



(12) **DEMANDE DE BREVET CANADIEN**
CANADIAN PATENT APPLICATION
(13) **A1**

(22) Date de dépôt/Filing Date: 2018/10/17
(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 2019/04/18
(30) Priorité/Priority: 2017/10/18 (FR17 59 760)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C21D 6/04* (2006.01),
C22C 38/44 (2006.01), *C22C 38/46* (2006.01),
C22C 38/52 (2006.01)
(71) Demandeur/Applicant:
SAFRAN LANDING SYSTEMS, FR
(72) Inventeurs/Inventors:
DENEUX, VALENTINE, FR;
BINOT, NICOLAS, FR
(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN ACIER
(54) Title: STEEL TREATMENT PROCESS

(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne un procédé de traitement d'un acier comportant, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables, le procédé comportant au moins :

- un traitement thermique de mise en solution (E2) de l'acier à une température comprise entre 950.degrés.C et 1100.degrés.C,
- un traitement de trempe (E3) de l'acier, réalisé après le traitement thermique de mise en solution,
- le placement de l'acier dans une enceinte cryogénique après le traitement de trempe,
- le refroidissement (E5) de l'intérieur de l'enceinte cryogénique dans laquelle l'acier est présent, ce refroidissement étant réalisé jusqu'à une température de traitement (Tc) inférieure ou égale à -73.degrés.C, et
- le traitement cryogénique (E6) de l'acier pendant lequel la température de traitement est maintenue dans l'enceinte, la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique étant inférieure ou égale à 4 heures.

ABREGE

L'invention concerne un procédé de traitement d'un acier comportant, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables, le procédé comportant au moins :

- un traitement thermique de mise en solution (E2) de l'acier à une température comprise entre 950°C et 1100°C,
- un traitement de trempe (E3) de l'acier, réalisé après le traitement thermique de mise en solution,
- le placement de l'acier dans une enceinte cryogénique après le traitement de trempe,
- le refroidissement (E5) de l'intérieur de l'enceinte cryogénique dans laquelle l'acier est présent, ce refroidissement étant réalisé jusqu'à une température de traitement (Tc) inférieure ou égale à -73°C, et
- le traitement cryogénique (E6) de l'acier pendant lequel la température de traitement est maintenue dans l'enceinte, la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique étant inférieure ou égale à 4 heures.

Procédé de traitement d'un acier

La présente invention concerne un procédé de traitement d'un acier comprenant notamment un traitement cryogénique, cet acier pouvant être destiné à la constitution de pièces de train d'atterrissage d'aéronef.

Arrière-plan de l'invention

Le brevet US 9 051 635 divulgue un acier présentant de bonnes propriétés mécaniques associées à une bonne tenue à la corrosion sous contrainte.

Cet acier comportant, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables, est – dans le brevet précité – traité par la succession d'étapes suivantes sans précision sur la durée séparant chacune de ces étapes : traitement thermique de mise en solution de l'acier, traitement de trempe, immersion dans de l'azote liquide et traitement de revenu.

Un tel acier constitue un matériau d'intérêt pour la constitution de pièces de train d'atterrissage d'aéronef, notamment.

Toutefois, les inventeurs ont constaté qu'il demeurerait une dispersion des propriétés mécaniques significative au sein de lots de pièces en acier soumis au traitement divulgué dans le brevet US 9 051 635. Il est souhaitable de réduire la dispersion de ces propriétés mécaniques afin d'optimiser les courbes de dimensionnement et, par conséquent, d'améliorer les performances des pièces formées par cet acier, par exemple en les allégeant, en allongeant leur durée de vie ou en augmentant les contraintes auxquelles elles peuvent être exposées.

En outre, l'immersion dans l'azote liquide réalisée dans le document US 9 051 635 ne constitue pas une étape adaptée à un traitement de l'acier à l'échelle industrielle. Il demeure, par conséquent, souhaitable de disposer de procédés de traitement de cet acier qui soient davantage compatibles d'un traitement à l'échelle industrielle.

