



(11) **EP 1 840 232 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
13.05.2009 Bulletin 2009/20

(51) Int Cl.:
C22C 19/05 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **07105258.3**

(22) Date de dépôt: **29.03.2007**

(54) **Alliage à base de nickel**

Legierung auf Nickelbasis

Nickel-based alloy

(84) Etats contractants désignés:
DE FR GB IT

(30) Priorité: **31.03.2006 FR 0651145**

(43) Date de publication de la demande:
03.10.2007 Bulletin 2007/40

(73) Titulaires:
• **SNECMA**
75015 Paris (FR)
• **ARMINES**
75272 Paris Cedex 06 (FR)
• **ONERA (Office National d'Etudes et de**
Recherches
Aérospatiales)
92320 Châtillon (FR)

(72) Inventeurs:
• **Augustins Lecallier, Isabelle**
78120, Rambouillet (FR)
• **Caron, Pierre**
91940, Les Ulis (FR)
• **Guedou, Jean-Yves**
77350, Le Mee sur Seine (FR)

• **Locq, Didier**
92350, Le Plessis Robinson (FR)
• **Naze, Loeïz**
91540, Mennecy (FR)

(74) Mandataire: **Besnard, Christophe Laurent et al**
Cabinet Beau de Loménie
158, Rue de l'Université
75340 Paris Cedex 07 (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 849 370 EP-A- 1 195 446
WO-A-95/18875 FR-A- 2 593 830
US-A- 4 825 522

• **FLAGEOLET ET AL: "On the role of gamma**
particles within gamma' precipitates on damage
accumulation in the P/M nickel-base superalloy
N18" MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING
A: STRUCTURAL MATERIALS: PROPERTIES,
MICROSTRUCTURE & PROCESSING,
LAUSANNE, CH, vol. 399, no. 1-2, 15 juin 2005
(2005-06-15), pages 199-205, XP005006437 ISSN:
0921-5093

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 1 840 232 B1

Description

[0001] L'invention concerne des alliages, ou superalliages, à base de nickel (Ni) destinés plus particulièrement à la réalisation de disques de turbine ou de compresseur de turbomachines, selon des procédés de métallurgie des poudres. Les turbomachines concernées peuvent être aéronautiques (turboréacteur, turbopropulseur) ou terrestres (turbine à gaz dédiée à la production d'énergie).

[0002] Les disques de compresseur et de turbine situés respectivement en amont et en aval de la chambre de combustion d'un turboréacteur sont soumis en service à des sollicitations mécaniques assimilables à de la traction, du fluage et de la fatigue, à des températures pouvant atteindre 800°C. Or, on souhaite que les durées de vie en fonctionnement de ces disques atteignent plusieurs milliers d'heures. Ces disques doivent donc être réalisés en un alliage présentant, à hautes températures, une résistance élevée aux efforts de traction, une très bonne tenue au fluage, ainsi qu'une bonne résistance à la propagation des fissures.

[0003] Aujourd'hui, ces disques peuvent être réalisés en alliages à base de Ni selon des procédés de métallurgie des poudres, ces procédés limitant les phénomènes de ségrégation chimique et favorisant la bonne homogénéité microstructurale de l'alliage.

[0004] Un exemple d'alliage à base de nickel connu est décrit dans le document FR2593830. Cet alliage est commercialisé sous la référence N18.

[0005] Cet exemple d'alliage, de même que les alliages de l'invention, fait partie des alliages biphasés qui comprennent : une phase dite gamma formée par une solution solide à base de nickel, qui constitue la matrice des grains métallurgiques, et une phase dite gamma prime, dont la structure est basée sur le composé intermétallique ordonné Ni_3Al . La phase gamma prime forme plusieurs populations de précipités inter ou intra-granulaires qui apparaissent à différentes étapes de l'histoire thermomécanique de l'alliage et qui ont des rôles distincts dans le comportement mécanique de l'alliage.

[0006] On a pu constater que la population de précipités intergranulaires limitait la croissance des grains de matrice gamma au cours d'un traitement thermique de recristallisation. Ainsi, en jouant sur le traitement thermique de recristallisation de l'alliage, on contrôle la population de précipités intergranulaires et donc la taille desdits grains. Selon que la température maximum atteinte lors de ce traitement thermique est supérieure (traitement dit supersolvus) ou inférieure (traitement dit subsolvus) à la température de mise en solution (ou température de solvus) des précipités intergranulaires de phase gamma prime, la recristallisation se solde par une taille de grain élevée (pour un traitement supersolvus) ou faible (pour un traitement subsolvus).

[0007] La résistance en traction est généralement favorisée par la réduction de la taille de grain alors que la résistance au fluage est favorisée par une augmentation de celle-ci. Ainsi, selon l'application envisagée et les caractéristiques mécaniques visées, les alliages biphasés sont traités thermomécaniquement pour présenter soit une microstructure à grains fins (petits grains), c'est-à-dire présentant une taille de grain de l'ordre de 5 à 15 μm (c'est-à-dire d'indices ASTM 12 à 9, selon la norme "American Society for Testing and Material"), soit une microstructure à gros grains, c'est-à-dire présentant une taille de grain de l'ordre de 20 à 180 μm (c'est-à-dire d'indices ASTM 8 à 2).

