

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
2 novembre 2006 (02.11.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2006/114499 A2

(51) Classification internationale des brevets :  
C22C 38/52 (2006.01) C21D 6/00 (2006.01)  
C22C 38/44 (2006.01) C21D 6/04 (2006.01)  
C22C 38/06 (2006.01)

(74) Mandataires : NEYRET, Daniel etc.; CABINET  
LAVOIX, 2, Place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris  
Cedex 09 (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2006/000877

(22) Date de dépôt international : 20 avril 2006 (20.04.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
0504254 27 avril 2005 (27.04.2005) FR  
0507482 12 juillet 2005 (12.07.2005) FR

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de  
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT,  
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO,  
CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,  
GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,  
KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY,  
MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO,  
NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK,  
SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(71) Déposants (pour tous les États désignés sauf US) :  
AUBERT & DUVAL [FR/FR]; Tour Maine Mont-  
parnasse, 33, Avenue Du Maine, F-75015 Paris (FR).  
SNECMA MOTEURS [FR/FR]; 2 Bld Du Général  
Martial Valin, F-75015 Paris (FR).

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre  
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,  
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,  
ZW), eurasienn (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),  
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT,  
RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,  
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : MON-  
TAGNON, Jacques [FR/FR]; Les Olympiades, 33bis,  
Rue Cotepey, F-63000 Clermont-Ferrand (FR). HERI-  
TIER, Philippe [FR/FR]; 46, Rue Beausoleil, F-63100  
Clermont-Ferrand (FR). PESLERBE, Isabelle [FR/FR];  
2, Rue De Saint Arnoult, F-91340 Ollainville (FR).  
MONS, Claude [FR/FR]; 1, Ront Point De La Corrèze,  
F-77176 Savigny Le Temple (FR).

Publiée :

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée  
dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégés,  
se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.

(54) Title: TEMPERED MARTENSITIC STEEL, METHOD OF PRODUCING A PART FROM SAID STEEL AND PART THUS  
OBTAINED

(54) Titre : ACIER MARTENSITIQUE DURCI, PROCÉDE DE FABRICATION D'UNE PIÈCE A PARTIR DE CET ACIER, ET  
PIÈCE AINSI OBTENUE

(57) Abstract: The invention relates to steel which is characterised by the following composition as expressed in percentages by  
weight: - C = 0.18 - 0.30 %, - Co = 5 - 7 %, - Cr = 2 - 5 %, - Al = 1 - 2 %, - Mo + W/2 = 1 - 4 %, - V = trace 0.3 %, - Nb = trace 0.1  
%, - B = trace - 50 ppm, - Ni = 10.5 - 15 % with Ni  $\geq$  7 + 3.5 Al, - Si = trace 0.4 %, - Mn = trace 0.4 %, - Ca = trace - 500 ppm, -  
Rare earths = trace - 500 ppm, - Ti = trace - 500 ppm, - O = trace - 200ppm if the steel is obtained by means of powder metallurgy  
or trace - 50 ppm if the steel is produced in air or under a vacuum from molten metal, - N = trace - 100 ppm, - S = trace - 50 ppm, -  
Cu = trace - 1 %, and - P = trace - 200 ppm, the remainder comprising iron and the inevitable impurities resulting from production.  
The invention also relates to a method of producing a part from said steel and to the part thus obtained.

(57) Abrégé : Acier caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux : - C = 0,18 - 0,30% - Co = 5 - 7% - Cr =  
2 - 5% - Al = 1 - 2% - Mo + W/2 = 1 - 4% - V = traces - 0,3% - Nb = traces - 0,1% - B = traces - 50 ppm - Ni = 10,5 - 15% avec  
Ni 7 + 3,5 Al - Si = traces - 0,4% - Mn = traces - 0,4% - Ca = traces - 500 ppm - Terres rares = traces - 500 ppm - Ti = traces - 500  
ppm - O = traces - 200ppm si l'acier est obtenu par métallurgie des poudres, ou traces - 50 ppm si l'acier est obtenu par élaboration  
à l'air ou sous vide à partir de métal liquide - N = traces - 100 ppm - S = traces - 50 ppm - Cu = traces - 1% - P = traces - 200 ppm  
le reste étant du fer et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration. Procédé de fabrication d'une pièce à partir de cet acier, et  
pièce ainsi obtenue.