On connaît en outre la publication Wang et *al.* « Austenite layer and precipitation in high Co-Ni maraging steel » (Micron 57 (2014) 112-116) qui divulgue un traitement d'un acier dans lequel ce dernier est plongé après la trempe dans un bain cryogénique à -73°C.

5

Objet et résumé de l'invention

L'invention vise, selon un premier aspect, un procédé de traitement d'un acier comportant, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables, le procédé comportant au moins :

- un traitement thermique de mise en solution de l'acier à une température comprise entre 950°C et 1100°C,
- un traitement de trempe de l'acier, réalisé après le traitement thermique de mise en solution,
- le placement de l'acier dans une enceinte cryogénique après le traitement de trempe,
- le refroidissement de l'intérieur de l'enceinte cryogénique dans laquelle l'acier est présent, ce refroidissement étant réalisé jusqu'à une température de traitement inférieure ou égale à -73°C, et
- le traitement cryogénique de l'acier pendant lequel la température de traitement est maintenue dans l'enceinte, la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique étant inférieure ou égale à 4 heures.

L'invention est, en particulier, remarquable en ce que la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique est limitée.

Les inventeurs ont constaté, lors d'études récentes, que la teneur en austénite résiduelle pouvait varier de manière assez légère au sein d'un lot de pièces en acier décrit plus haut ayant subi un traitement cryogénique. Cette variation, même légère, a toutefois une influence significative sur la dispersion des propriétés mécaniques au sein du lot de pièces traité. L'identification de ces légères variations de la teneur en austénite résiduelle a été rendue possible grâce à l'emploi de techniques

de mesure particulières et suffisamment précises (diffraction aux rayons X synchrotron et sigmamètre). Une fois l'origine de la dispersion des propriétés mécaniques identifiée, les inventeurs ont étudié l'influence des conditions d'atteinte de la température de traitement cryogénique et ont constaté que la durée séparant la fin de la trempe du début du traitement cryogénique avait une influence sur la teneur en austénite résiduelle. Ainsi, en limitant cette durée comme décrit plus haut, l'invention permet avantageusement de mieux contrôler la teneur en austénite résiduelle obtenue dans l'acier traité et, par conséquent, de réduire la dispersion des propriétés mécaniques. En outre, les inventeurs ont constaté que le fait de limiter cette durée permet avantageusement d'améliorer la tenue à la corrosion sous contrainte de l'acier. Le fait de réaliser le traitement cryogénique dans une enceinte cryogénique refroidie après chargement de l'acier permet avantageusement de rendre le procédé compatible d'un traitement à l'échelle industrielle. En outre, l'invention réalise un refroidissement progressif de l'enceinte cryogénique dans lequel l'acier est placé ce qui participe aussi à maîtriser la teneur en austénite résiduelle par rapport au cas où l'acier est directement plongé dans un bain cryogénique. Ce dernier cas résulte en effet en un phénomène indésirable de caléfaction qui ne permet pas de maîtriser correctement le refroidissement, et qui a pour conséquence de ne pas permettre de maîtriser correctement la teneur en austénite résiduelle.

Dans un exemple de réalisation, la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique est inférieure ou égale à 2 heures, de préférence à 1 heure.

Le fait d'imposer une telle durée entre la trempe et le début du traitement cryogénique permet avantageusement de réduire davantage encore la dispersion des propriétés mécaniques obtenues pour l'acier traité.

Dans un exemple de réalisation, la durée du traitement cryogénique est supérieure ou égale à 1 heure.

Dans un exemple de réalisation, le procédé comprend en outre un traitement de revenu de l'acier réalisé après le traitement cryogénique.

Dans un exemple de réalisation, l'acier traité constitue une pièce d'un train d'atterrissage d'un aéronef. La pièce peut par exemple

être un essieu, le balancier ou une partie du balancier, comme l'axe pivot du balancier.

