

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 04488

⑭ Procédé pour augmenter la durée de vie d'une pièce en matériau réfractaire à fibres parallèles de carbure métallique noyées dans une matrice métallique.

⑮ Classification internationale (Int. Cl.³). C 22 F 1/16; C 30 B 29/36, 29/62.

⑯ Date de dépôt..... 28 février 1980.

⑰ ⑱ ⑲ Priorité revendiquée :

⑳ Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 36 du 4-9-1981.

㉑ Dépositant : OFFICE NATIONAL D'ETUDES ET DE RECHERCHES AEROSPATIALES (par abréviation ONERA), résidant en France.

㉒ Invention de : Tasadduq Khan.

㉓ Titulaire : *Idem* ㉑

㉔ Mandataire : André Netter, conseil en brevets d'invention,
40, rue Vignon, 75009 Paris.

L'invention a pour objet un procédé pour augmenter la durée de vie d'une pièce en matériau réfractaire à matrice métallique et fibres parallèles de carbure métallique.

On connaît des matériaux composites réfractaires comprenant une matrice métallique dans laquelle sont noyées des fibres parallèles monocristallines en carbure métallique ou whiskers.

De tels matériaux, décrits dans le Brevet français 69 12452, le Certificat d'Addition 69 44108, le Brevet français 74 31140 et la Demande de Brevet français 78 32151 au nom du présent Demandeur, comprennent une matrice en superalliage à base de nickel et/ou de fer et/ou de cobalt, dans laquelle est présente une phase de renforcement constituée par des fibres monocristallines parallèles ou whiskers en monocarbures de métaux de transition tels que TaC, NbC, TiC, HfC, VC ou ZrC, soit en un seul de ces monocarbures, soit en une solution solide de deux ou trois de ces carbures.

Des pièces en de tels matériaux sont obtenues de moulage par solidification unidirectionnelle dans des conditions assurant la formation au sein de la matrice de longues fibres parallèles monocristallines.

Dans de tels matériaux dont la matrice complexe est à base de nickel, celle-ci peut être durcie par précipitation d'une phase ordonnée γ' du type Ni_3Al , ainsi que par la présence en solution solide de tungstène et éventuellement de molybdène.

Ces matériaux présentent des qualités exceptionnellement élevées en ce qui concerne leurs caractéristiques mécaniques telles que la résistance à la traction, le comportement en fluage, leur stabilité structurale, et sont particulièrement appropriés pour constituer des pièces soumises en service à des sollicitations intenses à haute température, comme c'est le cas pour des aubes mobiles de turbines à gaz utilisées en aéronautique.

Il est cependant reconnu que de telles aubes mobiles, après un long service, présentent des modifications de leurs caractéristiques, en particulier une augmentation de leur longueur due à une déformation permanente de la matrice et une dégradation de certaines propriétés mécaniques, comme, par exemple, une limitation de leur capacité de déformation plas-

tique.

L'invention a pour but de traiter des pièces en des matériaux composites à matrice métallique et phase de renforcement constituée par des fibres parallèles de monocarbure, ou whiskers, élaborées par solidification unidirectionnelle, pour restaurer auxdites pièces leurs qualités initiales après un usage qui les a soumises tant à des sollicitations mécaniques qu'à des variations brusques et répétées de température.

10 Le traitement selon l'invention permet ainsi de prolonger considérablement la durée d'utilisation de telles pièces.

15 Le traitement selon l'invention est caractérisé par ce fait qu'une telle pièce usagée est portée, en principe en l'absence d'une sollicitation mécanique, à une température élevée, mais inférieure au point de fusion de l'alliage qui la constitue. De préférence, la pièce est placée sous atmosphère d'argon.

20 La pièce est ensuite ramenée à la température ambiante sans précautions particulières, par exemple, en laissant refroidir le four contenant la pièce traitée ou en sortant la pièce du four pour la refroidir dans l'air ambiant.

25 Il a été constaté que, d'une manière surprenante, après un tel traitement, on aboutit à une pièce présentant les mêmes qualités qu'une pièce neuve, c'est-à-dire telle que fournie directement par la solidification unidirectionnelle et non encore utilisée.

30 Dans les matériaux composites à matrice métallique et à fibres monocristallines parallèles du type rappelé ci-dessus, les coefficients de dilatation thermique respectifs des fibres et de la matrice sont très différents, la différence étant de l'ordre de $10^{-5}/^{\circ}\text{C}$.