WO 2006/114499 A2

Acier martensitique durci, procédé de fabrication  
d'une pièce à partir de cet acier, et pièce ainsi obtenue.

L'invention concerne un acier martensitique durci par un système duplex, c'est-à-dire par une précipitation de composés intermétalliques et de carbures obtenue grâce à une composition de l'acier et un traitement thermique de vieillissement appropriés.

Cet acier doit avoir :

- une très haute résistance mécanique, mais en même temps une ténacité et une ductilité élevées, autrement dit une faible sensibilité à la rupture fragile ; cette très haute résistance doit subsister à chaud, c'est-à-dire à des températures de l'ordre de 400°C ;
- de bonnes propriétés en fatigue, ce qui implique notamment l'absence d'inclusions nocives telles que des TiN et des oxydes ; cette caractéristique doit être obtenue par une composition appropriée et des conditions d'élaboration du métal liquide soignées.

De plus, il doit être cémentable et nitrurable, de manière à pouvoir durcir sa surface pour lui conférer une bonne résistance à l'abrasion.

La principale application envisagée pour cet acier est la fabrication d'arbres de transmission, notamment pour moteurs d'avions.

La nécessité d'une excellente résistance mécanique à chaud empêche d'utiliser, dans cette application, des aciers au carbone dont la résistance se dégrade à partir de 200°C. On utilise habituellement des aciers maraging qui ont une résistance satisfaisante jusqu'à 350-400°C. Au dessus, il se produit un revenu qui modifie leur structure.

Il a été proposé dans le document US-A-5,393,388 une composition d'acier visant à améliorer la tenue à chaud et surtout à améliorer les propriétés en fatigue, la ductilité et la ténacité. Cette composition a l'inconvénient d'exiger une teneur en Co élevée (8 à 16%), ce qui rend l'acier très coûteux.

Le but de l'invention est de proposer un acier utilisable, notamment, pour fabriquer des pièces mécaniques telles que des arbres de transmission, ou des éléments de structure, présentant une résistance mécanique à chaud encore améliorée mais aussi des propriétés en fatigue et une fragilité toujours adaptées  
5 à ces usages. Cet acier devrait également avoir un coût d'élaboration plus faible que les aciers les plus performants connus actuellement pour ces usages.

A cet effet, l'invention a pour objet un acier caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

- C = 0,18 – 0,30%
- 10 - Co = 5 -7%
- Cr = 2 – 5%
- Al = 1 – 2%
- Mo + W/2 = 1 – 4%
- V = traces – 0,3%
- 15 - Nb = traces – 0,1%
- B = traces – 50 ppm
- Ni = 10,5 – 15% avec  $Ni \geq 7 + 3,5 Al$
- Si = traces – 0,4%
- Mn = traces – 0,4%
- 20 - Ca = traces – 500 ppm
- Terres rares = traces – 500 ppm
- Ti = traces – 500 ppm
- O = traces – 200ppm si l'acier est obtenu par métallurgie des poudres, ou traces – 50 ppm si l'acier est obtenu par élaboration à l'air ou sous  
25 vide à partir de métal liquide
- N = traces – 100 ppm
- S = traces – 50 ppm
- Cu = traces – 1%
- P = traces – 200 ppm
- 30 le reste étant du fer et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

De préférence il contient C = 0,20 – 0,25%.

3

De préférence il contient Cr = 2 – 4%.

De préférence il contient Al = 1 – 1,6%, mieux 1,4 – 1,6%.

De préférence il contient Mo  $\geq$  1%

De préférence il contient Mo + W/2 = 1 – 2%.

5 De préférence il contient V = 0,2 – 0,3%.

De préférence il contient Nb = traces – 0,05%.

De préférence il contient Si = traces – 0,25%, mieux traces – 0,10%.

De préférence il contient Mn = traces – 0,25%, mieux traces 0,10%.

De préférence il contient Ti = traces – 100 ppm.