5 Dans un exemple de réalisation, l'acier constitue une pièce ayant une masse supérieure ou égale à 10 kg. La masse de la pièce peut être supérieure ou égale à 40 kg, par exemple supérieure ou égale à 100 kg.

10 L'invention est particulièrement avantageuse dans le cas du traitement d'une pièce ayant une masse significative, et donc une dimension conséquente, dans la mesure où le phénomène indésirable de caléfaction évoqué plus haut se produit quelle que soit la taille de la pièce mais est d'autant plus important que la taille de la pièce est grande.

Dans un exemple de réalisation, l'acier est refroidi jusqu'à une température de fin de trempe inférieure ou égale à 71°C durant le traitement de trempe.

15 Le fait d'avoir une température de fin de trempe réduite participe avantageusement à réduire davantage encore la teneur en austénite résiduelle.

Brève description des dessins

20 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description suivante, donnée à titre non limitatif, en référence aux figures annexées dans lesquelles :

– la figure 1 représente, de manière schématique, l'évolution de la température imposée à l'acier, selon un exemple de procédé de traitement selon l'invention, et

25 - la figure 2 est un résultat d'essai comparatif montrant l'influence de la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique sur la teneur en austénite résiduelle.

Description détaillée de modes de réalisation

30 L'acier traité comporte, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant

35 constitué de fer et d'impuretés inévitables.

5 Dans un exemple de réalisation, l'acier traité comporte, en pourcentages massiques, 0,25% à 0,31% de carbone, 6,8% à 8% de cobalt, 9,3% à 10,5% de nickel, 0,8% à 2,6% de chrome, 0,9% à 2,1% de molybdène, 0,7% à 2% de tungstène, 0,05% à 0,12% de vanadium, et au plus 0,015% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables.

10 Dans un exemple de réalisation, l'acier traité comporte, en pourcentages massiques, 0,29% à 0,31% de carbone, 6,8% à 7,2% de cobalt, 9,8% à 10,2% de nickel, 0,8% à 2,6% de chrome, 0,9% à 2,1% de molybdène, 0,7% à 1,4% de tungstène, 0,05% à 0,12% de vanadium, et au plus 0,015% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables.

15 Le procédé est initié par une rampe de montée en température (étape E1) jusqu'à une température T_s , comprise entre 950°C et 1100°C.

La température T_s est ensuite maintenue afin de réaliser le traitement thermique de mise en solution de l'acier (étape E2). La durée du traitement thermique de mise en solution E2 de l'acier peut être supérieure ou égale à 1 heure, et par exemple être comprise entre 1 heure et 2 heures.

20 Un traitement de trempe de l'acier (étape E3) est ensuite réalisé à l'issue du traitement de mise en solution E2. Ce traitement de trempe E3 consiste en un refroidissement rapide de l'acier par immersion dans un fluide de refroidissement comme l'eau ou l'huile. Durant le traitement de trempe E3, l'acier est refroidi jusqu'à une température de fin de trempe T_a . Cette température de fin de trempe T_a est, dans l'exemple illustré, égale à la température ambiante (20°C), mais on ne sort pas du cadre de l'invention si celle-ci est différente de la température ambiante, et est par exemple supérieure à la température ambiante. La température de fin de trempe T_a peut être inférieure ou égale à 71°C, de préférence inférieure ou égale à 50°C. En particulier, la température de fin de trempe T_a peut être comprise entre 16°C et 71°C. A la fin du traitement de trempe E3, il n'y a plus de refroidissement de l'acier par échange thermique entre ce dernier et le fluide de refroidissement précité utilisé pour la trempe. La température de l'acier est égale, à ce moment-là, à la

35 température de fin de trempe T_a .

