

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 936 277 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

18.08.1999 Bulletin 1999/33

(51) Int Cl.⁶: **C22C 1/04, C22C 38/06**

(21) Numéro de dépôt: **99400282.2**

(22) Date de dépôt: **08.02.1999**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(72) Inventeurs:

- **Baccino, Régis**
38410 Saint-Martin D'Uriage (FR)
- **Moret, Frédéric**
38330 Saint-Ismier (FR)

(30) Priorité: **10.02.1998 FR 9801537**

(74) Mandataire: **Poulin, Gérard**

Société BREVATOME
25, rue de Ponthieu
75008 Paris (FR)

(71) Demandeur: **COMMISSARIAT A L'ENERGIE**

ATOMIQUE
75015 Paris Cédex 15 (FR)

(54) **Procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium, et alliage intermétallique fer-aluminium**

(57) La présente invention se rapporte à un procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium, à un alliage intermétallique fer-aluminium pouvant être obtenu par ledit procédé, et à un élément constitué d'un tel alliage.

Le procédé de l'invention comprend une étape de préparation d'une poudre d'un mélange comprenant es-

sentiellement du fer et de l'aluminium, et une étape de compression à chaud de la poudre après dégazage de celle-ci.

Le procédé de l'invention est particulièrement intéressant par exemple pour la fabrication de pièces ou éléments constitués d'un tel alliage, en substitution aux aciers ou superalliages.

EP 0 936 277 A1

Description

Domaine technique de l'invention

[0001] L'invention se rapporte à un procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium, à un alliage intermétallique fer-aluminium pouvant être obtenu par ledit procédé, et à un élément constitué d'un tel alliage.

[0002] Les alliages intermétalliques fer-aluminium présentent, par rapport aux autres alliages structuraux, des propriétés particulières qui sont une faible densité et une résistance spécifique, c'est-à-dire une propriété rapportée à la densité du matériau, élevée comparée aux aciers et aux superalliages. Ils présentent par exemple une rigidité spécifique élevée comparée aux alliages légers, aux aciers et aux alliages de nickel, une ductilité élevée comparée à celle des autres intermétalliques tels que TiAl et NiAl, une résistance mécanique élevée jusqu'à 700°C par rapport aux alliages d'aluminium et aux composites à matrice organique, une résistance à la corrosion sèche élevée par rapport à la plupart des aciers et superalliages inoxydables, et un faible coût des matériaux de base.

[0003] L'ensemble de ces propriétés permet de considérer ces alliages comme des substituts possibles aux alliages légers, aux aciers ou aux superalliages, pour des applications industrielles exploitant leurs propriétés particulières. En effet, une densité réduite de 25% par rapport aux aciers et alliages de nickel, pour des propriétés et moyens de mise en oeuvre comparables par ailleurs, permet d'envisager une réduction de poids de pièces structurales aéronautiques et spatiales telles que des pièces de boulonnerie, des trains d'atterrissage, des pièces de systèmes de freinage, etc... La résistance spécifique élevée de ces alliages permet également d'envisager les applications en substitution d'alliages à haute résistance tels des aciers et superalliages, utilisés pour la fabrication de pièces critiques en mouvement de moteur thermique et de turbomachines, tels que des soupapes, des axes et arbres, des aubes de turbine. La réduction de masse de tels composants réduit généralement les problèmes d'inertie, de frottement et de vibrations, et entraîne de ce fait une possible réduction de masse d'autres composants tels que des paliers, des ressorts, des systèmes d'attache et de refroidissement, intervenant dans les mouvements de ces pièces critiques.

[0004] La rigidité spécifique constitue une propriété particulièrement intéressante de ces matériaux. Elle est en effet de 10 à 20% plus élevée que celle des alliages structuraux utilisés actuellement tels que les alliages légers, les aciers et les superalliages, pour la fabrication de pièces devant travailler dans des régimes vibratoires proches de limite de résonance, voire au-delà, tels que certains arbres de puissance de turbine ou certaines buses ou canalisations d'injection de fluide.