35 Il en résulte qu'au cours de la fabrication initiale, la dilatation différentielle des fibres et de la matrice va induire, lors du refroidissement du matériau, des contraintes internes dans les fibres et dans la matrice. A la température ambiante, les fibres sont en compression, habituellement entre 2000 et 4000 MPa, enrobées dans une matrice qui se trouve sous tension. En l'absence de sollicitation externe, il y a

équilibre mécanique entre fibres et matrice à toute température.

Lors de son utilisation, une telle pièce est essentiellement soumise à des sollicitations de traction dans le sens des fibres, simultanément ou non à une élévation de température, et, dans les conditions habituelles d'emploi, il est fréquent que soit dépassée la limite d'élasticité de la matrice, de sorte que la pièce subit une déformation plastique permanente, les fibres étant, bien entendu, toujours dans leur domaine d'élasticité.

C'est d'ailleurs cette déformation plastique progressive de la matrice qui, au cours d'un usage prolongé, amène à un allongement de la pièce qui la rend inutilisable après une durée qu'il serait souhaitable d'accroître.

C'est précisément en tirant parti de ce qui, jusqu'ici, pouvait être considéré comme un défaut que l'invention aboutit à un traitement restaurant pratiquement les qualités initiales de la pièce.

Dans la pièce ayant subi une déformation plastique limitée ne conduisant pas à la rupture des fibres, le niveau de contrainte des fibres et de la matrice est modifié puisque seule la matrice a été déformée plastiquement. Dans cet état déformé la déformation élastique résiduelle en compression des fibres est plus faible que dans l'état non déformé.

Si l'on chauffe une telle pièce déformée à une température suffisamment élevée, les fibres vont se dilater beaucoup moins que la matrice et le système va tendre vers un état de contrainte interne en équilibre, proche de celui qui existait à cette même température lors de l'élaboration de la pièce. Le simple fait de ramener ensuite la pièce à la température ambiante rétablit les conditions de contrainte en équilibre de la pièce originelle, celle-ci se raccourcissant grâce à l'élasticité des fibres et retrouvant sa conformation géométrique et sa capacité de déformation d'origine.

Ainsi, le traitement améliore les propriétés de fluage et de traction de pièces déjà utilisées en appliquant les propriétés élastiques de la phase de renforcement constituée par les fibres monocristallines, tirant parti de l'état de contrainte interne existant dans les matériaux de ce type.

La température maximale de traitement dépend de la résistance mécanique de la matrice.

Dans le cas des composites à base de cobalt, stabilisés par des additions de nickel, une température de 1100°C est suffisante pour la restauration des dimensions et des propriétés mécaniques.

Dans un composite à base de nickel et contenant des précipités γ' , il est préférable de chauffer le matériau jusqu'à la température de mise en solution des précipités γ' , 1100°C à 1250°C suivant les composites.

Un maintien pendant quelques minutes, de l'ordre de 15 à 30 minutes à la température maximale est suffisant pour restaurer les dimensions de la pièce.

Un chauffage ultérieur à une température de 750 à 850°C, assure à nouveau la précipitation homogène des précipités γ' et permet de restaurer les propriétés mécaniques de l'alliage.

Dans la description qui suit, faite à titre d'exemple, on se réfère au dessin annexé dans lequel la figure unique est un diagramme.

Une pièce en un matériau composite comprenant une matrice métallique, par exemple en superalliage à base nickel, et une phase de renforcement constituée par des fibres très fines allongées monocristallines, ou whiskers, obtenue par solidification unidirectionnelle, est, lorsqu'utilisée, déformée dans le sens de la longueur des fibres, en dépassant la limite élastique de la matrice, mais sans arriver à la rupture des fibres. La pièce est ainsi déformée d'une manière permanente mais ses fibres travaillent dans leur domaine élastique pratiquement jusqu'à leur rupture. Une pièce, après utilisation, qui peut être une éprouvette, a perdu une partie de sa capacité de déformation plastique, comme montré sur la figure, qui est un diagramme dans lequel on a porté en abscisses la déformation d'une éprouvette, et en ordonnées la contrainte en traction appliquée à l'éprouvette.

La partie $O\alpha$ du diagramme correspond à la déformation élastique, tant dans la matrice que des fibres. A partir du point α la matrice se déforme plastiquement, le diagramme se poursuivant par la courbe αB traduisant la déformation plastique de la matrice et la déformation élastique des fibres.

