

Métallurgie et traitement thermique de nouveaux aciers maraging

François Roch, Aubert & Duval les Ancizes

Cet article est paru dans le n°390 d'octobre 2008.



Les aciers maraging sont des aciers martensitiques dont les propriétés finales sont obtenues par un traitement thermique autour de 500°C. Le développement de nouveaux aciers maraging plus performants passe simultanément par une modification de leur composition chimique et par l'ajustement de leur traitement thermique. Quel est le lien entre la métallurgie de ces aciers, leur traitement thermique et leurs relations microstructures - propriétés ?

Les premiers aciers maraging ont été mis au point aux USA à la fin des années 50 et continuent à faire l'objet de développements et d'investigations métallurgiques fines. La littérature qui leur est consacrée est à l'échelle de l'intérêt qu'ils suscitent^{[1],[2]}. Leur composition chimique très riche en éléments d'alliage et la qualité de leur élaboration les réservent à des applications particulières. Leurs propriétés reposent en partie sur la qualité des traitements thermiques qu'il faut mettre en œuvre pour exploiter leur potentiel. L'objet de cette communication est de faire le lien entre la métallurgie de ces aciers, leurs traitements thermiques et leurs relations microstructures - propriétés. Dans un premier temps, ils seront déclinés en trois familles qui seront succinctement décrites. Puis les traitements thermiques d'un acier maraging 250 de référence très employé seront décrits en détail. Enfin, deux nouveaux aciers maraging développés par Aubert & Duval seront ensuite étudiés et comparés à cet acier maraging classique, pour souligner l'importance des traitements thermiques et leur impact sur les relations entre microstructures et propriétés.

Les aciers maraging

Maraging est un acronyme des mots Martensite Age-Hardening, qui définit dans les grandes lignes ces aciers : il s'agit d'aciers martensitiques dont les propriétés finales sont obtenues par un traitement thermique de revenu aux alentours de 500°C, appelé vieillissement. Au cours

de ce traitement, il se produit une précipitation fine et homogène de phases diverses qui provoque une augmentation de la résistance mécanique du matériau plus ou moins forte suivant les nuances, tout en conservant une ténacité correcte. Ainsi, l'effet de ce revenu sur ces aciers est un durcissement, contrairement à l'effet adoucissant obtenu pour les aciers martensitiques plus classiques. Une conséquence pratique importante est que l'usinage des pièces s'effectue généralement sur l'état « mis en solution », c'est-à-dire non vieilli. Puis le vieillissement est ensuite réalisé pour conférer au métal les propriétés recherchées. La précipitation durcissante s'accompagne d'un très faible changement de volume et il est pratiqué un usinage final aux cotes fonctionnelles.

Etant donné les fortes concentrations en éléments d'alliage des aciers maraging, leur trempabilité est très bonne, il n'est donc généralement pas nécessaire de mettre en œuvre des vitesses de refroidissement élevées pour bénéficier de leurs propriétés, qui peuvent être obtenues y compris sur des pièces relativement massives. Suivant les nuances, la température de début de transformation martensitique M_s peut être trop basse pour que la transformation soit complète à la température ambiante. Il faut alors poursuivre le refroidissement en dessous de la température ambiante (passage par le froid). Trois grandes familles d'aciers maraging peuvent être définies.

Les aciers maraging « classiques »

Ils sont issus des travaux des années 50 et 60, et eux-mêmes divisés en trois sous-familles : 250, 300 et 350 suivant le niveau de leur résistance mécanique exprimée en KSI (soit respectivement environ 1700, 2000 et 2400 MPa). Pour ces aciers, le carbone n'est pas un élément d'alliage mais un résiduel dont la concentration est la plus faible possible. Pour la grande majorité des nuances, le durcissement est obtenu par la précipitation simultanée dans la martensite de la phase η -Ni₃Ti et de phases contenant du molybdène majoritairement représentées par la phase μ -Fe₇Mo₆. Ces aciers contiennent une forte quantité de nickel (typiquement 18%) qui contribue largement à leur assurer une remarquable ténacité associée à une absence de transition brutale ductile - fragile. Ils sont également caractérisés par une concentration élevée en cobalt dont l'un des effets est de favoriser la formation de la phase μ . Le cobalt est en outre le seul élément qui dans cette famille de nuances élève la température M_s . Le choix de la concentration en cobalt permet donc dans une certaine mesure d'ajuster M_s afin que la transformation martensitique soit complète à température ambiante. Le tableau 1 donne les compositions types de la nuance MARVAL18 qui servira de référence par la suite et de la nuance MY23.