[0005] Les propriétés de résistance à la corrosion de

ces alliages leur permettent d'être utilisés pour la fabrication de résistors de four ou de tubes d'échangeur de chaleur.

Etat de la technique

[0006] Dans un domaine de composition compris entre 25 à 50% d'aluminium, un alliage intermétallique fer-aluminium présente une phase cristalline ordonnée de structures cubiques centrées de type B2. Cette phase ordonnée, appelée encore première phase, possède une excellente résistance en environnement oxydant, sulfurant ou carburant, jusqu'à 1000°C, et une bonne résistance à l'érosion. Mais elle présente cependant une grande fragilité à température ambiante et une limite élastique et une résistance au fluage, peu élevées à haute température.

[0007] Les alliages intermétalliques fer-aluminium sont actuellement fabriqués par des procédés d'extrusion, à partir de mélanges de poudre comprenant essentiellement du fer et de l'aluminium.

[0008] De nombreuses recherches ayant pour but d'améliorer la résistance et la ductilité des alliages intermétalliques fer-aluminium obtenus par extrusion ont été effectuées. Ces recherches ont essentiellement porté sur la composition des poudres utilisées pour la fabrication de ces alliages et sur la granulométrie de ces poudres pour obtenir par extrusion un alliage intermétallique fer-aluminium ductile et résistant.

[0009] Ainsi, il a été montré que la phase cristalline ordonnée de cet alliage supporte l'addition de divers éléments supplémentaires qui renforcent les propriétés mécaniques de l'alliage. Ces éléments supplémentaires peuvent être par exemple du nickel, du cobalt, du titane, du magnésium, du zirconium, du bore, du chrome, du cérium ou un mélange de ces éléments, etc... dans des proportions et en combinaison variables.

[0010] Il a également été montré qu'il est possible de renforcer un tel alliage en y introduisant en plus des éléments supplémentaires précédemment cités, des dispersoïdes, c'est-à-dire des particules dites de seconde phase, très fines et bien dispersées d'oxydes très stables tels que par exemple Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ou Y_2O_3 .

[0011] La fabrication de ces alliages intermétalliques fer-aluminium par extrusion présente cependant un certain nombre d'inconvénients qui sont notamment un coût élevé, et une forte réduction de section des pièces fabriquées lors de l'extrusion, ce qui limite considérablement les dimensions diamétrales de ces pièces. Un autre inconvénient est que les alliages intermétalliques fer-aluminium sont difficiles à usiner, et lorsque la forme des pièces à fabriquer s'éloigne par exemple d'une forme de cylindre, celle-ci peut requérir un usinage important.

Exposé de l'invention

[0012] L'invention a précisément pour but de fournir

un procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium présentant un coût de fabrication de l'alliage nettement inférieur à celui entraîné par un procédé d'extrusion. De plus, le procédé de l'invention permet de fabriquer un alliage présentant une résistance mécanique élevée et une ductilité suffisante pour de nombreuses applications.

[0013] Le procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium selon l'invention comprend les étapes suivantes :

- préparation d'une poudre de granulométrie déterminée à partir d'un mélange comprenant du fer et de l'aluminium,
- un dégazage de ladite poudre, et
- une compression à chaud de la poudre dégazée de manière à obtenir un alliage intermétallique fer-aluminium.

[0014] Selon l'invention, la poudre peut comprendre en outre un élément choisi parmi du nickel, du cobalt, du titane, du magnésium, du zirconium, du bore, du chrome, du cérium, ou un mélange de ces éléments.

[0015] Selon l'invention, la poudre peut comprendre par exemple de 20 à 50% en poids d'aluminium, et peut comprendre en outre de 0,05 à 0,5% en poids de zirconium, de 0,001 à 0,02% en poids de bore, le reste étant du fer et des impuretés inévitables.

[0016] Selon l'invention, la poudre peut comprendre environ 21 à 28% en poids d'aluminium, et peut comprendre en outre environ 0,08 à environ 0,14% en poids de zirconium, environ 0,012 à environ 0,018% en poids de bore, le reste étant du fer et des impuretés inévitables.