Si cela est nécessaire, une première étape intermédiaire (étape E4) durant laquelle l'acier est maintenu dans un environnement à température ambiante T_a peut être effectuée, après la trempe E3 et avant le placement de l'acier dans l'enceinte cryogénique. On pourrait, en variante, s'affranchir de cette première étape intermédiaire E4 et directement placer l'acier dans l'enceinte cryogénique après le traitement de trempe E3. Bien entendu lorsqu'elle est effectuée, cette première étape intermédiaire E4 est d'une durée limitée de sorte que la durée séparant la fin du traitement de trempe E3 du début du traitement cryogénique demeure elle aussi limitée, comme indiqué plus haut.

Une fois l'acier placé dans l'enceinte cryogénique, un refroidissement de l'intérieur de l'enceinte est alors réalisé (étape E5).

Ce refroidissement comprend une rampe de descente en température jusqu'à la température T_c de traitement qui est inférieure ou égale à -73°C . La vitesse de refroidissement imposée durant cette rampe de descente en température peut être supérieure ou égale à $0,5^{\circ}\text{C}/\text{minute}$, par exemple supérieure ou égale à $1,5^{\circ}\text{C}/\text{minute}$, voire supérieure ou égale à $2,5^{\circ}\text{C}/\text{minute}$, voire supérieure ou égale à $5^{\circ}\text{C}/\text{minute}$. Cette vitesse de refroidissement peut en outre être inférieure ou égale à $4^{\circ}\text{C}/\text{minute}$. Cette vitesse de refroidissement imposée peut être sensiblement constante. On ne sort pas du cadre de l'invention si la vitesse de refroidissement varie durant le refroidissement E5, le refroidissement E5 peut ainsi comprendre une première descente en température à une première vitesse de refroidissement, puis une deuxième descente en température à une deuxième vitesse de refroidissement différente de la première, par exemple inférieure à celle-ci.

Comme évoqué plus haut, dans l'invention on limite la durée séparant la fin du traitement de trempe E3, correspondant au moment où la température de fin de trempe T_a est atteinte, du début du traitement cryogénique E6, correspondant au moment où la température de traitement T_c est atteinte. Cette durée correspond à la durée après la fin de la trempe E3 pendant laquelle l'acier est à une température supérieure à la température de traitement T_c . Le fait de limiter cette durée permet de limiter la teneur en austénite résiduelle. La figure 2 est un résultat d'essai comparatif effectué sur un acier Ferrium® M54 en mettant en œuvre une

température de fin de trempe T_a de 20°C et une température de traitement T_c de -73°C. Dans cet essai, on a fait varier la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique. On constate que plus cette durée augmente plus la teneur en austénite résiduelle dans l'acier augmente. Les inventeurs ont aussi réalisé un essai comparatif afin de déterminer l'influence de la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique sur la tenue à la corrosion sous contrainte de l'acier. Dans cet essai, la tenue à la corrosion sous contrainte de l'acier a été mesurée de la manière suivante :

5 on réalise une fissure initiale de l'éprouvette que l'on mouille avec une solution de NaCl, ensuite on impose une contrainte constante à l'échantillon et au bout de 1000h le K1SCC est déterminé. Au bout de 1000h, l'éprouvette est cassée de façon statique, ce qui permet de déterminer son K1SCC à partir de la taille de fissure initiale et avec la

10 valeur du chargement. Le K1SCC est un paramètre connu de l'homme du métier quantifiant la tenue à la corrosion sous contrainte. L'essai réalisé a montré que la tenue en corrosion sous contrainte de l'acier est significativement meilleure lorsque l'acier a été traité en limitant la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement

15 cryogénique à 2 heures que dans le cas hors invention où cette durée est de 8 heures.

