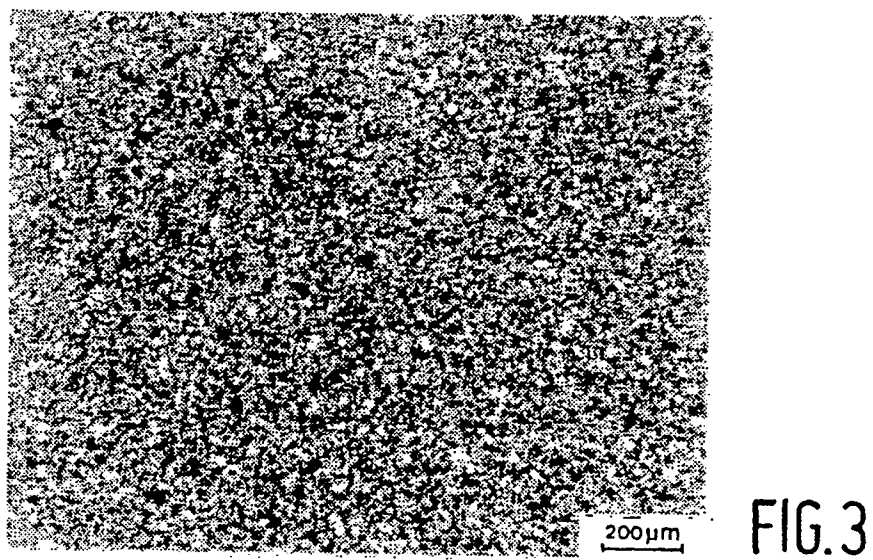
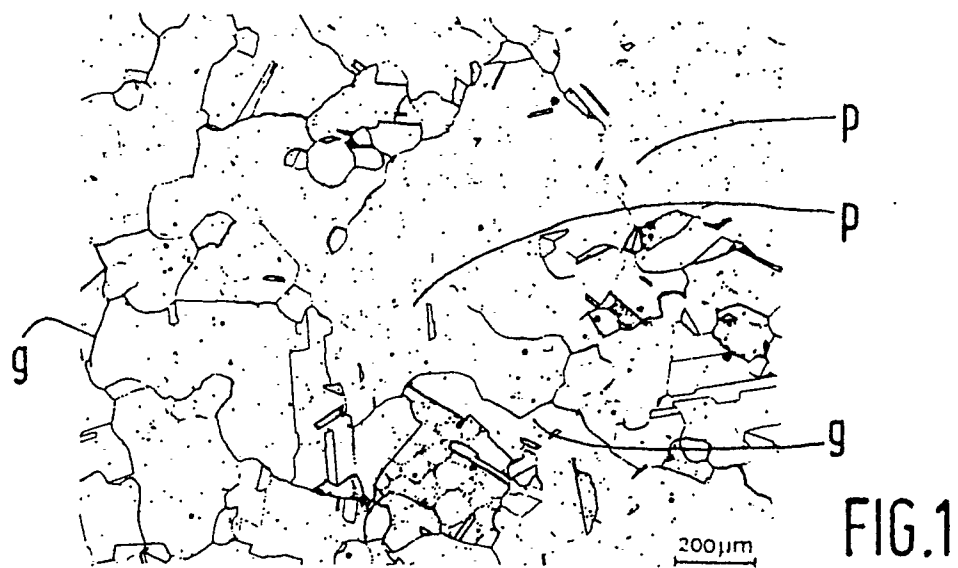
35