[0008] Par ailleurs, le renforcement des grains est assuré par la présence de différentes populations de précipités intra-granulaires de la phase gamma prime de base Ni_3Al et il est généralement admis que la résistance mécanique en traction, à chaud, de ces alliages augmente avec la fraction volumique de la phase gamma prime, cette fraction pouvant atteindre 60%.

[0009] L'alliage N18, dont la fraction volumique de phase gamma prime est d'environ 55%, est principalement soumis à des traitements subsolvus, car on souhaite obtenir une microstructure à grains fins. En effet, la résistance en fatigue et en traction de cet alliage est généralement privilégiée par rapport à sa résistance en fluage, du fait d'une température d'utilisation souvent inférieure à 650°C, c'est-à-dire relativement modérée.

[0010] A des températures supérieures à 650°C, une résistance élevée au fluage est nécessaire et, par conséquent, une microstructure à gros grains, (obtenue par traitement supersolvus) serait mieux adaptée. Or, un traitement supersolvus sur des disques de grand diamètre en alliage N18 est très difficile, voire impossible à réaliser industriellement en raison de l'écart trop faible entre la température de solvus de la phase gamma prime et la température de brûlure (c'est-à-dire de début de fusion) de l'alliage. Cette plage de températures pour la remise en solution de la phase gamma prime (c'est-à-dire pour réaliser un traitement supersolvus) est en effet trop étroite (inférieure à 30°C) ce qui rend hasardeuse la pratique industrielle du traitement thermique de remise en solution totale de la phase gamma prime.

[0011] En outre, des contraintes internes élevées naissent dans les disques, lors du refroidissement rapide (de l'ordre de 100°C/min) consécutif au traitement thermique de remise en solution totale, et provoquent l'apparition de fissures (tapures de trempe).

[0012] L'invention a pour but de proposer des alliages à base de Ni pour lesquels il est possible de réaliser un traitement subsolvus, mais également un traitement supersolvus à l'échelle industrielle et qui, de préférence, présentent des caractéristiques mécaniques à hautes températures, notamment une résistance au fluage, au moins équivalentes, et de préférence supérieures, à celles de l'alliage N18.

[0013] Pour atteindre ce but, l'invention a pour objet des alliages caractérisés en ce qu'ils comprennent essentiellement (c'est-à-dire aux éventuelles impuretés près) les éléments suivants, dans les teneurs indiquées en pourcentages en poids:

- chrome (Cr) : 11,5 à 13,5 %;
- cobalt (Co) : 11,5 à 16,0 %;
- molybdène (Mo) : 3,4 à 5,0 %;
- tungstène (W) : 3,0 à 5,0 %;
- aluminium (Al) : 2,2 à 3,2 %;
- titane (Ti) : 3,5 à 5,0 %;
- niobium (Nb) : 0,5 à 2,0 %;
- hafnium (Hf) : 0,25 à 0,35 %;
- zirconium (Zr) : 0 à 0,07 %;
- carbone (C) : 0,015 à 0,030 %;
- bore (B) : 0,01 à 0,02 %; et
- nickel (Ni) : complément à 100 %.

[0014] Dans ses recherches ayant conduit à l'invention, le demandeur a établi que les problèmes rencontrés avec l'alliage N18 étaient liés, en partie, à la forte fraction volumique (55%) de phase gamma prime dans cet alliage.

[0015] En effet, d'une part, le demandeur a établi que cette forte fraction volumique avait tendance à réduire l'écart entre la température de solvus de la phase gamma prime et la température de brûlure de l'alliage N18, rendant cet écart trop étroit pour réaliser industriellement un traitement supersolvus.

[0016] D'autre part, le demandeur a établi que les contraintes internes naissant dans la pièce au cours du refroidissement rapide consécutif au traitement thermique de remise en solution totale, résultaient en partie de la précipitation d'une fraction volumique élevée de phase gamma prime.

[0017] Enfin, le demandeur a établi que la composition élémentaire de l'alliage N18 autorisait, au cours du maintien en température à plus de 650°C pendant des temps suffisamment longs, le développement de phases topologiquement compactes, généralement désignées phases sigma et mu, néfastes à la tenue à haute température d'un disque en fonctionnement.

[0018] Ainsi, la composition des alliages de l'invention est choisie de manière à faire précipiter une fraction volumique limitée de phase gamma prime.

[0019] Bien que les alliages de l'invention soient ainsi moins riches que l'alliage N18 en phase gamma prime, ils possèdent contre toute attente, dans leur version microstructurale à petits grains, des caractéristiques en traction et une résistance au fluage supérieures à celles de cet alliage de référence. Il apparaît également que ces alliages présentent des vitesses de fissuration en fatigue-fluage équivalentes, voire même inférieures à celles de l'alliage N18.

[0020] Pour des disques de compresseur ou de turbine de turbomachine, la résistance élevée aux efforts de traction est particulièrement favorable à la tenue à l'éclatement de ces disques pouvant survenir lors d'un régime accidentel de survitesse. Cette résistance élevée permet également d'anticiper de bonnes propriétés en fatigue oligocyclique et des durées de vie adéquates.

[0021] En outre, la réduction, par rapport à l'alliage N18, de la fraction volumique de phase gamma prime est favorable à la réalisation de disques présentant une microstructure à gros grains et donc une résistance élevée au fluage à haute température (c'est-à-dire pour des températures supérieures ou égales à 700°C). Cette résistance au fluage associée à de très bonnes caractéristiques mécaniques en traction et en propagation de fissures en fatigue-fluage, autorise l'utilisation de ces disques à des températures plus élevées que dans les turbomachines actuelles, ce qui permet d'accéder à de meilleurs rendements thermiques et de diminuer la consommation spécifique des turbomachines.

