

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 792 945 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
03.09.1997 Bulletin 1997/36

(51) Int Cl.⁶: **C22F 1/10**

(21) Numéro de dépôt: **97400438.4**

(22) Date de dépôt: **27.02.1997**

(84) Etats contractants désignés:
DE FR GB SE

(30) Priorité: **29.02.1996 FR 9602534**

(71) Demandeurs:
• **SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE
CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION
Snecma
F-75015 Paris (FR)**
• **OFFICE NATIONAL D'ETUDES ET DE
RECHERCHES AEROSPATIALES
92322 Chatillon Cédex (FR)**

(72) Inventeurs:
• **Desvallees, Yves Philippe Marc
77115 - Sivry Courtry (FR)**
• **Franchet, Jean-Michel Patrick Maurice
75018 - Paris (FR)**
• **Marty, Michel
78530 - Buc (FR)**
• **Octor, Henri
92220 - Bagneux (FR)**
• **Passilly, Françoise
92350 Le Plessis Robinson (FR)**
• **Soucaill, Michèle
92600 Fontenay aux Roses (FR)**

(54) **Procédé de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel**

(57) Un procédé de traitement thermique de pièces forgées en superalliage à base de nickel dont la composition pondérale appartient au domaine suivant : Cr 11 à 13, Co 8 à 17, Mo 6 à 8, Ti 4 à 5, Al 4 à 5, Nb inférieur ou égal à 0,5, Hf inférieur ou égal à 500 ppm, Ni complément à 100 comporte après l'opération de forgeage à chaud, effectué à une température comprise entre le solvus gamma-prime moins 95°C et le solvus

gamma-prime moins 45°C, à une vitesse de déformation comprise entre $5 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ et à un taux de déformation supérieur à 0,1 et avant un traitement thermique supersolvus effectué à une température comprise entre le solvus gamma-prime plus 5°C et le solvus gamma-prime plus 25°C durant 1 à 4 heures, un traitement thermique intermédiaire effectué à une température comprise entre le solvus gamma-prime moins 95°C et le solvus gamma-prime moins 30°C.

EP 0 792 945 A1

Description

La présente invention concerne un procédé de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel dont la composition chimique en pourcentages pondéraux est conforme soit à EP-B-0 237 378 et appartient au domaine suivant : Cr 11 à 13; Co 8 à 17; Mo 6 à 8; Nb inférieur ou égal à 1,5; Ti 4 à 5; Al 4 à 5; Hf inférieur ou égal à 1; C, B, Zr chacun inférieur ou égal à 500ppm; Ni complément à 100, soit à la demande FR 95.09653 et appartient au domaine suivant : Cr 12 à 15; Co 14,5 à 15,5; Mo 2 à 4,5; W O à 4,5; Al 2,5 à 4; Ti 4 à 6; Hf inférieur ou égal à 0,5; C 100 à 300 ppm; B 100 à 500 Ppm; Zr 200 à 700 ppm; Ni complément à 100.

Ces alliages sont notamment utilisés pour la fabrication de pièces fortement sollicitées destinées à des moteurs d'avion, par exemple des disques de rotor. De manière connue en soi, les pièces de ce type peuvent notamment être élaborées à l'aide de techniques de mise en oeuvre à partir de poudres et leur mise en forme fait appel à des opérations de forgeage. Les traitements thermiques appliqués sur les pièces avant emploi comportent de manière courante un traitement de mise en solution et trempe suivi d'un traitement de vieillissement.

L'invention s'applique en particulier dans les cas où est effectué un traitement thermique supersolvus comportant une mise en solution complète des précipités gamma-prime à une température comprise entre +5°C et +25°C au dessus de la température de solvus gamma-prime pendant une durée de maintien comprise entre 1 heure et 4 heures.

Ces traitements permettent en effet une optimisation de la microstructure des alliages vers des structures à gros grains dont l'influence favorable a été démontrée sur la tenue en fluage et en propagation de fissures aux hautes températures nécessitées par la recherche d'amélioration des performances des moteurs d'avions.