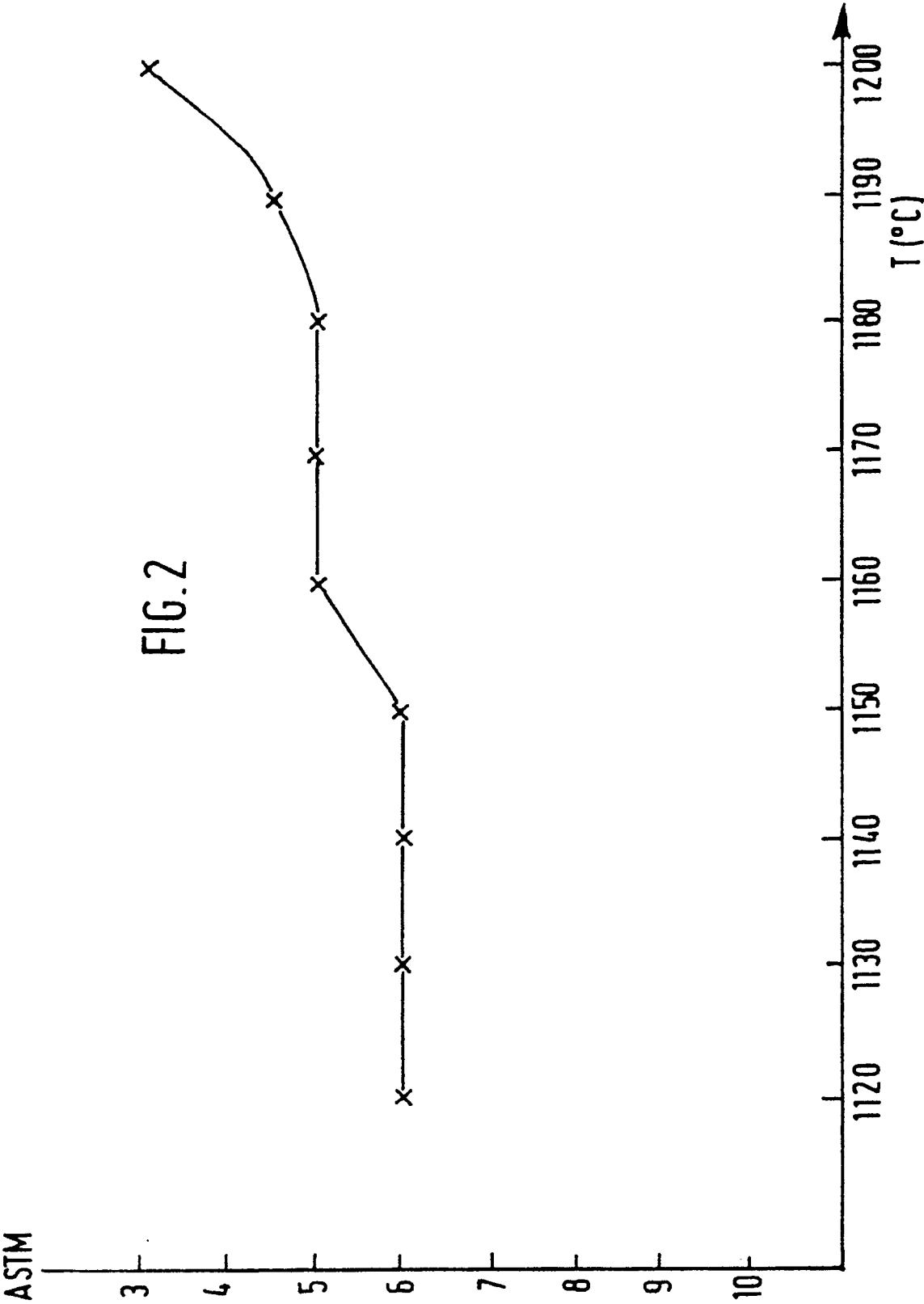
40

45

50

55







Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 0064

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 5, no. 37 (M-58)[709], 10 mars 1981; & JP-A-55 161 002 (KOBE SEIKOSHO K.K.) 15-12-1980 * Abrégé *	1, 3	B 22 F 1/00
Y	IDEM ---	6	
Y	US-A-3 702 791 (FRECHE et al.) * Colonne 1, lignes 47-53; colonne 2, lignes 44-54, 69-71; colonne 3, lignes 1-3 *	6	
A	---	10-13	
A	AU-B- 53 279 (COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL RESEARCH ORGANISATION) * Revendication 1 * -----	1, 10-13	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			B 22 F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lien de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 19-02-1991	Examineur ASHLEY G.W.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 150 03.82 (P0402)