10 De préférence il contient O = traces – 10 ppm.

De préférence il contient N = traces – 50 ppm, mieux traces – 10 ppm.

De préférence il contient S = traces – 10 ppm, mieux traces – 5 ppm.

De préférence il contient P = traces – 100 ppm.

De préférence sa température de transformation martensitique Ms est  
15 supérieure ou égale à 140°C, avec  $Ms = 550 - 350 \times C\% - 40 \times Mn\% - 17 \times Cr\% - 10 \times Mo\% - 17 \times Ni\% - 8 \times W\% - 35 \times V\% - 10 \times Cu\% - 10 \times Co\% + 30 \times Al\%$  °C.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce en acier, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes avant le parachèvement de la pièce lui procurant sa forme définitive :

- 20
- la préparation d'un acier ayant la composition précédente ;
  - le forgeage de cet acier ;
  - un revenu d'adoucissement à 600-675°C pendant 4 à 20h suivi d'un refroidissement à l'air ;
  - une mise en solution à 900-1000°C pendant au moins 1h, suivie par
- 25 un refroidissement à l'huile ou à l'air suffisamment rapide pour éviter la précipitation de carbures intergranulaires dans la matrice d'austénite ;
- optionnellement un traitement cryogénique à -50°C ou plus bas, de préférence à -80°C ou plus bas, pour transformer toute l'austénite en martensite, la température étant inférieure de 200°C ou davantage à Ms, au moins un desdits
- 30 traitements durant au moins 2h ;

- optionnellement un traitement d'adoucissement de la martensite brute de trempe effectué à 150-250°C pendant 4-16h, suivi par un refroidissement à l'air calme ;

- un vieillissement de durcissement à 475-600°C, de préférence de  
5 490-525°C pendant 5-20h.

La pièce peut également subir une nitruration ou une cémentation.

L'invention a également pour objet une pièce mécanique ou pièce pour élément de structure, caractérisée en ce qu'elle est fabriquée selon le procédé précédent.

10 Il peut s'agir d'un arbre de transmission de moteur, d'un dispositif de suspension de moteur, d'un élément d'atterrisseur...

Comme on l'aura compris, l'invention repose d'abord sur une composition d'acier qui se distingue de l'art antérieur notamment par une teneur en Co plus réduite. Les teneurs des autres éléments d'alliage sont ajustées en  
15 conséquence, notamment les teneurs en Al, Mo, W, Ni. Un traitement thermique optimisé est également proposé.

Ces aciers ont un écart plastique (écart entre résistance à la rupture  $R_m$  et résistance à l'allongement  $R_{p0,2}$ ) intermédiaire entre ceux des aciers au carbone et des maragings. Pour ces derniers, l'écart est très faible, procurant une  
20 limite élastique élevée, mais une rupture rapide dès qu'elle est franchie. Les aciers de l'invention ont, de ce point de vue, des propriétés ajustables par la proportion des phases durcissantes et/ou du carbone.

L'acier de l'invention peut être usiné à l'état trempé, avec des outils adaptés à une dureté de 45HRC. Il est intermédiaire entre les maragings  
25 (usinables bruts de trempe puisqu'ils ont une martensite douce à bas carbone) et les aciers au carbone qui doivent être usinés à l'état recuit.

L'invention repose sur l'obtention d'un durcissement réalisé conjointement par des intermétalliques de type  $\beta$ -NiAl et par des carbures de type  $M_2C$ , et sur la présence d'austénite de réversion formée lors du vieillissement de  
30 durcissement, qui donne de la ductilité à la martensite par formation d'une structure sandwich (quelques % d'austénite de réversion entre les lattes de martensite).

Il faut éviter de former des nitrures, de Ti et d'Al notamment, qui sont fragilisants : on élimine donc toute addition de Ti (maximum autorisé : 500ppm, mieux encore 100ppm), et on limite N autant que possible, en le fixant pour éviter la formation de AlN.