Celles-ci restent élastiques pratiquement jusqu'au début de leur rupture qui se produit lorsque la contrainte atteint une valeur égale à l'ordonnée du point B. La courbe BC correspond à la déformation du matériau après rupture des fibres, le point C correspondant à la rupture du matériau.

Si, au cours de l'utilisation ou de l'essai, la pièce est déformée jusqu'à une condition correspondant au point A du diagramme, compris entre α et B, il subsiste, après suppression de la contrainte, une déformation permanente de la pièce, représentée par la longueur du segment OO' , O' étant l'intersection de la droite AO' , parallèle à la droite $O\alpha$, avec l'axe des abscisses.

La déformation maximale permanente du matériau avant rupture des fibres est représentée par la longueur du segment $O\beta$, β étant l'intersection de l'axe des abscisses avec la droite $B\beta$ parallèle à $O\alpha$. Cette déformation ou capacité de déformation du matériau est habituellement de l'ordre de 1 à 1,5% pour les matériaux considérés.

Si, après un premier essai de traction ayant amené la pièce dans la condition symbolisée par O' , on effectue un nouvel essai de traction, la déformation plastique que la matrice pourra supporter n'est plus symbolisée par $O\beta$, comme pour la pièce initiale, mais par $O'\beta$ de longueur notablement plus petite.

25 EXEMPLE 1

On a fabriqué, par solidification unidirectionnelle, des éprouvettes à partir d'un alliage à base cobalt ayant la composition nominale suivante (en % en poids) :

30	Cr	20
	Ni	10
	Ta	13,2
	C	0,78

Une première éprouvette a été soumise à un essai de traction à 25°C jusqu'à la rupture. La charge de rupture était de 1030 MPa et l'allongement plastique à la rupture des fibres 0,92%

Une éprouvette identique a été soumise à une épreuve de traction qui a provoqué son allongement plastique de 0,8% Pour cet allongement, aucune rupture des fibres n'a eu lieu.

L'éprouvette ayant subi une déformation plastique de 0,8% a été, selon l'invention, traitée pendant quelques minutes à 1100°C sous argon, puis refroidie. L'éprouvette traitée avait repris la longueur de l'éprouvette vierge. Un
 5 essai à la traction à 25°C jusqu'à la rupture des fibres a fourni le résultat suivant :

Charge correspondant à la rupture des fibres : 1020 MPa

Allongement à la rupture des fibres : 0,92%.

L'éprouvette traitée présente ainsi les mêmes quali-
 10 tés que l'éprouvette vierge, bien qu'elle ait, au cours de son existence, été déformée plastiquement.

EXEMPLE 2 :

On fabrique des éprouvettes par solidification unidi-
 15 rectionnelle d'un alliage à base nickel, ayant la composition suivante (en % en poids) :

	Co	10
	Cr	4
	W	10
	Mo	2
20	Al	6
	Nb	3,8
	C	0,47
	Ni	le reste.

Les éprouvettes ont une matrice en superalliage à
 25 base de nickel dans laquelle sont noyées des fibres monocristallines ou whiskers. D'autre part, la matrice est durcie par un précipité γ' (Ni_3Al).

Une première éprouvette a été soumise à un essai de traction à la rupture à 1000°C. Sa charge de rupture est de
 30 l'ordre de 520 ± 10 MPa et sa capacité d'allongement plastique à la rupture des fibres est d'environ 1,2%.

On a soumis une éprouvette identique à une épreuve de traction pour l'allonger de 1,3% à 25°C. Au cours de l'é-
 35 preuve, les fibres ne sont pas rompues mais ont subi une déformation purement élastique.

L'éprouvette ainsi éprouvée ou seconde éprouvette a été soumise à un essai de traction à la rupture à 1000°C comme la première éprouvette. Sa charge de rupture est de 520MPa, sensiblement identique à la première éprouvette, mais

sa capacité d'allongement plastique à la rupture des fibres est d'environ 0,33%, donc nettement inférieure à celle de la première éprouvette.

5 Une éprouvette identique à la seconde éprouvette, c'est-à-dire ayant subi une déformation permanente à 25°C de l'ordre de 1,3% est, selon l'invention, portée à 1200°C sous atmosphère d'argon pendant 30 minutes et ensuite refroidie à l'air.