Les aciers maraging inoxydables

Leur métallurgie repose sur le même principe. Ils contiennent la quantité de chrome suffisante pour les rendre inoxydables et sont également à très basse teneur en carbone. Etant donné que la matrice s'appauvrit en éléments constitutifs des précipités durcissants au cours du vieillissement, elle s'enrichit en chrome qui, lui, reste en solution solide. Une concentration nominale en chrome de

10 à 11% est donc suffisante pour assurer une inoxydabilité réelle. Ces aciers ne sont cependant pas très résistants à la corrosion dans des milieux sévères. Ils sont plutôt réservés à des milieux atmosphériques. Leur résistance à la corrosion sous contrainte doit être évaluée et peut constituer un facteur de différen-

Appellations commerciales	Famille	Ni	Co	Mo	Ti	Rm typique (MPa)
MARVAL 18	250	18	8	5	0,50	1800
MY 23	350	18	12	4	1,60	2400

Tableau 1 : Composition type de deux aciers maraging classiques (pour-cent massiques) et Rm correspondants (MPa).

	Phases durcissantes	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Cu	Nb	Rm typique (MPa)
MARVAL X12H	η -Ni ₃ Ti et B2-NiAl	10	12	2	0,90	0,3	-	-	1480
PH 13-8 Mo	B2-NiAl	8	12,5	2	1,0	-	-	-	1270 et 1450
15-5 PH	ϵ -Cu	5	15	-	-	-	3,0	0,3	1120 et 1350

Tableau 2 : Composition type de deux aciers maraging inoxydables (pour-cent massiques) et Rm correspondants (MPa).

tiation entre les nuances de cette famille. Cette résistance dépend également du niveau de Rm choisi pour l'acier. Suivant les nuances, on retrouve la phase durcissante β , également les phases B2-NiAl ou ϵ -Cu. Par contre, la phase μ à base de molybdène ne se forme généralement plus car le chrome favoriserait l'apparition d'autres phases. Ainsi, le molybdène devient difficilement un élément durcissant dans cette famille de nuances. S'il est présent, c'est le plus souvent pour renforcer l'inoxydabilité et protéger le matériau contre la fragilisation de revenu réversible. La présence de chrome nécessite une diminution de la teneur en nickel pour garder une température Ms acceptable. Il résulte de cette substitution d'une partie du nickel par du chrome une dégradation de leur ténacité et l'apparition d'une transition ductile - fragile. Dans certains cas, la transformation martensitique n'est pas complète à l'ambiante et nécessite un passage par le froid. Les aciers de cette famille se distingueront les uns des autres par le compromis résistance à la corrosion (y compris corrosion sous contrainte) - propriétés en traction - ténacité. Le tableau 2 présente les compositions des aciers MARVAL X12H, PH13-8 Mo et 15-5PH.

Les aciers maraging à durcissement duplex carbures - intermétalliques

Ces aciers maraging à durcissement duplex carbures - intermétalliques ont été développés dans les années 90. Ils commencent à être utilisés dans l'aéronautique pour les arbres de turbine monobloc des moteurs de nouvelle génération, à la place des maraging 250 de la première famille. Le durcissement est dit duplex car assuré par la précipitation fine, homogène et simultanée de carbures du type $(Mo,Cr)_2C$ et de la phase intermétalliques

B2-NiAl. Ces aciers sont très différents des précédents car ils contiennent de l'ordre de 0,2% de carbone. La martensite brute de trempe est donc dure et fragile, il en résulte globalement que la fabrication de pièces à partir de ces aciers est nettement plus compliquée. Cependant, leurs propriétés exceptionnelles rendent acceptables les difficultés rencontrées lors de l'usinage de pièces comme des arbres de turbine. La métallurgie de ces aciers fait à ce jour l'objet de travaux de fond pour en comprendre toutes les subtilités.