5 Les carbures  $M_2C$  de Cr, Mo, W et V contenant très peu de Fe sont privilégiés pour leurs propriétés durcissantes et non fragilisantes. Ils sont stabilisés par Mo et W. La somme de la teneur en Mo et de la moitié de la teneur en W doit être d'au moins 1%. Il ne faut pas dépasser  $Mo + W/2 = 4\%$  pour ne pas détériorer la forgeabilité et ne pas former des intermétalliques de la phase  $\mu$   
10 de type  $Fe_7Mo_6$  (voir aussi Cr et V). De préférence,  $Mo + W/2$  est compris entre 1 et 2%.

Cr et V sont des précurseurs à la stabilisation des  $M_2C$  qui sont des carbures « métastables ». V forme des carbures qui « bloquent » les joints de grains et limitent le grossissement des grains lors des traitements thermiques à  
15 haute température. Il ne faut pas dépasser  $V = 0,3\%$  pour ne pas favoriser la formation d'intermétalliques indésirables de phase  $\mu$ . De préférence la teneur en V est comprise entre 0,2 et 0,3%.

La présence de Cr (au moins 2%) permet de diminuer le taux de carbures de V et d'accroître le taux de  $M_2C$ . Il ne faut pas dépasser 5% pour ne  
20 pas former de phase  $\mu$ , puis de carbures  $M_{23}C_6$ . De préférence on ne dépasse pas 4%.

La présence de C favorise l'apparition de  $M_2C$  par rapport à la phase  $\mu$ . Mais une teneur excessive cause des ségrégations et un abaissement de  $M_s$ . Sa teneur doit être comprise entre 0,18 et 0,30%, de préférence 0,20-0,25%.

25 Co retarde la restauration des dislocations et, donc, ralentit les mécanismes de survieillissement à chaud dans la martensite. Il permet ainsi de conserver une résistance à chaud élevée. Mais on soupçonne que, comme le Co favorise la formation de la phase  $\mu$  précitée qui est celle qui durcit les aciers maraging de l'art antérieur au Fe-Ni-Co-Mo, sa présence massive contribue à  
30 diminuer la quantité de Mo et/ou de W disponible pour former des carbures  $M_2C$  qui contribuent au durcissement selon le mécanisme que l'on veut favoriser. La

teneur en Co proposée (5 à 7%), en combinaison avec les teneurs des autres éléments, résulte d'un compromis entre ces divers avantages et inconvénients.

Ni et Al sont liés. Si Al est trop élevé par rapport à Ni, on n'a plus de potentiel d'austénite de réversion. Si on a trop de Ni, on réduit trop le taux de phase durcissante type NiAl, et Al reste largement en solution. En fin de trempe, il ne faut pas avoir d'austénite résiduelle, et il faut se retrouver avec une structure martensitique. A cet effet, si on utilise une trempe au CO<sub>2</sub> solide, il faut avoir  $M_s \geq 140^\circ\text{C}$ .  $M_s$  est calculée selon la formule classique :  $M_s = 550 - 350 \times \text{C}\% - 40 \times \text{Mn}\% - 17 \times \text{Cr}\% - 10 \times \text{Mo}\% - 17 \times \text{Ni}\% - 8 \times \text{W}\% - 35 \times \text{V}\% - 10 \times \text{Cu}\% - 10 \times \text{Co}\% + 30 \times \text{Al}\%$  °C. La teneur en Ni doit être ajustée à cet effet en fonction des autres éléments. On doit avoir Al = 1-2%, de préférence 1-1,6%, mieux 1,4-1,6%, et Ni = 10,5-15%, avec  $\text{Ni} \geq 7 + 3,5 \text{ Al}$ . Idéalement on a 1,5% d'Al et 12-13% de Ni. Ces conditions favorisent la présence de NiAl ce qui augmente la résistance à la traction  $R_m$ , dont on constate également qu'elle n'est pas détériorée par la teneur en Co relativement basse. La limite élastique  $R_{p0,2}$  est influencée de la même façon que  $R_m$ .

Par rapport aux aciers connus de US-A-5 393 388, où on recherche une présence très élevée d'austénite de réversion pour avoir une ductilité et une ténacité élevée, l'invention privilégie la présence des phases durcissantes B2, notamment NiAl, pour obtenir une résistance mécanique élevée à chaud. Le respect des conditions sur Ni et Al qui ont été données assure une teneur potentielle suffisante d'austénite de réversion pour conserver une ductilité et une ténacité convenables pour les applications envisagées.