L'installation utile pour la mise en œuvre du procédé est connue en soi. Une telle installation comprend une enceinte cryogénique reliée à un réservoir de fluide de refroidissement ainsi qu'un système de contrôle configuré pour contrôler le débit d'introduction du fluide de refroidissement à l'intérieur de l'enceinte, et son débit d'évacuation à l'extérieur de celle-ci. Le fluide de refroidissement peut être introduit à l'intérieur de l'enceinte à l'état gazeux. Dans ce cas, le fluide de refroidissement peut être vaporisé à l'extérieur de l'enceinte puis le fluide de refroidissement à l'état gazeux ainsi généré peut être introduit à

25 l'intérieur de l'enceinte au travers d'au moins un port d'injection. Du fait du contrôle de ces débits d'introduction et d'évacuation, il est possible d'obtenir la vitesse de refroidissement souhaitée, ce qui participe à avoir la durée souhaitée entre la fin de la trempe E3 et le début du traitement cryogénique E6. Ce contrôle des débits d'introduction et d'évacuation permet, en outre, de maintenir la température de traitement T_c durant le

30

35

traitement cryogénique. A titre d'exemple d'installation cryogénique utilisable, on peut citer l'installation Linde Gas VF TES fluide type azote liquide.

5 Un palier de stabilisation en température, pendant lequel la température de traitement T_c est maintenue, est ensuite effectué afin de réaliser le traitement cryogénique de l'acier (étape E6). La durée du traitement cryogénique E6 est prédéterminée, et peut être supérieure ou égale à 1 heure, et par exemple être comprise entre 1 heure et 2 heures.

10 Une fois le traitement cryogénique E6 réalisé, une montée en température progressive jusqu'à température ambiante T_a peut être réalisée (étape E7).

On peut ensuite effectuer, si cela est souhaité, une deuxième étape intermédiaire E8 durant laquelle l'acier est maintenu dans un environnement à température ambiante T_a .

15 Une rampe de montée en température peut ensuite être réalisée (étape E9) jusqu'à une température de revenu T_r , par exemple comprise entre 465°C et 550°C.

20 Un palier de stabilisation en température, à la température de revenu T_r , est alors effectué afin de réaliser le traitement thermique de revenu (étape E10). La durée du traitement de revenu peut être supérieure ou égale à 4 heures, et par exemple être comprise entre 4 heures et 32 heures.

L'acier peut ensuite être refroidi, par exemple en le maintenant dans un environnement à température ambiante.

25 L'expression « compris(e) entre ... et ... » doit se comprendre comme incluant les bornes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement d'un acier comportant, en pourcentages massiques, 0,2% à 0,33% de carbone, 4% à 8% de cobalt, 7% à 11% de nickel, 0,8% à 3% de chrome, 0,5% à 2,5% de molybdène, 0,5% à 5,9% de tungstène, 0,05% à 0,2% de vanadium, et au plus 0,02% de titane, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables, le procédé comportant au moins :

- un traitement thermique de mise en solution (E2) de l'acier à une température comprise entre 950°C et 1100°C,

- un traitement de trempe (E3) de l'acier, réalisé après le traitement thermique de mise en solution,

- le placement de l'acier dans une enceinte cryogénique après le traitement de trempe,

- le refroidissement (E5) de l'intérieur de l'enceinte cryogénique dans laquelle l'acier est présent, ce refroidissement étant réalisé jusqu'à une température de traitement (Tc) inférieure ou égale à -73°C, et

- le traitement cryogénique (E6) de l'acier pendant lequel la température de traitement est maintenue dans l'enceinte, la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique étant inférieure ou égale à 4 heures.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique est inférieure ou égale à 2 heures.

3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel la durée séparant la fin du traitement de trempe du début du traitement cryogénique est inférieure ou égale à 1 heure.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la durée du traitement cryogénique (E6) est supérieure ou égale à 1 heure.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, comprenant en outre un traitement de revenu (E10) de l'acier réalisé après le traitement cryogénique (E6).

5 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel l'acier traité constitue une pièce d'un train d'atterrissage d'un aéronef.

10 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel l'acier constitue une pièce ayant une masse supérieure ou égale à 10 kg.

15 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel l'acier est refroidi jusqu'à une température de fin de trempe (T_a) inférieure ou égale à 71°C durant le traitement de trempe (E3).