[0017] Selon l'invention, la granulométrie de la poudre peut être comprise dans une plage allant de 10 à 500 μm , de préférence dans une plage allant de 10 à 50 μm .

[0018] Selon l'invention, le procédé peut comprendre en outre une étape de dispersion dans la poudre d'un oxyde choisi parmi Y_2O_3 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ou d'un mélange de ces oxydes, sous forme d'une poudre nanométrique.

[0019] Selon l'invention, le procédé peut comprendre en outre une étape de dispersion dans la poudre d'environ 0,5 à environ 1,5% en poids de Y_2O_3 sous forme d'une poudre nanométrique, de préférence environ 1% en poids de Y_2O_3 .

[0020] Selon l'invention, la poudre peut être préparée par un broyage à sec dudit mélange sous un gaz neutre. Ce broyage à sec peut être réalisé par exemple dans un broyeur à boulets.

[0021] Selon l'invention, la poudre est ensuite dégazée par exemple au moyen d'une pompe à vide.

[0022] Selon l'invention, la compression à chaud de la poudre dégazée peut être effectuée à une température allant d'environ 900 à environ 1300°C, de préférence à une température allant d'environ 1000 à environ

1200°C.

[0023] Selon l'invention, la compression à chaud de la poudre dégazée peut être effectuée à une pression allant d'environ 50 à environ 400 MPa, de préférence à une pression d'environ 100 MPa.

[0024] Selon l'invention, la compression de la poudre peut être effectuée à pression variable ou à pression isostatique.

[0025] Selon l'invention, on peut effectuer la compression pendant une durée allant d'environ 0,5 à environ 4 heures, de préférence pendant une durée d'environ 2 heures.

[0026] L'invention se rapporte également à un alliage intermétallique fer-aluminium pouvant être obtenu par le procédé de l'invention, ledit alliage comprenant du fer, de l'aluminium, du zirconium, du bore, et de l'oxyde d'yttrium, et présentant un allongement d'environ 1,5% et une limite élastique d'environ 960 MPa.

[0027] L'invention se rapporte également à un alliage intermétallique fer-aluminium pouvant être obtenu par le procédé de l'invention, ledit alliage comprenant du fer, de l'aluminium, du zirconium, du bore, et de l'oxyde d'yttrium et présentant un allongement d'environ 0,2 à environ 0,8% et une limite élastique d'environ 1240 MPa.

[0028] L'invention consiste donc notamment à densifier une poudre de granulométrie déterminée à partir d'un mélange comprenant du fer et de l'aluminium, au moyen d'un pressage à chaud.

[0029] De façon surprenante, l'alliage dense obtenue par ce procédé présente des propriétés tout à fait surprenantes pour de nombreuses applications. Cet alliage présente en particulier une résistance mécanique pouvant atteindre ou dépasser 1000 MPa et une ductilité pouvant dépasser 1%.

[0030] De plus, le procédé de l'invention ne présente pas les inconvénients précités des procédés d'extrusion de l'art antérieur.

[0031] La présente invention permet en outre de fabriquer des éléments en alliage intermétallique fer-aluminium de grandes dimensions. En effet, la compression de la poudre dégazée peut être réalisée dans un conteneur ou moule pouvant aller par exemple jusqu'à 1 mètre de diamètre et 2 mètres de hauteur, sans que ces limites soient absolues, pour obtenir un élément en alliage intermétallique fer-aluminium ayant sensiblement les mêmes dimensions que le conteneur.

[0032] De plus, le conteneur ou moule peut avoir une forme complexe pour réaliser des éléments en alliage intermétallique fer-aluminium de forme complexe sans forcément avoir recours à un usinage.

[0033] Le procédé de l'invention permet en outre de fabriquer des éléments en alliage intermétallique fer-aluminium près des cotes ou aux cotes, c'est-à-dire que les pièces ainsi fabriquées ne nécessitent pas, ou peu, d'usinage ultérieur.