Il est possible d'ajouter B, mais pas plus de 50ppm pour ne pas dégrader la forgeabilité de l'acier.

Une caractéristique de l'invention est aussi la possibilité de remplacer au moins une partie de Mo par W. A fraction atomique équivalente, W ségrège moins à la solidification que Mo et apporte de la tenue mécanique à chaud par la formation de carbures très stables en température. Il a l'inconvénient d'être coûteux et on peut optimiser ce coût en l'associant à Mo. Comme on l'a dit,  $\text{Mo} + \text{W}/2$  doit être compris entre 1 et 4%, de préférence entre 1 et 2%. On préfère conserver une teneur minimale en Mo de 1% pour limiter le coût de l'acier.

N peut aller jusqu'à 100ppm si on effectue l'élaboration à l'air et si on fixe N dans des carbonitrides de Nb et/ou de V pour éviter de former le nitrure fragilisant AlN. Il est préférable d'effectuer l'élaboration sous vide de manière à avoir  $N \leq 50\text{ppm}$ , voire  $\leq 10\text{ppm}$ .

5 Cu peut aller jusqu'à 1%. Il est susceptible de participer au durcissement à l'aide de sa phase epsilon, et la présence de Ni permet de limiter ses effets nocifs.

De manière générale, les éléments pouvant ségréger aux joints de grains et les fragiliser, comme P et S, doivent être contrôlés dans les limites  
10 suivantes : S = traces – 50ppm, de préférence traces -10ppm, mieux traces - 5ppm, et P = traces – 200ppm, de préférence traces -100ppm.

On peut utiliser Ca comme désoxydant, en le retrouvant résiduellement au final ( $\leq 500\text{ppm}$ ). De même, des résidus de terres rares peuvent subsister au final ( $\leq 500\text{ppm}$ ) à la suite d'un traitement d'affinage du  
15 métal liquide.

La teneur en oxygène acceptable varie selon que l'acier a été obtenu par métallurgie des poudres ou par une élaboration à partir de métal liquide à l'air ou sous vide. Dans le premier cas, on tolère une teneur pouvant aller jusqu'à 200 ppm. Dans le deuxième cas, la teneur maximale est de 50 ppm, de préférence 10  
20 ppm.

A titre d'exemples, on a testé des échantillons d'acier dont les compositions (en pourcentages pondéraux) sont reportées dans le tableau 1 :

	<b>A</b> <b>(référence)</b>	<b>B</b> <b>(référence)</b>	<b>C</b> <b>(invention)</b>	<b>D</b> <b>(invention)</b>	<b>E</b> <b>(invention)</b>
<b>C%</b>	0,233	0,247	0,239	0,244	0,247
<b>Si%</b>	0,082	0,031	0,031	0,037	0,030
<b>Mn%</b>	0,026	0,030	0,033	0,033	0,030
<b>S ppm</b>	1,0	7,3	3,8	6,1	6,7
<b>P ppm</b>	54	<30	<30	<30	<30
<b>Ni%</b>	13,43	13,31	12,67	12,71	13,08
<b>Cr%</b>	2,76	3,08	3,38	3,38	3,29

<b>Mo%</b>	1,44	1,53	1,52	1,53	1,53
<b>Al%</b>	0,962	1,01	1,50	1,50	1,49
<b>Co%</b>	10,25	10,35	6,18	6,24	6,33
<b>Cu%</b>	0,014	<0,010	0,011	0,012	0,011
<b>Ti%</b>	<0,020	<0,020	<0,020	<0,020	<0,020
<b>Nb%</b>	<0,0050	<0,0050	<0,0050	<0,0050	0,054
<b>B ppm</b>	<10	<5	<5	29	<5
<b>Ca ppm</b>	<50	<50	<50	<50	<50
<b>N ppm</b>	<3	13	13	12	14
<b>O ppm</b>	<3	4,8	3,4	4,4	7,7
<b>V%</b>	<0,010	0,252	0,245	0,254	0,253

Tableau 1 : Composition des échantillons testés

L'acier de référence A correspond à un acier selon US-A-5 393 388,  
5 ayant donc une teneur en Co élevée.