Traitements thermiques

En guise de préliminaire à la comparaison des traitements thermiques de ces trois types d'aciers maraging, il est présenté figure 1 les mesures dilatométriques des trois nuances qui font l'objet de cette présentation. La dilatométrie est une technique utile pour visualiser le devenir du métal au cours du chauffage et du refroidissement, car les transformations structurales conduisent dans l'immense majorité des cas à des anomalies mesurables. Les mesures rassemblées figure 1 corres-

pondent à de la dilatométrie différentielle: il est porté en fonction de la température l'écart de longueur entre l'échantillon étudié et un échantillon de référence sans anomalie. Les points communs de ces trois figures sont les suivants:

- Anomalies dilatométriques au chauffage, correspondant à des phénomènes de précipitation dans la martensite et à la transformation de phases martensite à austénite. La superposition de ces deux phénomènes rend délicate la détermination précise de la température de début de transformation au chauffage, appelée AC1, d'autant plus que les cinétiques de précipitation et transformation de phases dépendent de la vitesse de chauffage. Au-delà d'une température appelée AC3, la structure est 100 % austénitique.
- Anomalie dilatométrique au refroidissement correspondant à la transformation austénite à martensitique qui commence à la température Ms. La transformation de la nuance MARVAL 18 apparaît complète à température ambiante (fin de la transformation à la température notée Mf), alors que celles des deux autres nuances n'est pas terminée.

Acier maraging 250

L'acier maraging 250 MARVAL 18 dont la composition type figure dans le **tableau 1** est utilisé pour les arbres de turbine de moteurs aéronautiques. Pour cette application, l'ébauche forgée subit deux austénitisations successives, puis après usinage un vieillissement. Un traitement complet peut être par exemple : forgeage, puis 950 °C refroidissement air + 790 °C refroidissement air + 455 °C refroidissement air. Ce traitement a donné lieu à des travaux d'optimisation qui ont mis en évidence l'influence des paramètres temps et température sur les microstructures finales^[3].

La première austénitisation (normalisation) a pour objet d'homogénéiser la microstructure de grains de l'ébauche brute de forge. La température appliquée est re-

lativement élevée au regard des phénomènes de diffusion des éléments d'alliage à l'échelle sub-micrométrique. Si des hétérogénéités très locales de composition ont pu se former au chauffage du fait du partage des éléments d'alliage entre martensite et austénite en formation, elles seront donc effacées. Il en résulte qu'il n'est pas observé d'influence des trois paramètres température (dans l'intervalle 920 °C - 980 °C), temps de maintien et vitesse de chauffage sur la dureté de la martensite après cette étape du traitement.

La seconde austénitisation (mise en solution) vise une « conformation » de l'austénite de telle sorte qu'elle génère la structure martensitique la plus performante. Cette étape s'avère déterminante pour l'obtention des propriétés finales. La température qui est appliquée à la pièce est significativement plus basse que précédemment et proche de la température AC3 (environ 765 °C). Il en résulte que la diffusion des éléments d'alliage va être beaucoup plus lente. Ainsi, si le chauffage a produit à l'échelle sub-micrométrique des fluctuations de composition en nickel, ce second traitement ne les effacera que partiellement, suivant sa durée. Les conditions de ce second traitement s'avèrent effectivement avoir une influence marquée sur la structure et le durcissement après vieillissement^[3] :

- Le domaine de durcissement maximal est obtenu pour des températures entre 770 et 800 °C et des temps de maintiens croissants quand la température baisse et quand la vitesse de chauffage diminue.
- cependant, une vitesse de chauffage trop lente ne permet plus d'obtenir le durcissement maximal.
- Dans ce domaine on trouve une structure à très fines lattes de martensite avec peu ou pas d'austénite résiduelle. Cette structure est obtenue à partir d'une austénite suffisamment homogène pour se transformer en totalité ou presque en marten-

site au cours du refroidissement, mais également suffisamment hétérogène pour favoriser la formation de nombreux sites de germination de la martensite.