[0022] La réalisation de cette microstructure à gros grains est en outre facilitée par la confortable plage de températures entre la température de solvus de la phase gamma prime et la température de début de fusion de l'alliage. Avantagusement, les compositions des alliages de l'invention sont telles que la largeur de cette plage est supérieure ou égale à 35°C. Ceci autorise la réalisation industrielle de traitements thermiques au-delà de la température de solvus, sans risque de brûlure de l'alliage.

[0023] L'aptitude à développer l'une ou l'autre des microstructures à gros et à petits grains ainsi que les bonnes propriétés mécaniques correspondant à chacune de ces deux microstructures est un avantage certain des alliages de l'invention par rapport à ceux utilisés à ce jour et, notamment, à l'alliage N18.

[0024] En outre, cette aptitude permet de réaliser des disques à structure duale. En effet, en réalisant un traitement thermique sous gradient de température, on développe une structure à gros grains dans la zone périphérique du disque, où les températures en service sont les plus élevées et où le fluage joue un rôle significatif dans l'endommagement du matériau, et une structure à petits grains dans la zone centrale du disque (proche du moyeu), plus froide, où l'endommagement résulte essentiellement des efforts de traction et des sollicitations cycliques.

[0025] Malgré une concentration en aluminium inférieure à celle de l'alliage N18 (qui est directement corrélée à une

fraction volumique de phase gamma prime plus faible), les alliages de l'invention présentent une masse volumique assez faible, de préférence inférieure ou égale à 8,3 kg/dm³, ce qui permet de limiter la masse du disque et les contraintes résultant de la force centrifuge.

[0026] Enfin, les compositions élémentaires des alliages de l'invention leur assurent une bonne stabilité microstructurale au regard de l'apparition des phases sigma et mu, qui est retardée au-delà de 500 heures de maintien à 750°C.

[0027] Afin de limiter les risques de fissuration à la trempe, en particulier lors de traitements à une température supérieure à la température de solvus de la phase gamma prime, les compositions des alliages de l'invention ont une fraction volumique de phase gamma prime limitée et, de préférence, inférieure ou égale à 50%. La phase gamma prime devant néanmoins être en proportion suffisante, la fraction volumique de phase gamma prime est, de préférence, comprise entre 40 et 50%.

[0028] Avantagusement, pour obtenir une telle fraction volumique de phase gamma prime dans les alliages de l'invention, la somme des teneurs en Al, Ti et Nb, en pourcentages atomiques, est supérieure ou égale à 10,5% et inférieure ou égale à 13%, soit: $10,5\% \leq \text{Al} + \text{Ti} + \text{Nb} \leq 13\%$.

[0029] Bien que la précipitation de la phase gamma prime dans les alliages à base de Ni relève exclusivement de la présence d'Al en concentration suffisante, les éléments Ti et Nb, qui, en se substituant à l'Al, sont constitutifs de cette phase, sont, au même titre que celui-ci, considérés comme des éléments favorables à la formation de la phase gamma prime et sont dits gamma prime-gènes. La valeur de la fraction volumique de la phase gamma prime est donc fonction de la somme des concentrations atomiques en Al, Ti et Nb.

[0030] On notera que le tantale (Ta) est également un élément gamma prime-gène mais qu'il n'a pas été retenu dans la composition des alliages de l'invention. En effet, Ta est un élément de masse atomique élevée, ce qui nécessite de procéder à des ajustements complexes de composition dans le but de maintenir la masse volumique de l'alliage sous une limite raisonnable (de préférence inférieure ou égale à 8,3 kg/dm³). En outre, le coût de Ta est élevé et son rôle bénéfique sur la résistance à la fissuration n'a pas pu être clairement établi. Enfin, son effet de renforcement de la phase gamma prime n'apparaît pas supérieur à celui des éléments Ti et Nb. On a même pu constater que la résistance des alliages de l'invention était au moins équivalente à celle des alliages contenant Ta.

[0031] Avantagusement encore, les teneurs en Al, Ti et Nb, en pourcentages atomiques dans les alliages de l'invention, sont telles que le rapport entre la somme des teneurs en Ti et en Nb, et la teneur en Al, est supérieur ou égal à 0,9 et inférieur ou égal à 1,1, soit: $0,9 \leq [(\text{Ti} + \text{Nb})/\text{Al}] \leq 1,1$.

[0032] Les atomes de Ti et de Nb se substituant à l'Al dans la phase gamma prime de base Ni₃Al ont pour effet de renforcer celle-ci selon des mécanismes analogues à ceux du durcissement de solution solide. Ce durcissement est d'autant plus élevé que le rapport $[(\text{Ti} + \text{Nb})/\text{Al}]$ est élevé. Cependant, d'une part, au-delà d'une certaine valeur de la concentration en Ti, la phase ordonnée Ni_3Ti précipite sous forme de plaquettes allongées qui ont un effet néfaste sur le comportement mécanique, notamment sur la ductilité des alliages qui en contiennent. D'autre part, la concentration en Nb doit être limitée car une teneur excessive en Nb est préjudiciable à la résistance à la propagation de fissures dans ce type d'alliages.