L'acier de référence B correspond à un acier comparable à l'acier A,  
auquel on a ajouté du V sans modifier la teneur en Co.

L'acier C correspond à l'invention notamment en ce que, par rapport  
aux aciers A et B, on a augmenté sa teneur en Al et diminué sa teneur en Co.

10 L'acier D selon l'invention a subi en plus une addition de B.

L'acier E selon l'invention a subi en plus une addition de Nb.

Ces échantillons ont été forgés à partir de lingots de 200kg en plats  
de 75 x 35mm dans les conditions suivantes. Un traitement d'homogénéisation  
d'au moins 16 heures à 1250°C est suivi d'une première opération de forgeage  
15 destinée à fractionner les structures grossières des lingots ; des demi-produits de  
section carrée de 75 x 75 mm ont ensuite été forgés après une remise en  
température à 1180°C ; finalement, chaque demi-produit a été placé dans un four  
à 950°C, puis a été forgé à cette température sous la forme de plats de 75 x 35  
mm dont la structure granulaire est affinée par ces opérations successives.

20 Après forgeage les échantillons ont subi :

- une mise en solution à 900°C pendant 1h puis un refroidissement à l'air ;

- un traitement cryogénique à -80°C pendant 8h ;

- un vieillissement de durcissement à 495°C pendant 5h puis un refroidissement à l'air.

Les propriétés des échantillons (résistance à la traction  $R_m$ , limite élastique  $R_{p0,2}$ , elongation  $A_{5d}$ , striction  $Z$ , résilience  $KV$ , dureté  $HRC$ , taille du grain  $ASTM$ ) sont reportées dans le tableau 2. Elles sont ici mesurées à la température ambiante normale.

10

	$R_m$ (Mpa)	$R_{p0,2}$ (Mpa)	$A_{5d}$ (%)	$Z$ (%)	$KV$ (J)	$HRC$	Grain $ASTM$
<b>A</b>	2176	1956	11,2	58	25/27	55,3	8
<b>B</b>	2218	2002	9,9	56	26/30	56,3	8/9
<b>C</b>	2316	2135	9,5	49	20/24	57,6	8
<b>D</b>	2328	1997	8,9	43	21/22	57,9	8
<b>E</b>	2303	1959	10	47	16/19	57,6	9

Tableau 2 : Propriétés des échantillons testés

On voit que les échantillons selon l'invention C, D et E présentent une résistance à la traction très supérieure à celle des échantillons de référence A et B. La limite élastique est au moins du même ordre de grandeur. En contrepartie de ce relèvement de la résistance à la traction, les propriétés de ductilité (striction et allongement à la rupture) et de résilience sont abaissées, dans le cas du traitement thermique décrit et appliqué.

L'échantillon de référence B montre que la seule addition de V à l'acier A ne procure qu'une amélioration de certaines propriétés, et dans des proportions le plus souvent moins importantes que dans le cas de l'invention.

En particulier, l'augmentation de l'Al dans le cas de l'invention, conjuguée au maintien d'une teneur en Ni élevée, rend la phase durcissante NiAl

plus présente et est un facteur essentiel de l'amélioration de la résistance à la traction.

Les additions de B et Nb des échantillons D et E respectivement ne sont pas nécessaires pour l'obtention des résistances mécaniques élevées  
5 visées prioritairement dans l'invention.

Des expériences supplémentaires menées notamment sur l'échantillon C ont permis de déterminer qu'en plus des traitements subis, un revenu d'adoucissement à une température d'au moins 600°C précédant la mise en solution était nécessaire pour obtenir une complète recristallisation de l'acier lors  
10 de la mise en solution. Ce revenu d'adoucissement peut, par exemple, être effectué à 650°C pendant 8h et être suivi d'un refroidissement à l'air. Grâce à cela, les produits bruts de transformation thermomécaniques peuvent subir sans encombre les opérations de parachèvement (redressage, écroûtage, usinage...) conférant à la pièce sa forme définitive.