10 Après refroidissement à l'air, l'éprouvette a été amenée à une température de 850°C et y a été maintenue environ 15 heures.

15 L'éprouvette traitée a été soumise à un essai à la traction à 1000°C jusqu'à la rupture des fibres. La charge de rupture était d'environ 520 MPa et l'allongement plastique à la rupture des fibres de l'ordre de 1,2%, c'est-à-dire ayant des valeurs identiques à celles de l'éprouvette vierge.

20 Le traitement à 1200°C a ramené l'éprouvette à sa longueur initiale, et le traitement à 850°C a permis de rétablir la précipitation homogène de la phase γ' (Ni_3Al) présente dans l'éprouvette vierge.

EXEMPLE 3

25 On part des mêmes éprouvettes que les éprouvettes vierges de l'Exemple 2. On soumet de telles éprouvettes à des épreuves de fluage, d'une part à 850°C, et pour d'autres à 900°C et 1000°C. Après avoir été ramenées à la température ambiante, les éprouvettes avaient une déformation permanente de l'ordre de 1,2 - 1,3%. Les éprouvettes ainsi déformées ont été traitées selon l'invention en les portant à 1200°C pendant 30 minutes puis refroidies à l'air. Elles ont ensuite été portées à 850°C pendant 16 heures.

30 Toutes les éprouvettes ont retrouvé pratiquement leurs longueurs initiales mesurées avant les essais de fluage.

35 Le tableau ci-dessous montre que les cycles de traitement thermique et de restauration (1200°C/30mn + 850°C/16 h) effectués améliorent de façon importante les durées de vie en fluage de l'alliage par rapport aux durées de vie en fluage ininterrompu.

Conditions d'essais		Mesures de longueurs des éprouvettes (mm)					Temps (heures) (durée de vie)	
Température (C°)	Contrainte (MPa)	longueur initiale av. fluage	Après 1er fluage	Après traitement thermique (1200+850)	Après 2ème fluage	Après traitement thermique (1200+850)	Temps de fluage cumulé	Temps des essais non interrompus
850	400	30,02	30,40	30,06	30,42	30,10	1040	700
900	310	29,98	30,36	30,08	30,35	30,08	1303	700
1000	220	30,00	30,36	30,06			302*	200

* Un seul traitement thermique intermédiaire.

Les traitements thermiques selon l'invention présentent un intérêt particulier pour les aubes mobiles de turbines.

Alors que les aubes mobiles de turbines de certains moteurs aéronautiques sont considérées comme inutilisables après un allongement d'environ 1 à 2%, les traitements thermiques selon l'invention restaurent la longueur desdites aubes et leurs propriétés de fluage lorsqu'elles ont été déformées jusqu'à l'allongement maximal admissible.

Ces traitements permettent donc de prolonger la durée de vie des aubes d'une façon considérable.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour augmenter la durée de vie d'une pièce élaborée par solidification unidirectionnelle d'un matériau composite réfractaire comprenant une matrice en superal-
5 liage et une phase de renforcement constituée par des fibres monocristallines alignées, en monocarbure, la pièce ayant subi une déformation plastique permanente limitée dans le sens des fibres, celles-ci n'étant cependant pas rompues, caracté-
10 risé en ce qu'on restaure les qualités initiales de la pièce en la soumettant à un traitement thermique consistant à la maintenir à une température élevée inférieure au point de fusion du matériau.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température est celle pour laquelle la pièce re-
15 prend après refroidissement sa longueur initiale.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le traitement thermique est conduit sous atmosphère d'argon, sans contrainte mécanique de la pièce.

4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caracté-
20 risé en ce que la matrice étant à base de cobalt et les fibres en carbure de tantale, la pièce déformée est portée à une température d'environ 1100°C.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisée en ce que la pièce est maintenue à cette température pendant
25 environ 30 mn.

6. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caracté-
risé en ce que la matrice étant à base de nickel et les fibres monocristallines étant en monocarbure de niobium, la pièce est
portée à une température comprise entre 1150 et 1250°C.

30 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la pièce est maintenue à cette température pendant environ 30 mn.

8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la matrice contenant un précipité γ' (Ni_3Al), la
35 pièce est, après le traitement de rétablissement de sa dimension, portée à une température propre à permettre une nouvelle précipitation de la phase γ' .

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la pièce est portée à environ 850°C pendant environ

quinze heures.

10. Pièce restaurée par la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.