[0033] Selon un autre aspect de l'invention, les teneurs en W, Mo, Cr et Co, en pourcentages atomiques, sont telles que la somme des teneurs en W, Mo, Cr et Co est supérieure ou égale à 30% et inférieure ou égale à 34%, et telles que la somme des teneurs en W et Mo est supérieure ou égale à 3% et inférieure ou égale à 4,5%, soit: $30\% \leq \text{W} + \text{Mo} + \text{Cr} + \text{Co} \leq 34\%$; et $3\% \leq \text{W} + \text{Mo} \leq 4,5\%$.

[0034] Les éléments qui, essentiellement, se substituent à Ni dans la solution solide gamma sont Cr, Co, Mo et W.

[0035] Cr est indispensable à la tenue à l'oxydation et à la corrosion de l'alliage et participe, par effet de solution solide, au durcissement de la matrice gamma.

[0036] Co améliore la résistance de ces alliages au fluage à haute température. De plus, l'augmentation de la concentration en Co, dans les limites de la stabilité de la structure de la phase gamma, permet d'abaisser la température de solvus de la phase gamma prime et ainsi de faciliter la mise en oeuvre des traitements thermiques de remise en solution partielle ou totale de celle-ci.

[0037] Mo et W apportent un fort durcissement de la matrice gamma par effet de solution solide. Cependant ces éléments ont des masses atomiques élevées et leur substitution au Ni (en particulier la substitution du W au Ni) se traduit par une augmentation notable de la masse volumique de l'alliage.

[0038] Les teneurs en Cr, Mo, Co et W dans les alliages de l'invention doivent donc être soigneusement ajustées les unes par rapport aux autres pour obtenir les effets désirés, en particulier un durcissement optimal de la matrice gamma, sans pour autant risquer de provoquer l'apparition prématurée des phases de composés intermétalliques fragiles, sigma et mu. Ces phases, lorsqu'elles se développent en quantité excessive, peuvent en effet entraîner une réduction significative de la ductilité et de la résistance mécanique des alliages.

[0039] Enfin, on notera que les éléments dits mineurs que sont C, B et Zr forment des ségrégations principalement aux joints de grains, par exemple sous forme de carbures ou de borures. Ils contribuent ainsi à accroître la résistance et la ductilité des alliages par modification de la chimie des joints de grains et leur absence serait préjudiciable. Toutefois une teneur en excès de ces éléments entraîne une réduction de la température de fusion commençante ainsi qu'une

précipitation excessive de carbures et borures ce qui consomme des éléments d'alliage qui ne participent plus au durcissement de l'alliage. Les concentrations en carbone, bore et zirconium sont donc ajustées, avec en particulier des teneurs minimales non nulles en carbone et en bore, afin d'obtenir à haute température une résistance mécanique et une ductilité optimales pour les alliages de l'invention. Hf est également présent en quantité modérée car cet élément

améliore la résistance à la fissuration intergranulaire à chaud.

[0040] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce, plus particulièrement une pièce de turbomachine comme un disque de compresseur ou de turbine, caractérisé en ce qu'on réalise une ébauche de ladite pièce, ou la pièce elle-même, à partir d'une poudre d'un alliage selon l'invention, par une technique de métallurgie des poudres.

[0041] Avantagusement, on fait subir à ladite ébauche ou à ladite pièce, un traitement thermique de recristallisation selon lequel on amène l'ébauche ou la pièce, soit à une température inférieure à la température de solvus de la phase gamma prime dudit alliage, soit à une température supérieure à la température de solvus de la phase gamma prime dudit alliage, et inférieure à la température de début de fusion de cet alliage, de manière à favoriser le développement d'une microstructure à taille de grains adaptée aux conditions de sollicitation.

[0042] L'invention, ses applications et ses avantages seront mieux compris à la lecture de la description détaillée qui suit. Cette description fait référence aux figures annexées sur lesquelles :

- la figure 1 est un cliché obtenu par microscopie électronique à balayage montrant la microstructure de l'alliage A, décrit plus loin, et
- la figure 2 est un cliché obtenu par microscopie électronique à balayage montrant la microstructure de l'alliage C1, décrit plus loin.

[0043] Les pièces réalisées à partir des alliages selon l'invention sont, de préférence, fabriquées par des techniques de métallurgie des poudres.

[0044] Par exemple, la réalisation d'un disque de compresseur ou de turbine, selon une technique de métallurgie des poudres, comprend les étapes suivantes :

- la fabrication d'un lingot d'alliage mère par mélange et fusion d'éléments métalliques purs (aux éventuelles impuretés près),
- la refusion du lingot et sa pulvérisation par gaz inerte ou la refusion du lingot et sa pulvérisation centrifuge par une technique connue d'électrode tournante, afin d'obtenir une poudre pré-alliée,
- la consolidation de cette poudre pré-alliée par compactage isostatique à chaud et/ou par filage,
- la mise en forme d'une ébauche de disque par forgeage isotherme,
- le traitement thermique de cette ébauche, et
- l'usinage final du disque.