La taille de grain finale dépend d'une succession d'étapes industrielles que sont : le prétraitement éventuel des poudres, la densification par filage, le forgeage isotherme, le traitement thermique final. De plus, les paramètres métallurgiques et thermomécaniques pouvant influencer la recristallisation sont nombreux et interdépendants. Citons : la précipitation de phase gamma-prime, la distribution d'oxycarbures, le taux de déformation, la vitesse de déformation, la contrainte, le temps, la température.

Le phénomène de grossissement du grain provoqué par le traitement thermique rappelé ci-dessus peut répondre au schéma suivant :

les précipités gamma-prime qui avant le traitement thermique supersolvus bloquaient les joints de grains se dissolvent et les joints de grains, libérés, migrent puis sont généralement de nouveau ancrés par de très fins précipités, les oxycarbures, situés préférentiellement aux anciennes limites de poudres. Le résultat recherché dans ce cas est d'obtenir des grains de taille homogène,

notamment de 50µm en moyenne, correspondant à une croissance de grains dite normale.

Toutefois, un grossissement de grain dit anormal conduisant à la croissance d'un ou de plusieurs très gros grains de plusieurs centaines de micromètres au détriment des autres a été observé sous l'influence des divers paramètres précédemment rappelés. La microstructure très hétérogène qui en résulte est préjudiciable à une bonne tenue des pièces et notamment à la tenue en fatigue. Un des buts de l'invention est d'éviter cette croissance dite anormale de grain tout en conservant les avantages liés à une microstructure d'alliage dite à gros grains.

Ces résultats sont obtenus, conformément à l'invention, en appliquant à des pièces forgées en un superalliage à base de nickel conforme à EP-B-0.237.378 ou à la demande FR 95.09653 suivant un cycle thermomécanique comportant au moins une opération de forgeage à chaud, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 45°C, à une vitesse de déformation rationnelle comprise entre $5.10^{-5}s^{-1}$ et $2.10^{-2}s^{-1}$ et à un taux de déformation rationnelle supérieur à 0,1 et un traitement thermique supersolvus, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime plus 5°C et la température de solvus gamma-prime plus 25°C et à une durée comprise entre 1 et 4 heures, un traitement thermique intermédiaire succédant à l'opération de forgeage à chaud qui est suivie d'un refroidissement de la pièce et effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C et à une durée comprise entre 1 et 24 heures.

Dans certaines applications particulières, les résultats visés et précédemment décrits sont également obtenus, conformément à l'invention, en effectuant à la fin de l'opération de forgeage à chaud c'est à dire à partir de l'instant où l'alliage est encore à la température de forgeage un maintien isotherme à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C pour une durée comprise entre 1 et 60 minutes.

Suivant une autre variante de l'invention, le traitement thermique peut s'effectuer en deux étapes distinctes. La première étape consistant en un maintien isotherme à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C est effectué à la fin de l'opération de forgeage à chaud c'est à dire à l'instant où l'alliage est encore à la température de forgeage, pour une durée comprise entre 1 et 30 minutes après quoi, la pièce est refroidie. La deuxième étape consiste alors en un traitement thermique effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C du superalliage et à une du-

rée comprise entre 1 et 24 heures, suivi d'un traitement thermique supersolvus.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre des modes de réalisation de l'invention, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 représente les conditions d'essais de forgeage et de traction effectués sur des échantillons du matériau étudié à 1120°C, en vitesses de déformation en abscisses et en déformation en ordonnées ;
- la figure 2 représente la reproduction d'une microphotographie d'une microstructure d'éprouvette soumise au traitement standard dans les conditions antérieures à l'invention ;
- les figures 3 et 4 représentent, de manière analogue à la figure 2, une microstructure d'éprouvettes traitées dans les conditions de l'invention ;
- la figure 5 représente, de manière analogue aux figures 2, 3 et 4 une microstructure d'éprouvette traitée dans les conditions d'une variante de l'invention.

EXEMPLES DE REALISATION

Pour la réalisation des essais, un superalliage M à base de nickel dont la composition chimique est conforme à la définition donnée par EP-B-0.237.378 a été choisi. L'alliage M présente la composition chimique nominale suivante en pourcentages pondéraux :

Co 15,7; Cr 11,5; Mo 6,5; Al 4,35; Ti 4,35; B 0,015; C 0,015; Hf 0,45; Ni complément à 100.