Le vieillissement confère à la martensite obtenue à l'issue de la mise en solution optimale les propriétés en traction visées. Ceci met clairement en évidence que le traitement thermique de cet acier maraging est beaucoup plus subtil qu'il n'y paraît. Le traitement thermique d'un acier martensitique au carbone ne repose pas sur des ajustements aussi fins. La raison en est que le carbone diffuse beaucoup plus rapidement que le nickel et les autres éléments substitutionnels.

Acier maraging inoxydable MLX17

L'acier inoxydable martensitique à durcissement structural MLX17 est destiné à la fabrication de pièces de structure dans l'aéronautique. Il a été développé en particulier pour permettre des gains de masse dans les équipements précédemment réalisés en 15-5PH ou en PH13-8 Mo. Le MLX17 est durci par précipitation fine, homogène et simultanée des phases Ni₃Ti et NiAl. La composition de cet acier est présentée dans le **tableau 3**, ainsi que la composition de la matrice après vieillissement à 515 °C calculée à l'aide du logiciel Thermocalc. A cette température de vieillissement, la résistance mécanique est d'environ 1720 MPa.

La ténacité visée est de 95 MpaVm. La teneur nominale en chrome de la nuance peut paraître faible, mais la concentration en cet élément dans la matrice après vieillissement, combinée à celle du molybdène, confère une véritable inoxydabilité à cet acier, ainsi qu'une résistance à la corrosion sous contrainte très bonne par rapport à celle d'autres nuances de la même famille. Le traitement thermique complet d'une ébauche forgée ou matricée est : forgeage, puis 830 °C trempe eau ou huile + passage par le froid + 515 °C refroidissement air.

Etant donné la valeur de Ms (**figure 1**), la trempe doit être poursuivie en dessous de la température ambiante. Ce passage par le froid consiste à refroidir et à maintenir pendant plusieurs heures la pièce à la température choisie. Il met donc en œuvre une transformation martensitique isotherme, qui ne répond pas à la plupart des caractéristiques attribuées à la transformation martensitique en refroidissement continu au dessus de la température ambiante. En particulier, si la température est trop basse, cette transformation est bloquée,

	Ni	Cr	Mo	Al	Ti
Composition nominale	10,5	11,8	2,0	1,5	0,3
Composition matrice après vieillissement	4,55	12,88	2,07	0,23	0,06

Tableau 3 : Composition nominale type de l'acier MLX17 et composition calculée après précipitation à 515 °C des phases durcissantes (calcul Thermocalc).

Ni	Co	Cr	Mo	C	Al	V
13	6	3,3	1,5	0,23	1,5	0,3

Tableau 4 : Composition type de l'acier ML340.

probablement parce que la contrainte d'écoulement de l'austénite devient trop élevée pour que cette phase accommode facilement les microdéformations inhérentes à la formation de lattes de martensite. Par contre, si la température n'est pas assez basse, la force motrice de transformation est alors trop faible et la transformation peine à progresser. Si le passage par le froid est optimisé, la fraction d'austénite est inférieure à 2% après traitement.

Le vieillissement confère finalement à la martensite ainsi optimisée les propriétés mécaniques attendues. Au cours du vieillissement un peu d'austénite de réversion peut se former suivant la température appliquée. Cette phase molle joue alors un rôle important car elle améliore un peu la ductilité du matériau et contribue ainsi à l'obtention de la ténacité visée. Cette austénite de réversion se forme surtout aux joints de lattes avec une morphologie plus ou moins lamellaire.

Le traitement du MLX17 est donc différent de celui du Marval 18, car la transformation martensitique est plus difficile à obtenir, un passage par le froid est donc requis, dont l'ajustement est complexe.