[0045] A l'issue du forgeage isotherme, différentes étapes de traitement thermique peuvent être choisies de manière à obtenir la microstructure la mieux adaptée à l'application visée. La température du traitement de mise en solution de la phase gamma prime permet de contrôler la taille de grain métallurgique :

- avec un traitement à une température inférieure à la température de solvus de la phase gamma prime, on obtient une microstructure à petits grains (5 à 15 μm), et
- avec un traitement à une température comprise entre la température de solvus de la phase gamma prime et la température de début de fusion de l'alliage, on obtient une microstructure à gros grains (supérieure à 15 μm). Ce dernier traitement n'est réalisable industriellement que si l'écart entre les deux températures précitées, appelé "fenêtre de mise en solution", est suffisamment important : on considère pour les alliages industriels qu'il doit être supérieur à 30°C et, de préférence, à 35°C.

[0046] La vitesse du refroidissement qui suit le traitement de mise en solution permet de contrôler la distribution des précipités intragranulaires de phase gamma prime.

[0047] Un ou plusieurs traitements de revenu permettent de contrôler la taille des précipités tertiaires de phase gamma prime et de relaxer les contraintes internes qui résultent de la trempe.

[0048] Les compositions nominales de deux alliages de l'art antérieur et de trois alliages conformes à l'invention, donnés à titre d'exemples, sont présentées dans le tableau I dans lequel les teneurs des éléments de chaque alliage sont indiquées en pourcentages atomiques, et dans le tableau II dans lequel les teneurs sont indiquées en pourcentages massiques. Les alliages C1, C2 et C3 ont une fenêtre de mise en solution supérieure à 50°C et peuvent donc être traités selon les deux types de traitement thermique présentés ci dessus, ce qui autorise une grande latitude de microstructures.

EP 1 840 232 B1

Tableau I (teneurs indiquées en pourcentages atomiques)

Alliage	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Hf	C	B	Zr
A	15,0	12,5	3,8	0	9,2	5,3	0	0,125	0,079	0,083	0,022
B	12,9	18,1	2,4	1,3	4,6	4,5	0,4	0	0,190	0,077	0,027
C1	15,1	13,6	2,2	1,3	6,4	5,6	0,5	0,100	0,109	0,093	0
C2	15,4	14,1	2,5	1,5	6,0	5,0	1,0	0,093	0,128	0,080	0
C3	12,0	14,6	2,9	1,0	5,5	4,6	1,0	0,100	0,100	0,080	0,038

Tableau II (teneurs indiquées en pourcentages massiques)

Alliage	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Hf	C	B	Zr
A	15,9	11,7	6,6	0	4,4	4,5	0	0,400	0,017	0,016	0,036
B	13,1	16,2	4,0	4,0	2,2	3,7	0,7	0	0,039	0,014	0,043
C1	15,4	12,2	3,7	4,0	3,0	4,6	0,8	0,310	0,023	0,018	0
C2	15,5	12,6	4,1	4,7	2,8	4,1	1,5	0,285	0,026	0,015	0
C3	12,15	13,0	4,8	3,15	2,55	3,8	1,6	0,310	0,021	0,015	0,060

[0049] L'alliage A est l'alliage N18 et l'alliage B est commercialisé sous la référence René-88DT.

[0050] Pour mener des tests sur ces alliages, des pièces ont été élaborées par la voie de la métallurgie des poudres selon la procédure suivante :

- fabrication de lingots d'alliage mère par mélange et fusion d'éléments métalliques purs,
- pulvérisation centrifuge avec électrodes tournantes,
- consolidation des poudres pré-alliées par filage à chaud,
- traitements thermiques comprenant un traitement subsolvus ou supersolvus.

[0051] Pour le traitement subsolvus, un traitement de mise en solution partielle de la phase gamma prime a été réalisé à une température inférieure à la température de solvus (T_{solvus}) de la phase gamma prime (à environ $T_{\text{solvus}} - 25^{\circ}\text{C}$). La vitesse de refroidissement était de l'ordre de $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ après la mise en solution. Ce traitement était suivi d'un revenu de 24 heures à 750°C et d'un refroidissement à l'air.

[0052] Pour le traitement supersolvus, un traitement de mise en solution totale de la phase gamma prime a été réalisé à une température supérieure au solvus gamma prime (à environ $T_{\text{solvus}} + 15$ à 20°C). La vitesse de refroidissement était de l'ordre de $140^{\circ}\text{C}/\text{min}$ après la mise en solution. Ce traitement était suivi d'un revenu de 8 heures à 760°C et d'un refroidissement à l'air.

[0053] Dans les tableaux III et IV sont présentés quelques résultats d'essais mécaniques réalisés en traction, en fluage et en propagation de fissures, respectivement pour des alliages ayant reçu un traitement subsolvus (tableau III) et un traitement supersolvus (tableau IV).

[0054] Les essais de traction ont été réalisés à l'air à 650°C pour le traitement subsolvus (tableau III) et à 700°C pour le traitement supersolvus (tableau IV) et R_m correspond à la contrainte maximale mesurée au cours de ces essais.

[0055] Les essais de fluage ont été réalisés à l'air à 700°C sous une contrainte initiale de 550 MPa (650 MPa pour l'alliage C1). La donnée $t_{0,2\%}$ est le temps de maintien en heures pour atteindre une déformation plastique de 0,2%.