La température de mise en solution de la phase gamma-prime ou température de solvus de l'alliage est 1195°C.

Le matériau étudié provient de poudres atomisées à l'argon et densifiées par filage à 1120°C.

Quatre galets A, B, C, D ont été forgés par forgeage isotherme à 1120°C dans les conditions de déformation, en ordonnées, et de vitesse de déformation, en abscisses, représentées par les courbes respectives 1, 2, 3 et 4 de la figure 1, couvrant ainsi des domaines supérieurs à 0,1 en déformation et de 10^{-4}s^{-1} à $8 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ en vitesse de déformation. D'autres essais ont été effectués en traction et sont représentés par les points 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 et 13 sur la figure 1.

A la suite du traitement thermique supersolvus standard défini pour le matériau comportant soit un maintien à 1205°C pendant 4 heures, soit un maintien à 1200°C pendant 2 heures, des structures à très gros grains, de l'ordre du mm par exemple, ont été observées. Les essais ont montré l'influence de l'état d'écrouissage pour la croissance des très gros grains dans le matériau concerné. La figure 2 montre une microstructure présentant quelques très gros grains obtenue après un traitement

thermique standard supersolvus effectué à 1205°C pendant 4 heures après un essai de traction à 1120°C correspondant à une vitesse de déformation de $7 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ et une déformation de 0,62.

- 5 De manière remarquable et conforme à l'invention, un échantillon est soumis à un traitement thermique d'une heure à 1120°C avant de lui appliquer le traitement thermique standard supersolvus, comme ci-dessus. La figure 3 montre la microstructure obtenue dans ce cas, présentant des grains moins gros et montrant l'apparition de colonies de petits grains.

10 Lorsque le traitement thermique intermédiaire à 1120°C est prolongé à 24 heures avant d'effectuer comme précédemment le traitement thermique standard supersolvus, la microstructure obtenue, représentée sur la figure 4 est alors homogène, totalement dépourvue de très gros grains et la taille moyenne des grains est d'environ 50µm.

Le procédé de traitement thermique conforme à l'invention permet par conséquent d'obtenir un état d'emploi du matériau concerné présentant une microstructure assurant le compromis recherché pour les caractéristiques mécaniques d'utilisation, notamment pour les pièces destinées à un usage aéronautique tel que des pièces tournantes de moteur d'avion, une tenue satisfaisante en fluage et une bonne tenue en propagation de fissures aux hautes températures.

Suivant une variante de l'invention, au lieu d'effectuer le traitement thermique intermédiaire dans les conditions précédemment définies, dans un autre essai, une éprouvette de traction juste après avoir été déformée dans des conditions critiques conduisant à la présence de très gros grains sur l'état final, à savoir une température de 1120°C et une vitesse de déformation de $7 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$, a été maintenue à 1120°C pendant 10 minutes. Après traitement thermique standard supersolvus, la microstructure obtenue est homogène et ne présente pas de très gros grains, comme le montre la figure 5.

40 Pour des applications de forgeage de pièces, le maintien en température, sans refroidissement intermédiaire de la pièce, peut être réalisé en maintenant la pièce dans l'outillage de forgeage, à la température de forgeage. En variante et en fonction des applications particulières, le maintien à la fin de l'opération de forgeage peut être réalisé dans un four, à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C.

Revendications

- 55 1. Procédé de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel dont la composition chimique en pourcentages pondéraux appartient aux domaines suivants :

Cr 11 à 13; Co 8 à 17; Mo 6 à 8; Ti 4 à 5; Al 4 à 5; Nb inférieur ou égal à 1,5; Hf inférieur ou égal à 1; C, B, Zr chacun inférieur ou égal à 500 ppm; Ni complément à 100, ou Cr 12 à 15; Co 14,5 à 15,5; Mo 2 à 4,5; W 0 à 4,5; Al 2,5 à 4; Ti 4 à 6; Hf inférieur ou égal à 0,5; C 100 à 300 ppm; B 100 à 500 ppm; Zr 200 à 700 ppm; Ni complément à 100,

appliqué à des pièces forgées suivant un traitement thermomécanique comportant une opération de forgeage à chaud, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime moins 45°C du superalliage, à une vitesse de déformation rationnelle comprise entre $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et à un taux de déformation rationnelle supérieur à 0,1 et un traitement thermique supersolvus, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime plus 5°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime plus 25°C du superalliage et à une durée comprise entre 1 et 4 heures caractérisé en ce qu'un traitement thermique intermédiaire, succédant à l'opération de forgeage à chaud qui est suivie d'un refroidissement de la pièce, est effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C du superalliage et à une durée comprise entre 1 et 24 heures.