Acier maraging à durcissement duplex ML340

Ce nouvel acier est destiné à remplacer le maraging 250 pour la fabrication des arbres de turbine des nouveaux moteurs aéronautiques. Sa composition est présentée dans le **tableau 4**. Le durcissement est obtenu par précipitation fine, homogène et simultanée de la phase intermétallique B₂-NiAl et du carbure M₂C au cours du vieillissement. Le chrome est dans cette nuance un élément durcissant puisqu'il est constitutif de ce carbure, ainsi que le molybdène. Le cobalt a la réputation d'en activer la précipitation. Des carbures de vanadium du type MC sont présents à la température d'austénitisation (900°C) et contribuent à limiter le grossissement des grains au cours de l'austénitisation. Cette nuance n'utilise pas le titane, très efficace en tant qu'élément durcissant via l'intermétallique η -Ni₃Ti. La présence de titane conduit à la formation de nitrures de titane au cours de l'élaboration et de la solidification. Ces nitrures dont la dimension caractéristique dépasse facilement la dizaine de μ m sont des sites privilégiés d'amorçage de rupture en fatigue. Proscrire le titane dans cette nouvelle famille d'aciers maraging contribue donc largement à un gain important de résistance à la fatigue par rapport au maraging 250. En outre, le niveau de ré-