[0056] Les essais de propagation de fissures ont été réalisés à l'air et à 650°C . Le cycle de sollicitation est le suivant : montée en charge en 10 secondes, temps de maintien de 300 secondes à la charge maximale et décharge en 10 secondes avec un rapport de charges (charge minimale/charge maximale) égal à 0,05. La donnée V_{f35} est la vitesse de propagation de fissures, mesurée à une valeur de ΔK égale à $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

EP 1 840 232 B1

Tableau III - (* sous une contrainte initiale de 650 MPa)

Alliage	Traction à 650°C Rm (MPa)	Fluage à 700°C sous 550 MPa $t_{0,2\%}$ (h)	Propagation de fissure à 650°C V_{f35} (m/cycle)
A	1474	340	$12 \cdot 10^{-5}$
B	1445	610	$3 \cdot 10^{-5}$
C1	1590	3000*	$2 \cdot 10^{-5}$
C2	1635	2300	$3 \cdot 10^{-5}$
C3	1589	-	-

Tableau IV - (* sous une contrainte initiale de 650 MPa)

Alliage	Traction à 700°C Rm (MPa)	Fluage à 700°C sous 550 MPa $t_{0,2\%}$ (h)	Propagation de fissure à 650°C V_{f35} (m/cycle)
B	1320	150	$9 \cdot 10^{-6}$
C 1	1440	1750*	$3 \cdot 10^{-6}$
C2	1428	>3000	$5 \cdot 10^{-6}$

[0057] Les résultats des tableaux III et IV montrent que les alliages de l'invention permettent de parvenir à une augmentation importante des propriétés mécaniques à chaud (traction et fluage) tout en préservant une résistance à la propagation de fissure identique ou meilleure que celle des alliages connus.

[0058] En référence aux figures 1 et 2, des examens microstructuraux ont été réalisés sur les alliages A et C1 ayant subi un traitement subsolvus, afin de détecter l'apparition de phases topologiquement compactes (c'est-à-dire de composés intermétalliques fragiles) après un traitement thermique de vieillissement de 500 heures à 750°C. Les observations ont été réalisées en microscopie électronique à balayage, en contraste d'électrons rétrodiffusés, sur des échantillons non attaqués. Le vieillissement sévère de 500 heures à 750°C provoque, dans l'alliage A, la formation inter et intra-granulaire de phases riches en éléments lourds. Ces phases apparaissent en contraste clair (liserés blancs) au niveau des joints de grains sur la figure 1. Ces phases, lorsqu'elles se forment en quantité excessive, peuvent entraîner une réduction significative de la ductilité et de la résistance mécanique des alliages. Les examens de l'alliage C1 ayant été soumis au même traitement de 500 heures à 750°C montrent que ces phases ne se sont pas formées pendant le vieillissement. Les alliages de l'invention présentent donc une meilleure stabilité que l'alliage A (N18) au regard de la formation des composés intermétalliques fragiles que sont les phases topologiquement compactes.

Revendications

1. Alliage **caractérisé en ce qu'il** comprend essentiellement les éléments suivants dans les teneurs indiquées en pourcentages en poids:

Cr : 11,5 à 13,5 %;
 Co : 11,5 à 16,0 %;
 Mo : 3,4 à 5,0%;
 W : 3,0 à 5,0 %;
 Al : 2,2 à 3,2 %;
 Ti : 3,5 à 5,0%;
 Nb : 0,5 à 2,0 %;
 Hf : 0,25 à 0,35 %;
 Zr : 0 à 0,07 %;
 C : 0,015 à 0,030 %;
 B : 0,01 à 0,02%; et
 Ni : complément à 100 %.

2. Alliage selon la revendication 1, dans lequel la somme des teneurs en Al, Ti et Nb, en pourcentages atomiques,

est supérieure ou égale à 10,5% et inférieure ou égale à 13%.

3. Alliage selon la revendication 1, dans lequel les teneurs en Al, Ti et Nb, en pourcentages atomiques, sont telles que le rapport entre la somme des teneurs en Ti et en Nb, et la teneur en Al, est supérieur ou égal à 0,9 et inférieur ou égal à 1,1.
4. Alliage selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel les teneurs en W, Mo, Cr et Co, en pourcentages atomiques, sont telles que la somme des teneurs en W, Mo, Cr et Co est supérieure ou égale à 30% et inférieure ou égale à 34%, et telles que la somme des teneurs en W et Mo est supérieure ou égale à 3% et inférieure ou égale à 4,5%.
5. Poudre d'un alliage selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.
6. Procédé de fabrication d'une pièce, **caractérisé en ce qu'**on réalise une ébauche de ladite pièce, ou la pièce elle-même, à partir d'une poudre d'alliage selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, par une technique de métallurgie des poudres.
7. Procédé de fabrication d'une pièce selon la revendication 6, dans lequel on fait subir à ladite ébauche ou à ladite pièce, un traitement thermique de recristallisation selon lequel on amène l'ébauche ou la pièce à une température supérieure à la température de solvus de la phase gamma prime dudit alliage, et inférieure à la température de début de fusion de cet alliage.
8. Procédé de fabrication d'une pièce selon la revendication 6, dans lequel on fait subir à ladite ébauche ou à ladite pièce, un traitement thermique de recristallisation selon lequel on amène l'ébauche ou la pièce à une température inférieure à la température de solvus de la phase gamma prime dudit alliage.
9. Pièce de turbomachine, **caractérisée en ce qu'**elle est réalisée en un alliage selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.
10. Pièce de turbomachine selon la revendication 9, présentant une structure à gros grains dans la zone dans laquelle elle est soumise aux températures de fonctionnement les plus élevées et où le fluage joue un rôle significatif dans l'endommagement de la pièce, et une structure à petits grains dans la zone dans laquelle elle est soumise aux températures de fonctionnement les plus faibles et où l'endommagement résulte essentiellement des efforts de traction et des sollicitations cycliques.
11. Pièce de turbomachine selon la revendication 9 ou 10, consistant en un disque de compresseur ou de turbine.