15 Après ce revenu d'adoucissement à 650°C pendant 8h et refroidissement à l'air, une mise en solution à 935°C pendant 1 heure suivie d'un refroidissement à l'huile, puis un traitement cryogénique à -80°C pendant 8h, puis un détensionnement à 200°C pendant 8h (sur les éprouvettes de traction) ou 16h (sur les éprouvettes de résilience), puis un vieillissement à 500°C pendant 12h  
20 suivi d'un refroidissement à l'air, ont permis d'obtenir une taille de gain ASTM de 8 et les propriétés mécaniques suivantes :

- en sens long, à 20°C :  $R_m = 2271$  MPa ;  $R_{p0,2} = 1983$  MPa ;  $A5d = 11,8\%$  ;  $Z = 57\%$  ;  $KV = 27$  J ;

25 - en sens travers à 20°C :  $R_m = 2273$  MPa ;  $R_{p0,2} = 2023$  MPa ;  $A5d = 8,8\%$  ;  $Z = 41\%$  ;  $KV = 22 - 24$  J ;

- en sens long à 400°C :  $R_m = 1833$  MPa ;  $R_{p0,2} = 1643$  MPa ;  $A5d = 11,1\%$  ;  $Z = 58\%$ .

En sens long à 20°C, on a donc un excellent compromis entre résistance à la traction, ductilité et résilience. En sens travers, les valeurs de  
30 résilience demeurent acceptables. Et à 400°C, la résistance à la traction demeure très élevée, et l'acier de l'invention répond donc très bien aux problèmes posés.

De manière générale, un mode de traitement thermique optimisé de l'acier selon l'invention pour l'obtention au final d'une pièce présentant les propriétés souhaitées est, après le forgeage de l'ébauche de la pièce et avant le parachèvement procurant à la pièce sa forme définitive :

- 5           - revenu d'adoucissement à 600-675°C pendant 4 à 20h suivi d'un refroidissement à l'air ;
  - mise en solution à 900-1000°C pendant au moins 1h, suivie par un refroidissement à l'huile ou à l'air suffisamment rapide pour éviter la précipitation de carbures intergranulaires dans la matrice d'austénite ;
- 10           - optionnellement un traitement cryogénique à -50°C ou plus bas, de préférence à -80°C ou plus bas, pour transformer toute l'austénite en martensite, la température étant inférieure de 200°C ou davantage à Ms, au moins un desdits traitements durant au moins 2h ; pour les compositions ayant, notamment, une teneur en Ni relativement basse, ce traitement cryogénique est moins utile ;
- 15           - optionnellement un traitement d'adoucissement de la martensite brute de trempe effectué à 150-250°C pendant 4-16h, suivi par un refroidissement l'air calme ;
  - vieillissement de durcissement à 475-600°C, de préférence de 490-525°C pendant 5-20h.

20           Les applications privilégiées de l'acier selon l'invention sont les pièces d'endurance pour mécanique et éléments de structure, pour lesquelles on doit avoir à froid une résistance à la traction comprise entre 2200MPa et 2350MPa, combinée à des valeurs de ductilité et de résilience au moins équivalentes à celles des meilleurs aciers à haute résistance, et à chaud (400°C) une résistance  
25 à la traction de l'ordre de 1800MPa, ainsi que des propriétés de fatigue optimales.

L'acier selon l'invention a également pour avantage d'être cémentable et nitrurable. On peut donc conférer aux pièces qui l'utilisent une résistance à l'abrasion élevée. Cela est particulièrement avantageux dans les applications  
30 envisagées qui ont été citées.

**REVENDICATIONS**

1. Acier caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

- 5           - C = 0,18 – 0,30%
  - Co = 5 -7%
  - Cr = 2 – 5%
  - Al = 1 – 2%
  - Mo + W/2 = 1 – 4%
  - 10          - V = traces – 0,3%
  - Nb = traces – 0,1%
  - B = traces – 50 ppm
  - Ni = 10,5 – 15% avec  $Ni \geq 7 + 3,5 Al$
  - Si = traces – 0,4%
  - 15          - Mn = traces – 0,4%
  - Ca = traces – 500 ppm
  - Terres rares = traces – 500 ppm
  - Ti = traces – 500 ppm
  - O = traces – 200ppm si l'acier est obtenu par métallurgie des poudres,
  - 20   ou traces – 50 ppm si l'acier est obtenu par élaboration à l'air ou sous vide à partir de métal liquide
  - N = traces – 100 ppm
  - S = traces – 50 ppm
  - Cu = traces – 1%
  - 25          - P = traces – 200 ppm
- le reste étant du fer et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