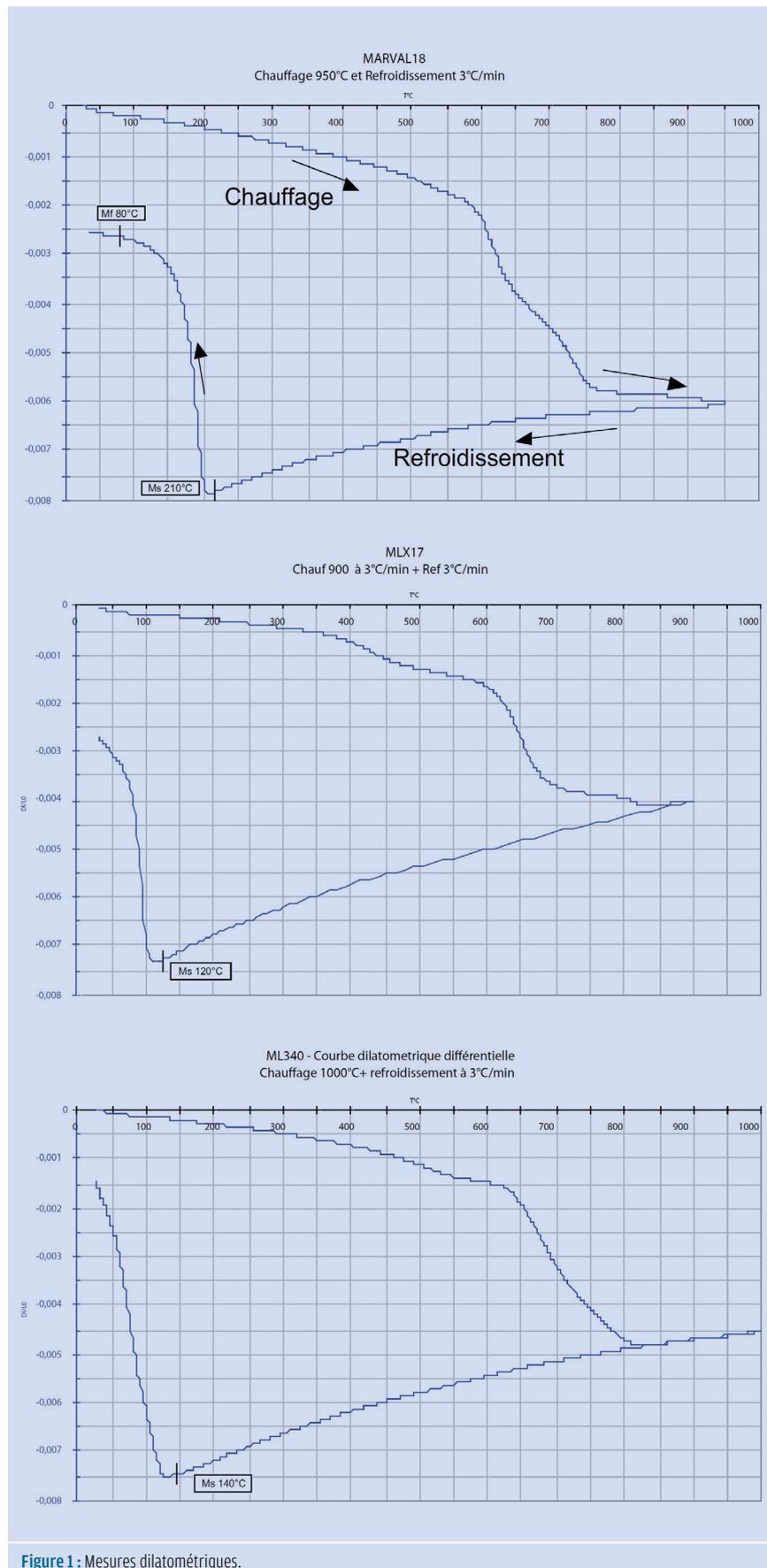


Figure 1 : Mesures dilatométriques.

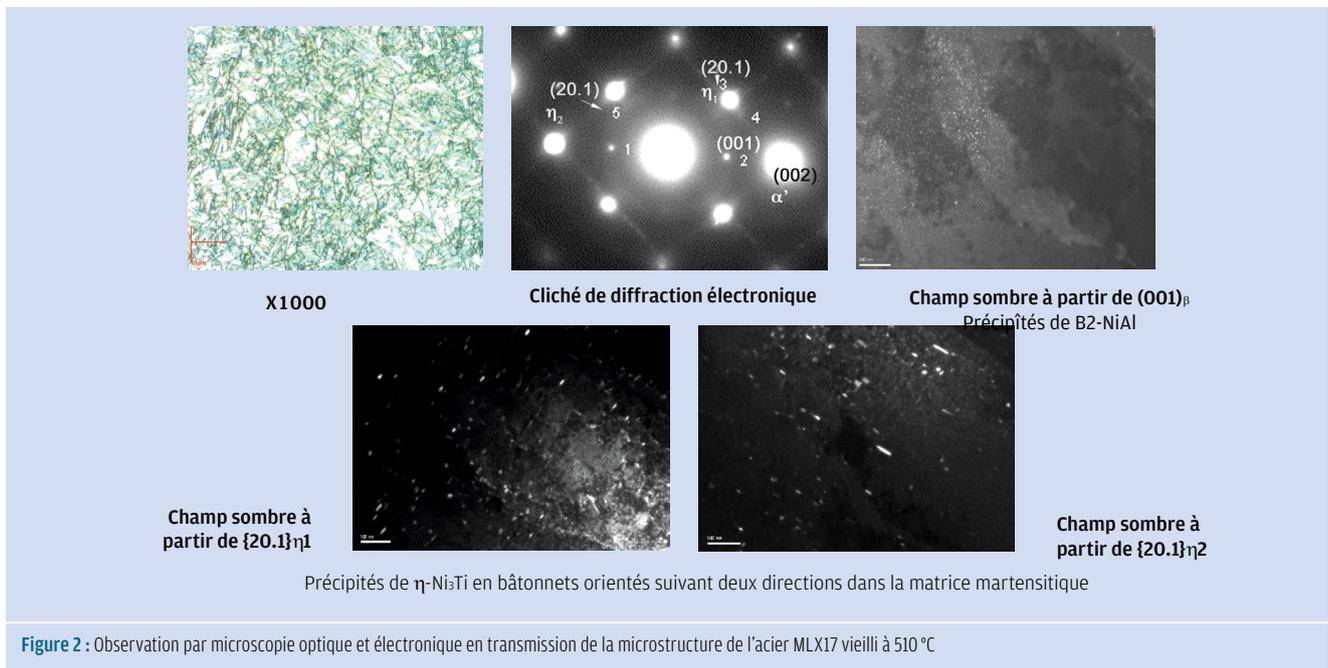


Figure 2 : Observation par microscopie optique et électronique en transmission de la microstructure de l'acier MLX17 vieilli à 510 °C

sistance mécanique atteint est nettement supérieur à ce qu'on peut obtenir avec le MARVAL 18. En effet, après vieillissement à 495 °C, la résistance mécanique atteint 2150 MPa avec une résilience couramment supérieure à 25J. Il en résulte que cet acier appliqué à la fabrication d'arbres monoblocs contribue à la conception de moteurs d'avion plus performants.