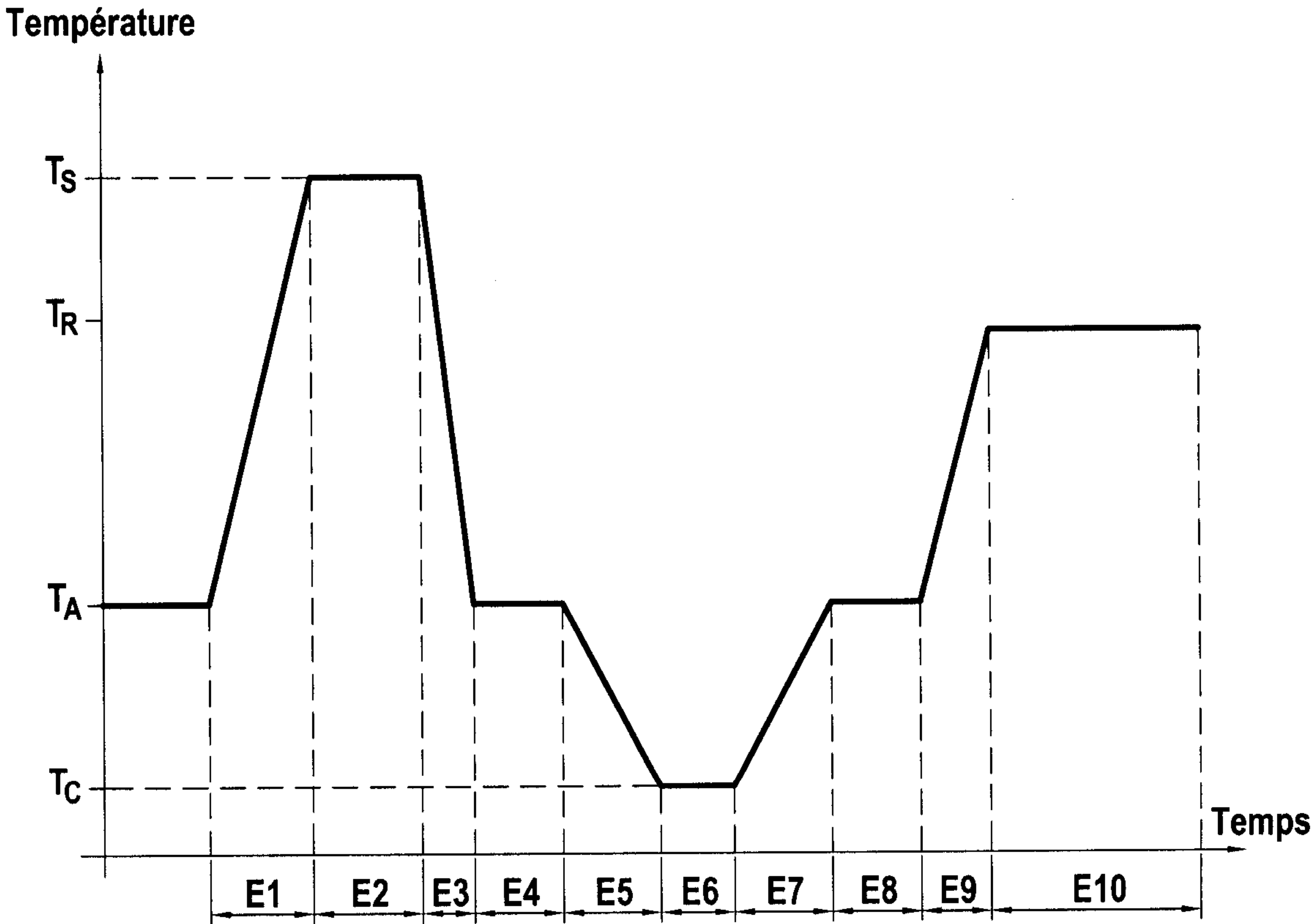


FIG.1