2. Acier selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient C = 0,20 – 0,25%.

3. Acier selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il contient Cr = 30 2 – 4%.

4. Acier selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il contient Al = 1 – 1,6%, de préférence 1,4 – 1,6%.

5. Acier selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il contient  $Mo \geq 1\%$ .

6. Acier selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il contient  $Mo + W/2 = 1 - 2\%$ .

5 7. Acier selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il contient  $V = 0,2 - 0,3\%$ .

8. Acier selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il contient  $Nb = \text{traces} - 0,05\%$ .

10 9. Acier selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il contient  $Si = \text{traces} - 0,25\%$ , de préférence  $\text{traces} - 0,10\%$ .

10. Acier selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il contient  $Mn = \text{traces} - 0,25\%$ , de préférence  $\text{traces} 0,10\%$ .

11. Acier selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'il contient  $Ti = \text{traces} - 100 \text{ ppm}$ .

15 12. Acier selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'il contient  $O = \text{traces} - 10 \text{ ppm}$ .

13. Acier selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'il contient  $N = \text{traces} - 50 \text{ ppm}$ , de préférence  $\text{traces} - 10 \text{ ppm}$ .

20 14. Acier selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce qu'il contient  $S = \text{traces} - 10 \text{ ppm}$ , de préférence  $\text{traces} - 5 \text{ ppm}$ .

15. Acier selon l'une des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'il contient  $P = \text{traces} - 100 \text{ ppm}$ .

25 16. Acier selon l'une des revendications 1 à 15, caractérisé en ce que sa température de transformation martensitique  $M_s$  est supérieure ou égale à  $140^\circ\text{C}$ , avec  $M_s = 550 - 350 \times C\% - 40 \times Mn\% - 17 \times Cr\% - 10 \times Mo\% - 17 \times Ni\% - 8 \times W\% - 35 \times V\% - 10 \times Cu\% - 10 \times Co\% + 30 \times Al\% \text{ } ^\circ\text{C}$ .

17. Procédé de fabrication d'une pièce en acier, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes avant le parachèvement de la pièce lui procurant sa forme définitive :

30 - la préparation d'un acier ayant la composition selon l'une des revendications 1 à 16 ;

- le forgeage de cet acier ;

- un revenu d'adoucissement à 600-675°C pendant 4 à 20h suivi d'un refroidissement à l'air ;

- une mise en solution à 900-1000°C pendant au moins 1h, suivie par un refroidissement à l'huile ou à l'air suffisamment rapide pour éviter la précipitation de carbures intergranulaires dans la matrice d'austénite ;

- un vieillissement de durcissement à 475-600°C, de préférence de 490-525°C pendant 5-20h.

18. Procédé de fabrication d'une pièce en acier suivant la revendication 17, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un traitement cryogénique à -50°C ou plus bas, de préférence à -80°C ou plus bas, pour transformer toute l'austénite en martensite, la température étant inférieure de 200°C ou davantage à Ms, au moins un desdits traitements durant au moins 2h ;

19. Procédé de fabrication d'une pièce en acier suivant l'une des revendications 17 ou 18, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un traitement d'adoucissement de la martensite brute de trempe effectué à 150-250°C pendant 4-16h, suivi par un refroidissement l'air calme.

20. Procédé de fabrication d'une pièce d'acier suivant l'une des revendications 17 à 19, caractérisé en ce que la pièce subit également une cémentation ou une nitruration.

21. Pièce mécanique ou pièce pour élément de structure, caractérisée en ce qu'elle est fabriquée selon le procédé d'une des revendications 17 à 20.

22. Pièce mécanique selon la revendication 21, caractérisée en ce qu'il s'agit d'un arbre de transmission de moteur.