Claims

1. An alloy **characterized in that** it comprises essentially the following elements, in the values indicated, as percentages by weight:

Cr: 11.5 to 13.5%;
Co: 11.5 to 16.0%;
Mo: 3.4 to 5.0%;
W: 3.0 to 5.0%;
Al: 2.2 to 3.2%;
Ti: 3.5 to 5.0%;
Nb: 0.5 to 2.0%;
Hf: 0.25 to 0.35%;
Zr: 0 to 0.07%;
C: 0.015 to 0.030%;
B: 0.01 to 0.02%; and
Ni: complement to 100%.

2. An alloy according to claim 1, wherein the sum of the values of Al, Ti and Nb, as atomic percentages, is superior or equal to 10.5% and is inferior or equal to 13%.

3. An alloy according to claim 1, wherein the values of Al, Ti and Nb, as atomic percentages, are such that the ratio between the sum of the values of Ti and Nb, and the value of Al, is superior or equal to 0.9 and inferior or equal to 1.1.
4. An alloy according to any one of the claims 1 to 3, wherein the values of W, Mo, Cr and Co, as atomic percentages, are such that the sum of the values of W, Mo, Cr and Co is superior or equal to 30% and inferior or equal to 34%, and such that the sum of the values of W and Mo is superior or equal to 3% and inferior or equal to 4.5%.
5. A powder of an alloy according to any one of the claims 1 to 4.
6. A method of fabricating a part, **characterized in that** a blank of said part or the part itself is produced from a powder of an alloy according to any one of the claims 1 to 4, using a powder metallurgy technique.
7. A method of fabricating a part according to claim 6, wherein said blank or said part undergoes a recrystallization heat treatment in which the blank or the part is brought to a temperature which is higher than the solvus temperature of the gamma-prime phase of said alloy and lower than the melting onset temperature for said alloy.
8. A method of fabricating a part according to claim 6, wherein said blank or said part undergoes a recrystallization heat treatment in which the blank or the part is brought to a temperature which is lower than the solvus temperature of the gamma-prime phase of said alloy.
9. A turbo-machine part **characterized in that** it is produced from an alloy according to any one of the claims 1 to 4.
10. A turbo-machine part according to claim 9, having a coarse-grained structure in the zone in which it is subjected to the highest operational temperatures and where creep plays a significant role in damaging the part, and having a small-grained structure in the zone in which it is subjected to the lowest operational temperatures and where damage essentially results from tensile forces and cyclic stresses.
11. A turbo-machine part according to claim 9 or 10, consisting of a compressor or turbine disk.

Patentansprüche

1. Legierung, **dadurch gekennzeichnet, daß** sie im wesentlichen die folgenden Elemente in den in Gewichtsprozent angegebenen Gehalten enthält:
 Cr: 11,5 bis 13,5 %,
 Co: 11,5 bis 16,0 %,
 Mo: 3,4 bis 5,0 %,
 W: 3,0 bis 5,0 %,
 Al: 2,2 bis 3,2 %,
 Ti: 3,5 bis 5,0 %,
 Nb: 0,5 bis 2,0 %,
 Hf: 0,25 bis 0,35 %,
 Zr: 0 bis 0,07 %,
 C: 0,015 bis 0,030 %,
 B: 0,01 bis 0,02 %, und
 Ni: Ergänzung zu 100 %.
2. Legierung nach Anspruch 1, bei der die Summe aus den Al-, Ti- und Nb-Gehalten in Atomprozent größer oder gleich 10,5 % und kleiner oder gleich 13 % ist.
3. Legierung nach Anspruch 1, bei der die Al-, Ti- und Nb-Gehalte in Atomprozent derart sind, daß das Verhältnis zwischen der Summe aus den Ti- und Nb-Gehalten und dem Al-Gehalt größer oder gleich 0,9 und kleiner oder gleich 1,1 ist.
4. Legierung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei der die W-, Mo-, Cr- und Co-Gehalte in Atomprozent derart sind, daß die Summe aus den W-, Mo-, Cr- und Co-Gehalten größer oder gleich 30 % und kleiner oder gleich 34 % ist, und derart sind, daß die Summe aus den W- und Mo-Gehalten größer oder gleich 3 % und kleiner oder gleich 4,5 % ist.

5. Pulver aus einer Legierung nach einem der Ansprüche 1 bis 4.

6. Verfahren zur Herstellung eines Teils, **dadurch gekennzeichnet, daß** ein Rohling des Teils, oder das Teil selbst, aus einem Pulver einer Legierung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, mittels einer Pulvermetallurgietechnik hergestellt wird.

7. Verfahren zur Herstellung eines Teils nach Anspruch 6, bei dem der Rohling oder das Teil einer Wärmebehandlung zur Rekristallisation unterzogen wird, wonach der Rohling oder das Teil auf eine Temperatur erhitzt wird, die über der Solvus-Temperatur der Gamma-Prime-Phase der Legierung und unter der Temperatur des Schmelzbegins dieser Legierung liegt.

8. Verfahren zur Herstellung eines Teils nach Anspruch 6, bei dem der Rohling oder das Teil einer Wärmebehandlung zur Rekristallisation unterzogen wird, wonach der Rohling oder das Teil auf eine Temperatur erhitzt wird, die unter der Solvus-Temperatur der Gamma-Prime-Phase der Legierung liegt.