[0034] Il existe en conséquence de nombreux exemples d'application de l'invention à la fabrication d'éléments ou pièces en alliage intermétallique fer-alumi-

nium.

[0035] Parmi eux, on peut citer par exemple sans être limitatif :

- la fabrication de pièces structurales automobiles, aéronautiques et spatiales : boulonneries, trains d'atterrissage, pièces de systèmes de freinage, etc...
- la fabrication de pièces critiques en mouvement de moteurs thermiques et de turbomachines, tels que les soupapes, les axes et arbres, les vilebrequins et pistons, les aubes de turbine ;
- la fabrication de pièces devant travailler dans des régimes vibratoires proches de limites de résonance, voire au-delà telles que certains arbres de puissance de turbines ou certaines buses ou canalisations d'injection de fluides ;
- la fabrication de résistors de fours ou de tubes d'échangeurs de chaleur ou de pièces soumises à des conditions difficiles de corrosion sèche.

[0036] L'exposé de l'invention est ci-après illustré par un mode de réalisation donné à titre d'exemple non limitatif.

Exemple 1

[0037] Dans une première étape du procédé de l'invention, une poudre de granulométrie déterminée est préparée à partir d'un mélange comprenant 24% en poids d'aluminium, 0,11% de zirconium, 0,0026% en poids de bore, le reste étant du fer et des impuretés inévitables. Ce mélange est mis en fusion pour être coulé sous forme de lingots.

[0038] Ces lingots sont ensuite atomisés sous argon afin d'obtenir une poudre pré-alliée fine et sphérique.

[0039] Cette poudre pré-alliée est ensuite broyée à sec sous argon dans un broyeur à boulet, en ajoutant au début du broyage 1% en poids de Y_2O_3 .

[0040] Une poudre de granulométrie comprise entre 50 et 300 est obtenue.

[0041] Toutes les étapes de cet exemple sont réalisées dans des conditions permettant de limiter la contamination par l'atmosphère ou par des inclusions exogènes.

[0042] L'opération de broyage introduit une quantité d'environ 0,03% en poids d'oxygène et d'environ 0,01% en poids de carbone dans l'alliage. Le carbone provient de l'usure des billes du broyeur à boulets au cours du broyage.

[0043] La poudre broyée est mise dans un conteneur et densifiée par compression isostatique à chaud à une température de 1100°C sous une pression de 100 MPa pendant 2 heures.

[0044] Une pièce en alliage intermétallique près des cotes ou aux cotes est obtenue.

[0045] Les propriétés mécaniques de l'alliage obtenu ont été déterminées dans les conditions les moins favo-

rables à la ductilité d'un tel alliage, c'est-à-dire sur une pièce usinée non polie, sous air déshydraté et à une vitesse de traction faible.

[0046] Les avantages en termes de résistance mécanique et de ductilité sont très nets. En particulier, cet alliage présente un allongement de 1,5% et une limite élastique de 960 MPa à température ambiante.

Exemple 2

[0047] A partir d'une poudre identique à celle préparée dans l'exemple 1, et dans les mêmes conditions, la poudre broyée est mise dans un conteneur et densifiée par compression isostatique à chaud à une température de 1000°C et sous une pression isostatique de 100 MPa pendant 2 heures.

[0048] Une pièce en alliage intermétallique fer-aluminium près des cotes ou aux cotes est obtenue.

[0049] Cet alliage présente un allongement de 0,2 à 0,8% et une limite élastique de 1240 MPa.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un alliage intermétallique fer-aluminium comprenant les étapes suivantes :
 - une préparation d'une poudre de granulométrie déterminée à partir d'un mélange comprenant du fer et de l'aluminium,
 - un dégazage de ladite poudre, et
 - une compression à chaud de la poudre dégazée de manière à obtenir l'alliage intermétallique fer-aluminium.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la poudre comprend en outre un élément choisi parmi du nickel, du cobalt, du titane, du magnésium, du zirconium, du bore, du chrome, du cérium ou un mélange de ces éléments.
3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la poudre comprend de 20 à 50% en poids d'aluminium, et comprend en outre de 0,05 à 0,5% en poids de zirconium, de 0,001 à 0,02% en poids de bore, le reste étant du fer et des impuretés inévitables.
4. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la poudre comprend environ 21 à 28% en poids d'aluminium et comprend en outre environ 0,08 à environ 0,14% en poids de zirconium, environ 0,012 à environ 0,018% en poids de bore, le reste étant du fer et des impuretés inévitables.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la granulométrie de la poudre est comprise dans une plage allant de 10 à 500 μm .