Le traitement thermique complet d'une ébauche est différent de celui du MLX17 : forgeage, puis recuit d'adoucissement, refroidissement air, usinage, puis 900°C trempe eau + passage par le froid + 200°C refroidissement air, usinage de finition, 495°C refroidissement air.

Après le forgeage, le traitement de recuit a pour fonction de rendre le métal apte à l'usinage, mais n'a pas de rôle métallurgique dans la construction de la microstructure finale. Une seule austénitisation est ensuite pratiquée. Un passage par le froid du même type que celui pratiqué sur le MLX17 est nécessaire pour transformer complètement l'austénite en martensite. Puis un traitement d'adoucissement permet de détensionner la martensite brute de trempe. Sa température est telle (200°C) qu'il produit seulement une restauration (réarrangement des dislocations et relaxation partielle des contraintes). Le vieillissement final conduit à la formation des phases durcissantes sans que l'austénite de réversion apparaisse. Comparativement aux nuances sans carbone :

- Des traitements thermiques sont indispensables pour protéger la pièce d'une rupture brutale possible si elle était

conservée un certain temps à l'état brut de trempe. Ces traitements la rendent également usinable. Ils compliquent la fabrication des pièces.

- La mise en solution est plus simple. Cela résulte du fait qu'un des éléments durcissant est le carbone. Sa vitesse de diffusion pendant l'austénitisation est telle que les fluctuations extrêmement locales de composition effectivement mises en œuvre
- sur le MARVAL 18 sont impossibles à reproduire sur cet acier. La seule précaution à prendre est d'éviter le grossissement des grains austénitiques.
- Cette nuance au carbone est beaucoup moins sujette à former de l'austénite de réversion. C'est même plutôt le contraire qui serait susceptible de se produire : si un peu d'austénite résiduelle subsiste après le passage par froid, le vieillissement va conduire à sa déstabilisation par son appauvrissement en carbone concomitant à la précipitation de carbures. Le compromis Rm / ténacité est donc déterminé par la morphologie des précipités durcissants (sous-vieillissement ou sur-vieillissement).
- Le réglage du vieillissement est plus délicat car la morphologie des carbures M2C évolue rapidement suivant la température choisie et le temps de maintien.

Conclusions

Les aciers maraging resteront des nuances incontournables pour certaines applications. Les évolutions qui se dessinent sont les suivantes :

- Substitution des aciers classiques par des nuances inoxydables quand cela s'avère nécessaire et possible.
- Développement d'aciers maraging classiques à population inclusionnaire améliorée, soit en se passant du titane, soit en gardant cet élément très durcissant mais en contrôlant la germination des nitrures en sorte de diminuer fortement leur taille moyenne.
- Développement d'aciers maraging à durcissement duplex, ce champ d'investigation est peu défriché et prometteur pour la mise au point de nuances encore plus performantes.

L'utilisation de techniques expérimentales sophistiquées (microscopie électronique en transmission, sonde atomique, diffusion des neutrons, diffusion des rayons X synchrotron...), de même l'émergence de modèles numériques de précipitation contribueront largement aux développements futurs que le marché ne manquera pas de réclamer. ■

Références

- [1] S. Floreen, The physical metallurgy of maraging steels, Metallurgical Reviews, vol. 13 (1968) pp. 115-128.
- [2] M. N. Rao, Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels, Int. J. Mat. Res. 97 (2006) 11 pp. 1594-1607.
- [3] R. Cozar, Traitement thermique du Marphy 17 pour arbres de turbines et de compresseurs de moteurs d'avions, Traitement Thermique 165-82 pp. 63-71.