2. Procédé de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel dont la composition chimique en pourcentages pondéraux appartient aux domaines suivants :

Cr 11 à 13; Co 8 à 17; Mo 6 à 8; Ti 4 à 5; Al 4 à 5; Nb inférieur ou égal à 1,5; Hf inférieur ou égal à 1; C, B, Zr chacun inférieur ou égal à 500 ppm; Ni complément à 100, ou Cr 12 à 15; Co 14,5 à 15,5;

Mo 2 à 4,5; W 0 à 4,5; Al 2,5 à 4; Ti 4 à 6; Hf inférieur ou égal à 0,5; C 100 à 300 ppm; B 100 à 500 ppm; Zr 200 à 700 ppm; Ni complément à 100,

appliqué à des pièces forgées suivant un traitement thermomécanique comportant une opération de forgeage à chaud, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime moins 45°C du superalliage, à une vitesse de déformation rationnelle comprise entre $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et à un taux de déformation rationnelle supérieur à 0,1 et un traitement thermique supersolvus, effectué à une température

comprise entre la température de solvus gamma-prime plus 5°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime plus 25°C du superalliage et à une durée comprise entre 1 et 4 heures caractérisé en ce qu'un maintien isotherme à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C, est effectué à la fin de l'opération de forgeage à chaud c'est à dire à partir de l'instant où l'alliage est encore à la température de forgeage, pour une durée comprise entre 1 et 60 minutes.

3. Procédé de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel dont la composition chimique en pourcentages pondéraux appartient aux domaines suivants :

Cr 11 à 13; Co 8 à 17; Mo 6 à 8; Ti 4 à 5; Al 4 à 5; Nb inférieur ou égal à 1,5; Hf inférieur ou égal à 1; C, B, Zr chacun inférieur ou égal à 500 ppm; Ni complément à 100, ou Cr 12 à 15; Co 14,5 à 15,5; Mo 2 à 4,5; W 0 à 4,5; Al 2,5 à 4; Ti 4 à 6; Hf inférieur ou égal à 0,5; C 100 à 300 ppm; B 100 à 500 ppm; Zr 200 à 700 ppm; Ni complément à 100,

appliqué à des pièces forgées suivant un traitement thermo-mécanique comportant une opération de forgeage à chaud, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime moins 45°C du superalliage, à une vitesse de déformation rationnelle comprise entre $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et à un taux de déformation rationnelle supérieur à 0,1 et un traitement thermique supersolvus, effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime plus 5°C du superalliage et la température de solvus gamma-prime plus 25°C du superalliage et à une durée comprise entre 1 et 4 heures caractérisé en ce qu'un maintien isotherme à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C est effectué à la fin de l'opération de forgeage à chaud c'est à dire à partir de l'instant où l'alliage est encore à la température de forgeage, pour une durée comprise entre 1 et 60 minutes puis, après refroidissement de la pièce, un traitement thermique est effectué à une température comprise entre la température de solvus gamma-prime moins 95°C et la température de solvus gamma-prime moins 30°C du superalliage et à une durée comprise entre 1 et 24 heures.