9. Turbomaschinenteil, **dadurch gekennzeichnet, daß** es aus einer Legierung nach einem der Ansprüche 1 bis 4 gefertigt ist.

10. Turbomaschinenteil nach Anspruch 9, das in dem Bereich, in dem es den höchsten Betriebstemperaturen ausgesetzt ist und in dem das Kriechen eine signifikante Rolle bei der Beschädigung des Teils spielt, eine grobkörnige Struktur aufweist, und in dem Bereich, in dem es den niedrigsten Betriebstemperaturen ausgesetzt ist und in dem die Beschädigung im wesentlichen aus den Zugbeanspruchungen und den Wechselbeanspruchungen resultiert, eine feinkörnige Struktur aufweist.

11. Turbomaschinenteil nach Anspruch 9 oder 10, das aus einer Verdichter- oder Turbinenscheibe besteht.

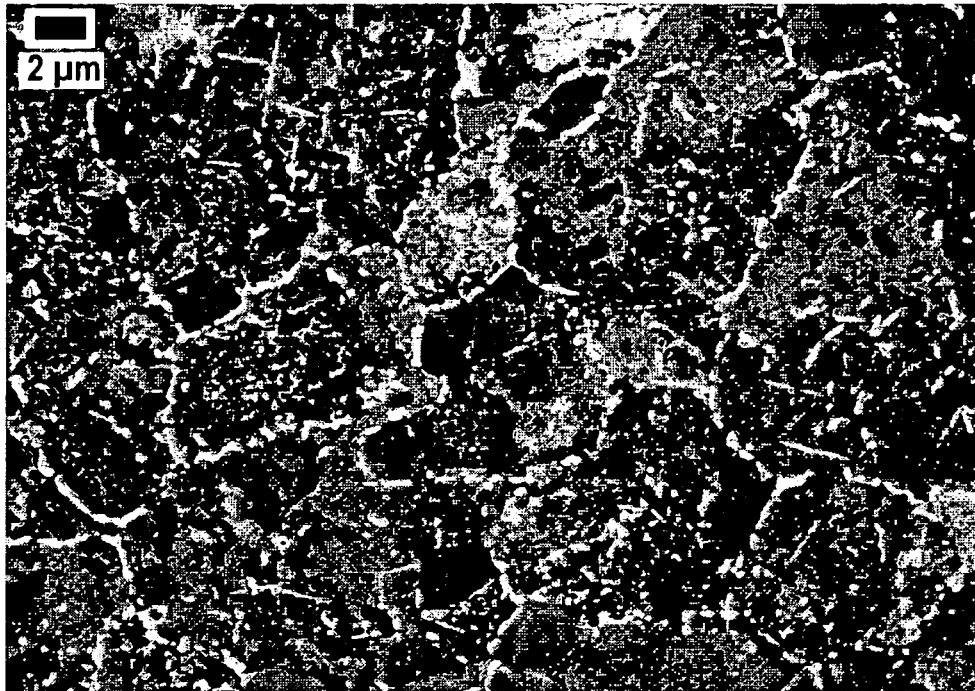


FIG.1

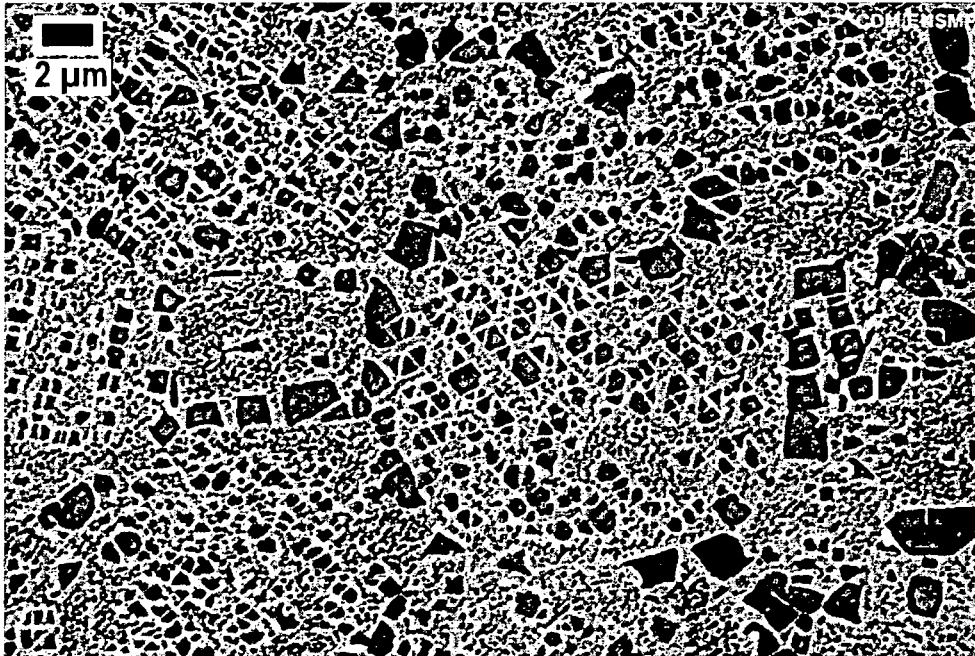


FIG.2

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- FR 2593830 [0004]