



HAL
open science

Etude d'alliages Co-Ni à durcissement γ'

D. Locq, Q. Barrès, C. Ramusat, J.M. Franchet, P. Sallot, P. Caron

► **To cite this version:**

D. Locq, Q. Barrès, C. Ramusat, J.M. Franchet, P. Sallot, et al.. Etude d'alliages Co-Ni à durcissement γ' . Journées Annuelles SF2M (JA 2016), Oct 2016, ALBI, France. hal-01411853

HAL Id: hal-01411853

<https://hal.science/hal-01411853>

Submitted on 7 Dec 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Etude d'alliages Co-Ni à durcissement γ'

D. Locq^a, Q. Barrès^{a,*}, C. Ramusat^a, J.-M. Franchet^b, P. Sallot^b, P. Caron^a

^a Onera – The French Aerospace Lab, F-92322 Châtillon, France

^b Safran Tech - Etablissement Safran Paris-Saclay, F-78775 Magny les Hameaux, France

* depuis au CEA DEN-SRMA, Université Paris-Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France

Résumé

Les alliages à base de cobalt durcis par précipitation de phase γ' sont des matériaux prometteurs pour des applications dans les moteurs d'avions. Des travaux préliminaires ont permis d'étudier leur aptitude à être élaborés par une voie métallurgique conventionnelle et leur capacité de durcissement par application d'un revenu après trempe à partir d'un traitement supersolvus.

Introduction

Les superalliages à base de cobalt actuellement utilisés dans les moteurs d'avions sont durcis par solution solide et par précipitation de carbures. Ils sont principalement choisis pour la fabrication de chambres de combustion du fait, entre autres, de leur facilité de mise en forme ainsi que de leur bonne soudabilité. Les nombreuses tentatives pour faire précipiter une phase durcissante ordonnée $L1_2$ dans des alliages binaires Co-X (où X = Ti, Al, Nb, Ta ou W), à l'instar des superalliages à base de nickel, n'ont pas abouti essentiellement pour des problèmes de stabilité des phases obtenues [1-3]. En ce qui concerne les alliages ternaires, Lee [2] a attribué le durcissement d'un alliage Co-Al-W à des précipités de structure cubique de type Cu_3Au ($L1_2$). Toutefois, ce sont les travaux de Sato *et al.* [4] qui ont récemment déclenché un fort regain d'intérêt pour les alliages à base de cobalt durcis par précipitation de phase γ' de type $Co_3(Al,W)$. On peut également citer les travaux encore plus récents menés par un groupe de recherche indien qui étudie des alliages quaternaires Co-Al-Mo-Nb [5] ou Co-Al-Mo-Ta [6,7] également durcis par des précipités de type $L1_2$.

Démarche

L'objectif de ces travaux est d'élaborer des alliages de structure γ/γ' et d'étudier leur microstructure au cours des différentes étapes de mise en œuvre. L'étude d'une coupe du diagramme de phase ternaire proposé par Sato [4] indique qu'à 900°C le domaine biphasé γ/γ' est restreint. Ainsi le risque de voir apparaître des phases parasites telles que β -CoAl de structure cubique B2 et χ - Co_3W de structure hexagonale compacte DO_{19} est grand si la composition chimique de l'alliage n'est pas parfaitement maîtrisée (Figure 1). Shinagawa *et al.* [8] ont montré qu'il était possible d'étendre le domaine γ/γ' par une substitution partielle du cobalt par du nickel (Figure 1).

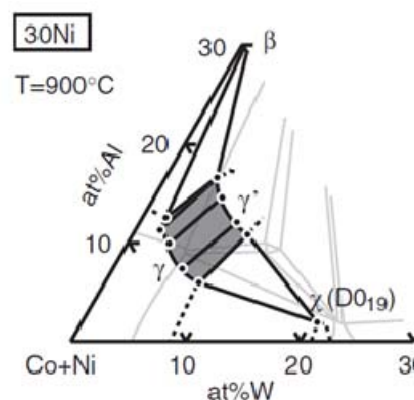


Figure 1.

Coupe isotherme à 900°C du diagramme Co-30Ni-Al-W [8]. Les traits gris indiquent les limites des phases dans le système ternaire Co-Al-W d'après [4] et la zone grisée le domaine biphasé γ/γ' du système quaternaire.

Matériaux

La composition de chacun des alliages étudiés (Tableau I), inspirée des travaux de [8], découle des choix suivants :

- substitution partielle du cobalt par du nickel (20, 30 et 40 % at. de Ni),
- taux de phase γ' visé compris entre 40 et 60%,
- faibles ajouts de bore et de carbone pour renforcer les joints de grains.

Tableau I. Composition atomique visée des trois alliages CoNi-0x

Alliage	Co	Ni	Al	W	C	B
CoNi-01	base	20	10	7	0,11	0,06
CoNi-02	base	30	10	7	0,11	0,06
CoNi-03	base	40	10	7	0,11	0,06

Un lingot de 3,5 kg de chaque alliage a été synthétisé dans un four à induction sous vide. Un lopin issu de chaque lingot a subi un traitement thermique à 1300°C durant 24 heures afin d'améliorer l'homogénéité chimique et de mettre en solution la phase γ' ayant éventuellement précipité durant la solidification du lingot. Les lopins traités ont été encapsulés dans une gaine en acier doux et préchauffés à 1200°C durant une à deux heures pour être ensuite filés (rapport de filage de 8). Après dégainage, les barres filées d'alliages CoNi-0x ont un diamètre de 13 à 14 mm et une longueur utile de l'ordre de 540 mm.

