

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

①1 N° de publication : **2 562 822**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **85 05693**

⑤1 Int Cl⁴ : B 22 D 27/20 // C 22 C 19/00.

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** A1

②2 Date de dépôt : 16 avril 1985.

③0 Priorité : US, 17 avril 1984, n° 06/601 226.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 42 du 18 octobre 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *WENTZELL Joseph Milton.* — US.

⑦2 Inventeur(s) : Joseph Milton Wentzell.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Rinuy, Santarelli.

⑤4 Procédé de germination de métaux hautement alliés.

⑤7 L'invention concerne un procédé de germination de mé-
taux hautement alliés.

Dans ce procédé, on fait fondre l'alliage métallique, on
additionne un alliage métallique en poudre dans des conditions
telles que la poudre pénètre dans le métal pratiquement sans
impuretés de surface, puis on fait refroidir le métal jusqu'à
solidification.

Domaine d'application : solidification de bains de métaux
pour l'obtention de superalliages, etc.

FR 2 562 822 - A1

L'invention concerne des procédés pour la conduite de la solidification de bains de métaux, et plus particulièrement pour la conduite de la solidification de bains de superalliages, par exemple des alliages de nickel, de cobalt, de fer ou des associations de ceux-ci, qui sont hautement alliés et présentent de larges intervalles liquidus-solidus et de mauvaises conductibilités thermiques. Ces superalliages sont très sujets à la ségrégation lors du refroidissement à partir de l'état fondu en raison des nombreux composés intermétalliques qui peuvent se former pendant le refroidissement et de l'association de larges intervalles liquidus-solidus et de faibles conductibilités thermiques qui caractérisent ces alliages.

De nombreuses techniques destinées à faciliter l'extraction de la chaleur et à rompre les gradients thermiques pendant la fusion par arc sous vide et sous pression ont été proposées dans l'art antérieur. Deux des techniques les plus couramment utilisées sont décrites dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 353 505 et sont celles couramment connues et utilisées dans l'industrie sous l'appellation "agitation inverse".

La présente invention permet à un fondeur de superalliages de couler un très gros lingot de superalliage sans grosse ségrégation, par dispersion continue dans le bain fondu en cours de coulée d'un métal en poudre finement divisé, avantageusement de la même composition d'alliage que celle coulée. On obtient ainsi un lingot à germination maîtrisée présentant une structure fine à grains équiaxes.

La dispersion de sites de germination dans du métal fondu a été proposée précédemment, mais des essais pour sa mise en oeuvre n'ont pas abouti en raison du fait que le métal en poudre flotte sur la surface de l'alliage fondu formant le bain jusqu'à ce qu'il soit pris dans le front avançant de solidification sans même entrer dans le bain en fusion, dans la zone où il peut agir efficacement

sur le refroidissement et la germination du bain.

Il est apparu que ce problème est le résultat de deux effets, à savoir la forte tension superficielle des superalliages et la "patine" d'oxyde de la surface des superalliages en poudre, qui empêche le métal en poudre de s'enfoncer dans le bain. Il est apparu que si l'on peut totalement éliminer la patine d'oxyde de la surface de la poudre et maîtriser la surface du métal fondu, la particule de métal en poudre pénètre dans le bain et forme un site efficace de germination. On a découvert que, si l'on maintient les particules de métal en poudre dans un état très propre et pratiquement exempt de contamination de surface et si l'on maintient le bain propre et sans contamination de surface, on peut provoquer une dissolution rapide des particules de métal dans le bain. Plus les particules sont petites, plus leur dissolution s'effectue rapidement. Pour la germination de grains fins et la coulée d'un bain thixotrope, il est avantageux d'ajouter environ 13 % en poids de poudre au bain fondu pendant qu'il est coulé ou fondu à l'arc. Ceci s'effectue idéalement par l'addition d'une fine poudre très propre à un bain fondu propre. Malheureusement, on ne trouve habituellement pas de telles conditions idéales, bien qu'elles soient possibles, dans une fonderie industrielle.