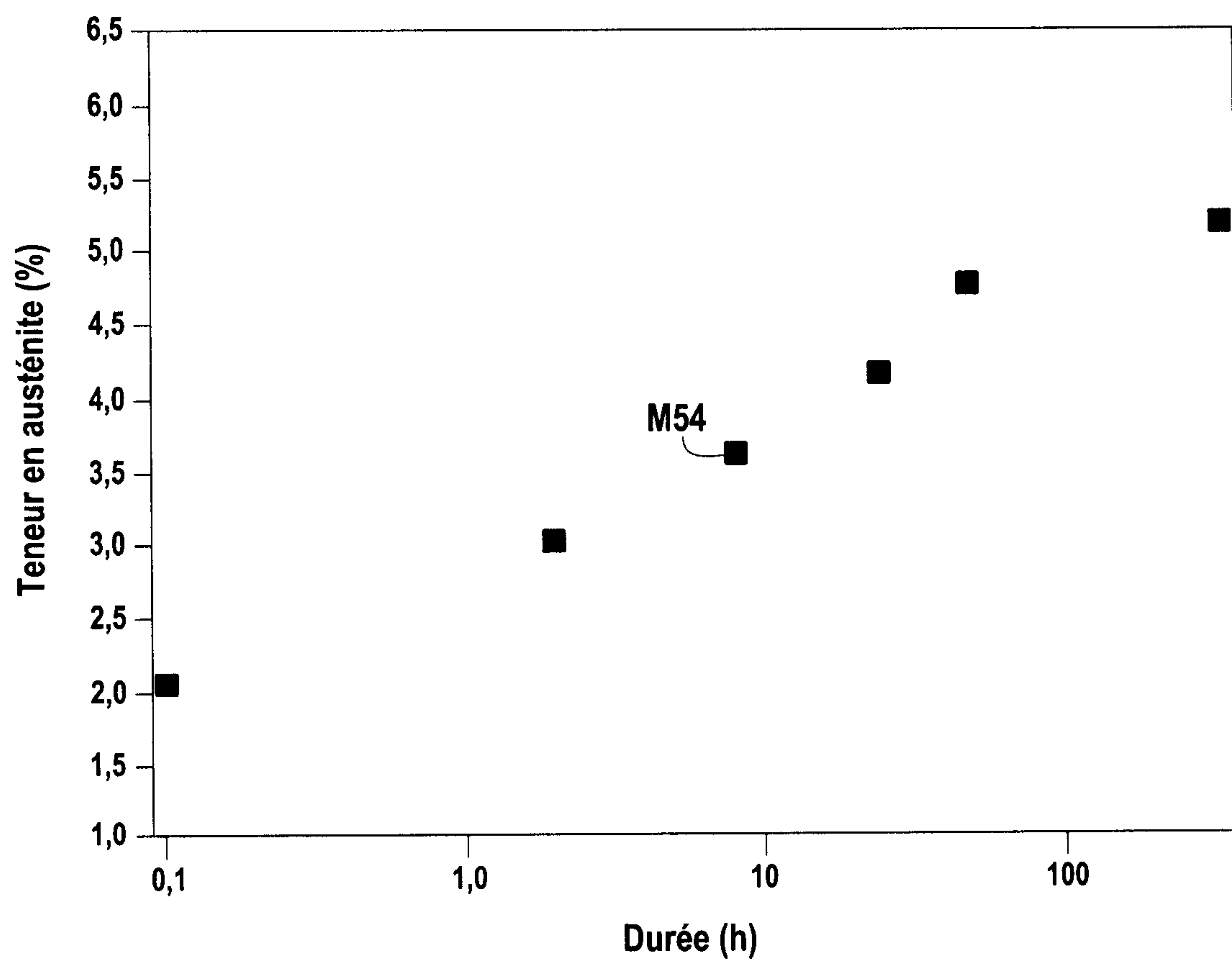


FIG.2