

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **88420121.1**

(51) Int. Cl.4: **C 22 C 14/00**
C 22 F 1/18

(22) Date de dépôt: **13.04.88**

(30) Priorité: **16.04.87 FR 8705786**

(43) Date de publication de la demande:
19.10.88 Bulletin 88/42

(84) Etats contractants désignés:
DE ES FR GB IT NL SE

(71) Demandeur: **CEZUS Compagnie Européenne du Zirconium**
Tour Manhattan - La Défense 26, Place de l'Iris
F-92400 Courbevoie (FR)

(72) Inventeur: **Alheritiere, Edouard**
Le Mont Bisanne
F-73400 Ugine (FR)

Prandi, Bernard
938 Le Perthuiset
F-74210 Faverges (FR)

(74) Mandataire: **Séraphin, Léon et al**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 3 (FR)

(54) **Procédé de fabrication d'une pièce en alliage de titane et pièce obtenue.**

- (57) Le procédé de l'invention comprend les étapes suivantes :
- a) on élabore un lingot de composition (% en masse) :
Al 3,8 à 5,4 - Sn 1,5 à 2,5 - Zr 2,8 à 4,8 - Mo 1,5 à 4,5 - Cr < ;
2,5 et Cr+V = 1,5 à 4,5 - Fe < ; 2,0 - Si < ; 0,3 - O < ;
0,15 - Ti et impuretés: le solde.
 - b) on effectue un corroyage à chaud du lingot, comprenant un corroyage de dégrossissage, puis un corroyage final précédé d'un préchauffage dans le domaine bêta.
 - c) on effectue un traitement de mise en solution solide de l'ébauche de pièce obtenue en la maintenant à température 10 à 40°C plus faible que son "transus bêta" réel.
 - d) on effectue ensuite sur l'ébauche de pièce ou la pièce un revenu de 4 à 12 h entre 550 et 650°C.

L'invention concerne aussi le procédé et les pièces obtenues dans des conditions préférentielles, ces pièces se distinguant notamment par leur bonne résistance mécanique (R_m et $R_{p0,2}$ respectivement au moins égaux à 1200 et 1100 MPa), leur bonne ténacité et leur bonne résistance au fluage à 400°C (sous 600 MPa, allongement de 0,5 % en plus de 200 h).

Description

PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE EN ALLIAGE DE TITANE ET PIECE OBTENUE

L'invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce en alliage de titane à hautes caractéristiques, destinée par exemple à des disques de compresseurs pour systèmes de propulsions d'avions, ainsi que les pièces obtenues.

Le document FR 2 144 205 (GB 1356734) décrit un alliage de titane de composition en poids : Al 3 à 7 - Sn 1 à 3 - Zr 1 à 4 - Mo 2 à 6 - Cr 2 à 6 et jusqu'à environ 0,2 % de O, 6 % de V, 0,5 % de Si, complément Ti et impuretés.

Avec de préférence : Al 4,5 à 5,5 - Sn 1,5 à 2,5 - Zr 1,5 à 2,5 - Mo 3,5 à 4,5 - Cr 3,5 à 4,5 - et jusqu'à environ 0,12 % d'O. Les pièces forgées correspondantes ont été soumises à un double traitement thermique de la solution solide entre 730 et 870°C puis entre 675 et 815°C, suivi d'un "vieillessement thermique" ou revenu entre 595 et 650°C. L'échantillon "4" (Al 5 - Sn 2 - Zr 2 - Mo 4 - Cr 4 - O 0,08) a les caractéristiques mécaniques suivantes :

charge de rupture = 1204 MPa; limite élastique à 0,2 % = 1141 MPa; résistance à la propagation des criques = $88 \times 34,8 / \sqrt{1000} = 96,9 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$; fluage à 425°C sous 525 MPa = allongement de 0,2 % en 7,2 h et de 0,5 % en 55 h. L'allongement de rupture n'est pas indiqué. En pratique on a constaté que les pièces obtenues à partir de ce type de composition et de ce procédé présentaient souvent des ségrégations importantes, se traduisant par des pertes de ductilité et de résistance à la propagation des criques (ténacité) et par ailleurs leurs résistances au fluage ont été trouvées insuffisantes. On a déterminé notamment que les ségrégations précédentes correspondaient à des zones enrichies en Cr, causant alors une fragilisation, et qu'un abaissement de Cr conduisait à des propriétés mécaniques trop faibles.