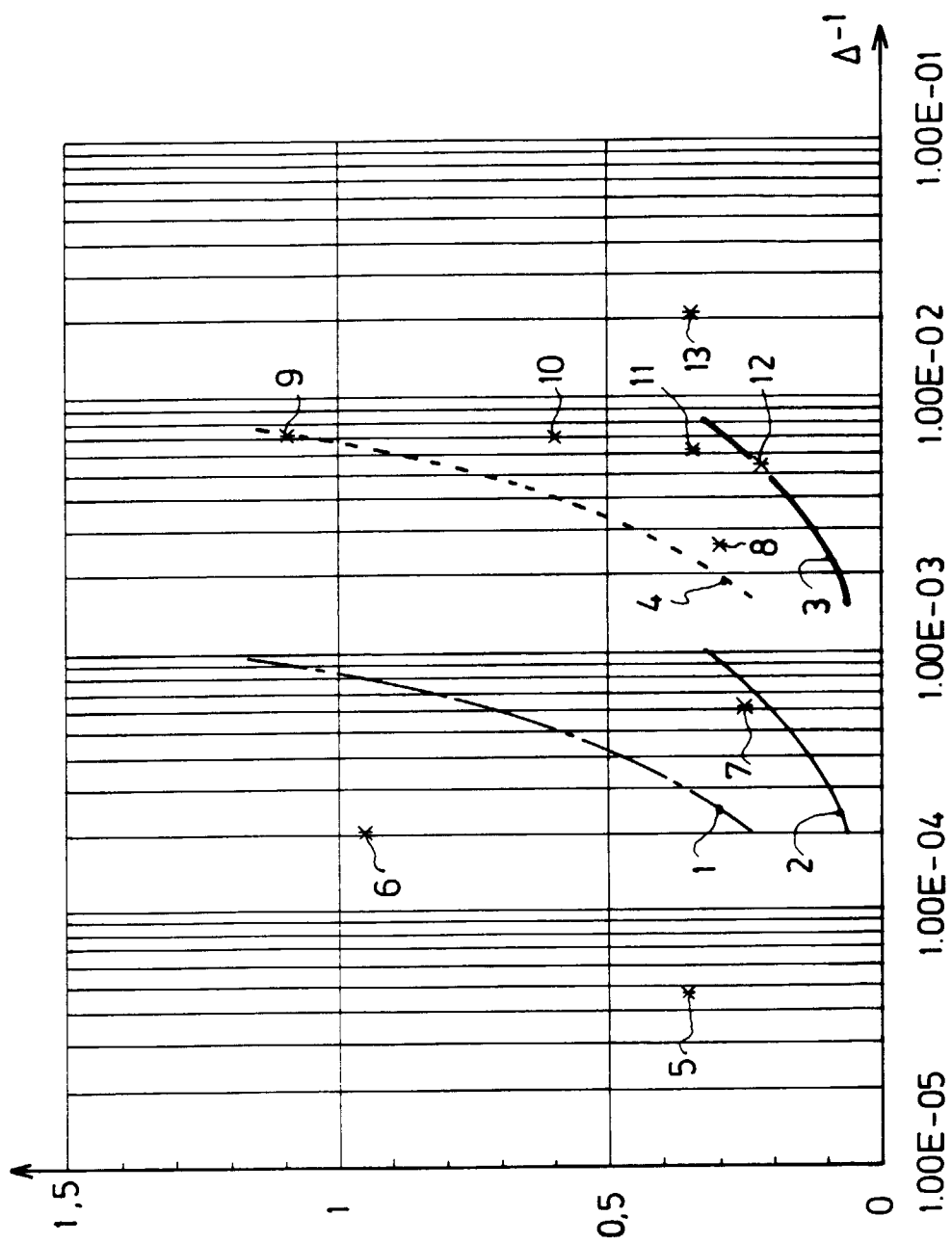


FIG : 1



FIG : 2

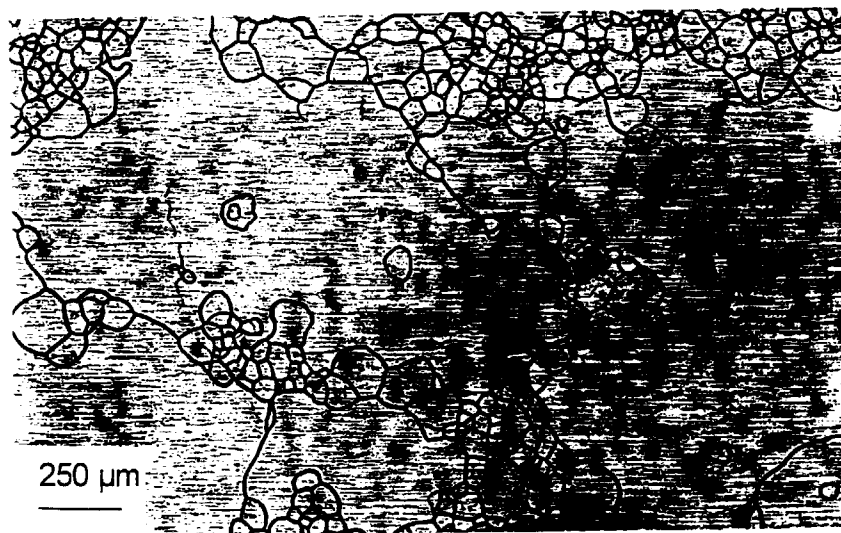


FIG : 3

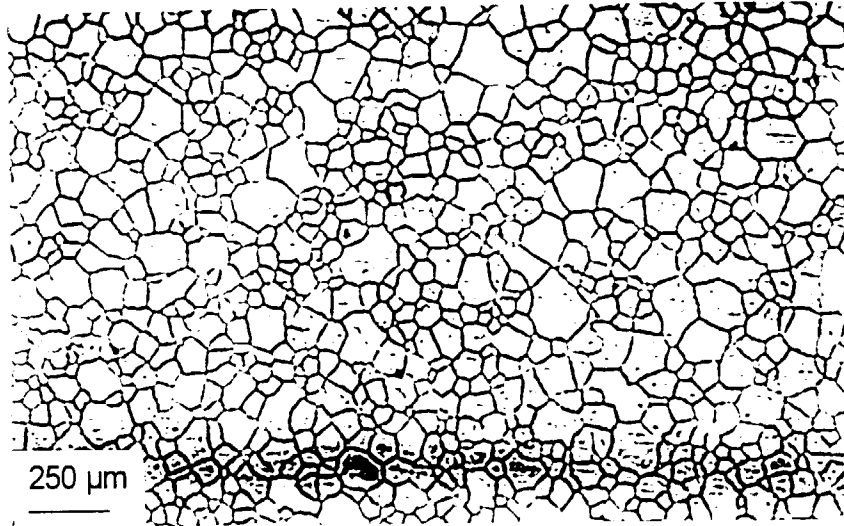


FIG. 4

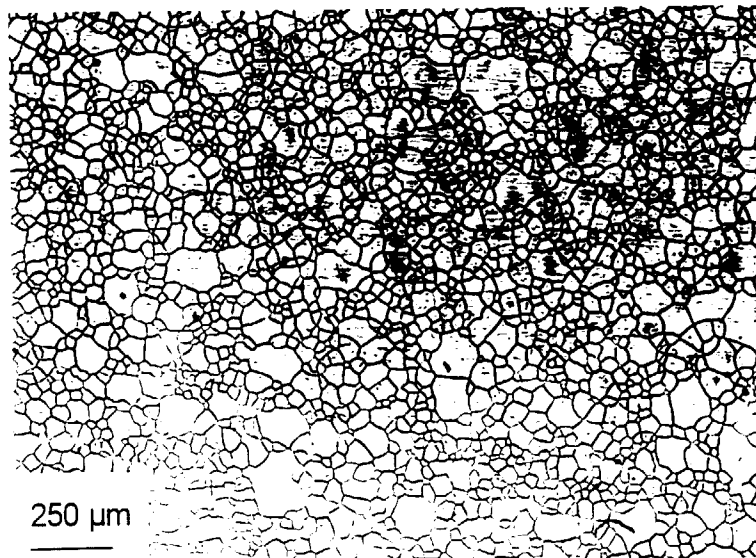


FIG. 5



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 97 40 0438

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.6)
P,Y	US 5 547 523 A (BLANKENSHIP ET AL.) * le document en entier *	1-3	C22F1/10
P,Y	US 5 529 643 A (YOON ET AL.) * le document en entier *	1	
Y	US 5 413 752 A (KISSINGER ET AL.) * revendications 1-20 *	1	
Y	US 5 393 483 A (CHANG) * revendications 1-14 *	1-3	
Y	US 5 328 659 A (TILLMAN ET AL.) * revendications 1-7 *	1-3	
A	EP 0 142 668 A (BBC AKTIENGESSELLSCHAFT BROWN, BOVERI & CIE) * revendications 1-6 *	1-3	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 2 Juin 1997	Examineur Lippens, M
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPC FORM 1503 03.92 (P04C02)