La masse volumique et les températures de transformation des alliages ont été mesurées respectivement par pesée/pycnométrie hélium et par analyse thermique différentielle et sont comparées dans le Tableau II.

Tableau II. Masse volumique et températures de transformation des alliages CoNi-0x

Alliage	d (g.cm ⁻³)	T solvus γ' (°C)	T solidus (°C)	T liquidus (°C)
CoNi-01	9,29	1004	1423	1459
CoNi-02	9,30	1031	1419	1460
CoNi-03	9,31	1061	1416	1459

La substitution partielle de Co par du Ni a peu ou pas d'influence sur la masse volumique et sur les températures de solidus et de liquidus de ces alliages. Par contre, ces résultats confirment que cette substitution influe sur la température de solvus de la phase γ' (de l'ordre de 2-3°C/% at. Ni) [8].

Avant filage, la structure granulaire des lopins traités est caractérisée par une taille de grains supérieure au millimètre. Après filage dans les conditions testées, une recristallisation partielle est observée. Un traitement thermique d'une heure à 1200°C (suivi d'une trempe à l'eau glacée) est nécessaire pour atteindre une recristallisation totale. La taille moyenne des grains est alors d'environ 230 μm et des macles sont très fréquemment observées dans les grains.

Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons dans l'état brut de filage n'ont pas permis de statuer avec certitude sur la présence de précipités de phase γ' . La microscopie électronique en transmission devrait permettre de lever cette incertitude. En effet, Meher *et al.* [9] ont pu observer par cette technique des précipités γ' d'un diamètre de 4 à 12 nm dans un alliage ternaire Co-10Al-10W (% at.) traité 12 heures à 1320°C et trempé à l'eau.

Influence du revenu

Des échantillons des trois alliages filés puis traités (1200°C/1h) ont subi un revenu de 24 ou 96 heures dans la gamme 600-1000°C. Les résultats des essais de dureté (moyenne de 48 indentations) sont présentés dans la Figure 2. Tous les revenus conduisent à un niveau de dureté nettement supérieur à celui des matériaux sans revenu. La dureté augmente avec la teneur en nickel, mais cet effet est très atténué au-delà de 700°C. Cette hiérarchie est à nouveau constatée à 1000°C, très certainement du fait de la proximité de la température de revenu vis-à-vis de celle du solvus γ' de chaque alliage.

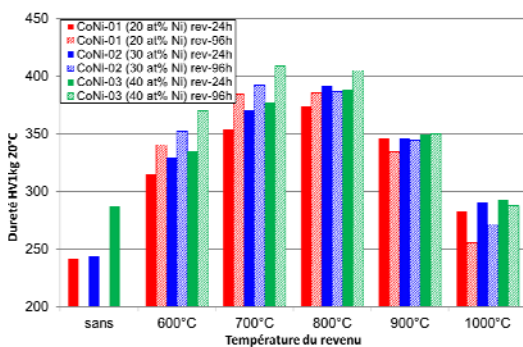


Figure 2. Influence du revenu sur la dureté.

Dans les superalliages polycristallins à base de nickel tel que le N18, des précipités γ' de trempe de taille supérieure à 100 nm sont observés pour des vitesses de refroidissement supérieures à 600°C/min après traitement à haute température [10]. Pour les alliages CoNi-0x, de très fins précipités n'ont pu être observés avec certitude qu'à partir des échantillons ayant subi un revenu de 24 heures à 700°C. Au-delà de cette température, des précipités sont observés et leur taille varie de < 30 nm (700°C/24h) jusqu'à 400-450 nm (1000°C/96h). Un exemple de précipitation γ' est présenté dans la Figure 3 pour le revenu de 96 heures à 900°C. La taille des précipités est de l'ordre de 200-250 nm et la fraction surfacique d'environ 53%.



Figure 3. Précipitation de la phase γ' dans l'alliage CoNi-02 après un revenu de 96h à 900°C (MEB/électrons secondaires – attaque électrochimique).

Conclusion

Cette étude a démontré la possibilité d'obtenir des alliages à base de cobalt durcis par précipitation de phase γ' par la voie coulé-filé. Un traitement thermique a été nécessaire pour atteindre une recristallisation totale du matériau filé. Le niveau de dureté atteint après un revenu à 700-800°C est proche de celui des superalliages à base de nickel coulés-forgés et traités supersolvus. Les résultats des essais de dureté et les premières analyses du phénomène de précipitation de la phase γ' ouvrent des perspectives prometteuses en termes de contrôle de la précipitation et donc de maîtrise de la trempabilité et de la soudabilité de pièces forgées à hautes caractéristiques mécaniques à chaud.

Remerciements

L'Onera remercie Safran Tech pour le financement de cette étude.

Références

- [1] R.W. Fountain, W.D. Forgeng, Trans. Met. Soc. AIME, 215 (1959) 988-1008.
- [2] C.S. Lee, thèse de l'Université de l'Arizona (1971).
- [3] P. Viatour, J. M. Drapier, D. Coutouradis, Cobalt, 3 (1973) 67-74.
- [4] J. Sato *et al.*, Science, 312 (2006) 90-91.
- [5] S.K. Makineni *et al.*, Scripta Mater., 98 (2015) 36-39.
- [6] S.K. Makineni *et al.*, Acta Mater., 85 (2015) 85-94.
- [7] S.K. Makineni *et al.*, Acta Mater., 97 (2015) 29-40.
- [8] K. Shinagawa *et al.*, Mater. Trans., 49 (2008) 1474-1479.
- [9] S. Meher *et al.*, Acta Mater., 61 (2013) 4266-4276.
- [10] G. Raission, J.H. Davidson, High Temperature Materials for Power Engineering (1990) 1405-1416.