Cependant, il est apparu que l'invention pouvait être mise en oeuvre dans des milieux moins propres, par addition de la poudre en une fraction de dimension déterminée à travers une couverture de laitier portée par le bain fondu, lequel laitier est capable de mouiller la patine d'oxyde recouvrant les particules de métal. La couverture de laitier doit être maintenue au-dessus de la température de fusion de l'oxyde eutectique formé avec la patine, mais au-dessous de la température de fusion des particules de métal, compte tenu du fait que la température de fusion des particules est abaissée lorsque la dimension des particules

diminue. La couverture de laitier doit également être choisie de façon à présenter une tension superficielle relativement élevée, mais assez basse pour permettre aux particules de pénétrer dans le laitier, d'être traitées dans le laitier pour que la patine d'oxyde en soit éliminée et d'être introduites dans le bain de superalliage. La tension superficielle plus élevée du laitier abaisse l'énergie interfaciale entre le laitier et le bain de métal fondu, permettant ainsi une introduction plus aisée dans le bain des particules de métal traversant le laitier dans le cas où la patine n'a pas été complètement dissoute. De tels laitiers peuvent être formés de mélanges d'oxyde de calcium, de silice et de spath fluor. L'énergie interfaciale est approximativement équivalente à la différence mathématique des tensions superficielles des deux liquides.

On peut mieux comprendre l'invention en se référant à l'exemple suivant :

EXEMPLE

Un lingot en superalliage "Inco 718", de 15 cm de diamètre, ayant pour composition nominale 18,5 % de Fe, 18,6 % de Cr, 3,1 % de Mo, 0,9 % de Ti, 0,0 % d'Al, 0,2 % de Mn, 0,3 % de Si, 0,04 % de C, a été coulé dans un four à arc à laitier électroconducteur sous une couverture de laitier constituée de CaO et de spath fluor. Après l'amorçage de l'arc et l'établissement d'un bain de métal fondu portant une couverture de laitier liquide immiscible, on a introduit de façon dosée, sur le dessus de la couverture de laitier, de la poudre de "Inco 718", en particules d'une dimension maximale de 0,177 mm, ayant été exposée à l'air, en même temps que l'on a maintenu une puissance correspondant à une tension d'environ 24,5 volts et une intensité de 3000 ampères. Après la constitution d'un lingot sur environ 10 cm, la puissance a été augmentée de 33 % et on a déposé 10 cm supplémentaires de lingot ; l'addition de poudre a été maintenue de façon constante.

En coupant le lingot, on a constaté que la dimension du grain était fine et équiaxe dans la zone fondue à la puissance inférieure, et basaltique dans la zone fondue sous l'intensité plus élevée. Les résultats ont montré qu'à l'intensité inférieure, la poudre est entrée dans le bain de métal fondu à l'état solide ou avec entraînement du solidus, ce qui a provoqué la germination des grains fins, tandis qu'à la puissance élevée, la poudre a totalement fondu et ne s'est donc par comportée en tant que sites de nucléation.

Les valeurs de propreté inclusionnaire, telles que déterminées par refusion d'échantillons dans un four à faisceau d'électrons, n'ont présenté aucune différence entre la poudre étant entrée dans le bain de métal dans l'état solidus et celle ayant totalement fondu, ce qui indique que la couverture de laitier a nettoyé la poudre.

Il va de soi que de nombreuses modifications peuvent être apportées au procédé décrit sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de germination de métaux hautement alliés, caractérisé en ce qu'il consiste à faire fondre un alliage métallique, à additionner à l'alliage métallique
5 fondu une poudre d'alliage métallique de composition compatible dans des conditions telles que la poudre entre dans le métal fondu, pratiquement sans impuretés de surface ; et à refroidir le métal jusqu'à solidification.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé
10 en ce que le métal en poudre présente des dimensions de grain déterminées afin qu'on obtienne une vitesse de refroidissement souhaitée pour maîtriser la ségrégation et la dimension des grains.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
15 caractérisé en ce que le métal est fondu dans des conditions à teneur en oxygène réduite et en ce que le métal en poudre est maintenu exempt d'impuretés de surface.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le métal reçoit un laitier fondu de composition
20 chimique déterminée, à travers lequel le métal en poudre est additionné afin que les impuretés de surface soient éliminées sans que les particules de la poudre atteignent un état de dissolution complète.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé
25 en ce que le laitier est préparé de manière déterminée afin de présenter une tension superficielle particulière pour faciliter le transfert des particules de métal du laitier au bain fondu.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le métal en poudre
30 présente la même composition que le bain de métal fondu.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le métal fondu est
contenu dans un four à arc auquel la poudre est ajoutée.

35 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications

cations 1 à 6, caractérisé en ce que le métal fondu est coulé dans une machine de coulée continue à laquelle de la poudre est ajoutée.

- 5 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le métal fondu est coulé dans un moule à lingot statique et le métal en poudre est additionné pendant la coulée.