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, comprenant en outre une étape de dispersion dans la poudre d'un oxyde choisi parmi Y_2O_3 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ou d'un mélange de ces oxydes, sous forme d'une poudre nanométrique. 5
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, comprenant en outre une étape de dispersion dans la poudre d'environ 0,5 à environ 1,5% en poids de Y_2O_3 sous forme d'une poudre nanométrique. 10
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel la poudre est préparée par un broyage à sec dudit mélange sous un gaz neutre. 15
9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel le broyage à sec est réalisé dans un broyeur à boulets.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel on effectue la compression à chaud à une température allant d'environ 900 à environ 1300°C. 20
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel on effectue la compression à chaud à une température allant d'environ 1000 à environ 1200°C. 25
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel on effectue la compression à une pression allant d'environ 50 à environ 400 MPa. 30
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans lequel on effectue la compression à une pression d'environ 100 MPa. 35
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, dans lequel on effectue la compression sous pression isostatique. 40
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans lequel on effectue la compression pendant une durée allant d'environ 0,5 à environ 4 heures. 45
16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans lequel on effectue la compression pendant une durée de 2 heures. 50
17. Alliage intermétallique fer-aluminium comprenant du fer, de l'aluminium, du zirconium, du bore et de l'oxyde d'yttrium, ledit alliage présentant un allongement d'environ 1,5% et une limite élastique d'environ 960 MPa, ledit alliage pouvant être obtenu par le procédé selon la revendication 6 ou 7. 55
18. Alliage intermétallique fer-aluminium comprenant du fer, de l'aluminium, du zirconium, du bore, et de l'oxyde d'yttrium, ledit alliage présentant un allongement d'environ 0,2 à environ 0,8% et une limite élastique d'environ 1240 MPa, ledit alliage pouvant être obtenu par le procédé selon la revendication 6 ou 7.
19. Élément en alliage intermétallique fer-aluminium obtenu par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 99 40 0282

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)
X	US 5 269 830 A (RABIN BARRY H ET AL) 14 décembre 1993 * figures * * colonne 3, ligne 3 - ligne 39 * * colonne 5, ligne 5 - ligne 30 * * colonne 8, ligne 7 - ligne 33 * * revendications *	1,5, 8-14,19	C22C1/04 C22C38/06
A	--- DATABASE WPI Section Ch, Week 9048 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class M22, AN 90-358392 XP002086103 & JP 02 259030 A (SUMITOMO LIGHT METAL IND CO), 19 octobre 1990 * abrégé * & PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no. 007 (C [0794], 9 janvier 1991 JP * abrégé *	1,17	
A	--- WO 93 16209 A (ALLIED SIGNAL INC) 19 août 1993 * revendication 5; exemples 13-15 *	1,17	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C22C
A	--- EP 0 738 782 A (PHILIP MORRIS PROD) 23 octobre 1996 * tableau IA * * revendications *	1,3,4,6, 7,17-19	
A	--- US 5 015 440 A (BOWDEN DAVID M) 14 mai 1991 * revendications *	1,10-16	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 12 mai 1999	Examineur Riba Vilanova, M
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 1503 03.92 (F04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 0282

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

12-05-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5269830 A	14-12-1993	US 5350107 A	27-09-1994
WO 9316209 A	19-08-1993	US 5284532 A	08-02-1994
EP 0738782 A	23-10-1996	US 5620651 A	15-04-1997
		CN 1140203 A	15-01-1997
		JP 9031605 A	04-02-1997
US 5015440 A	14-05-1991	AUCUN	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82