La demanderesse a essayé d'obtenir des pièces du même type d'alliage ayant une structure régulière et sans ségrégations, et ayant des caractéristiques mécaniques à 20°C élevées ($R_m - R_{p0,2} - K_{1C}$) avec un allongement suffisant ainsi qu'une tenue au fluage à 400°C nettement améliorée.

EXPOSE DE L'INVENTION

Selon l'invention, le problème précédent est résolu au moyen de nouvelles limites de composition et d'un nouveau procédé de transformation, ces limites de composition et les conditions de corroyage à chaud et de traitement thermique étant alors indissociables.

Le premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'un alliage de titane comprenant les étapes suivantes :

a) on élabore un lingot de composition (0% en masse) :

Al 3,8 à 5,4 - Sn 1,5 à 2,5 - Zr 2,8 à 4,8 - Mo 1,5 à 4,5 - Cr inférieur ou égal à 2,5 et $\text{Cr} + \text{V} = 1,5 \text{ à } 4,5$ - Fe < ; 2,0 - Si < ; 0,3 - O < ; 0,15 - Ti et impuretés : le solde;

b) on effectue un corroyage à chaud du lingot, comprenant un corroyage de dégrossissage de ce lingot donnant une ébauche à chaud, suivi d'un corroyage final d'une portion au moins de cette ébauche précédé d'un préchauffage dans le domaine bêta, ce corroyage final donnant une ébauche de la pièce;

c) on effectue un traitement thermique de mise en solution solide de l'ébauche de pièce corroyée à chaud, en la maintenant à une température comprise entre ("transus bêta" réel - 40°C) et ("transus bêta" réel - 10°C) puis en la refroidissant à l'ambiante;

d) on effectue ensuite sur l'ébauche de la pièce ou sur la pièce obtenue à partir de cette ébauche un traitement thermique de revenu de 4 à 12 h entre 550 et 650°C.

En ce qui concerne l'étape b) l'expression "corroyage à chaud" (= "hot working" = "Warmverformung") concerne toute(s) opération(s) de déformation à chaud, consistant en ou comprenant par exemple du forgeage, du laminage, du matriçage, ou du filage (extrusion).

Les limites des teneurs en éléments d'addition ont été ajustées, en fonction des observations effectuées, de façon à fournir les caractéristiques mécaniques élevées désirées, tout en évitant des ségrégations éventuelles sur les pièces transformées. Ces intervalles de teneurs sont commentés ci-après, avec indication d'intervalles préférentiels qui peuvent être utilisés individuellement ou en combinaison quelconque. Ces intervalles préférentiels correspondent à une augmentation des caractéristiques minimales et dans le cas du fer et de l'oxygène à une sécurité accrue vis à vis des éventuelles fragilités ou manque de ductilité.

Les éléments alphas Al et Sn donnent respectivement, en combinaison avec les autres éléments d'addition, des duretés insuffisantes lorsqu'ils sont en teneurs plus faibles que les valeurs minimales choisies, et des précipitations aléatoires ou fréquentes lorsqu'ils sont en teneurs plus fortes que les valeurs maximales fixées; ils ont des teneurs préférentiellement comprises entre 4,5 et 5,4 % pour Al, et entre 1,8 et 2,5 % pour Sn.

Zr a un rôle durcisseur important, et un effet fragilisant au-dessus de 5%, la teneur en Zr est préférentiellement comprise entre 3,5 et 4,8 % et de préférence encore entre 4,1 et 4,8 %. Les trois éléments Al, Sn et Zr n'entraînent pas ensemble de fragilité, et on peut remarquer que la somme :

% Al + % Sn/3 + % Zr/6,

prise comme référence dans FR 2 144 205 vis à vis de la tendance du composé Ti_3Al à se former, est égale à 7 pour leurs teneurs maximales.

Mo, légèrement durcissant, a un effet important d'abaissement de la température de transformation de la

structure alpha-béta en une structure entièrement bêta, appelée ci-après "transus bêta". L'abaissement du "transus bêta", par exemple d'environ 40°C grâce à 4 % Mo, a une influence sur le corroyage à chaud au voisinage de cette température. Mo est de préférence compris entre 2,0 et 4,5 %. V a sensiblement le même rôle que Mo et est durcissant bêta par précipitation comme Cr, il est ajouté de façon optionnelle, (Cr + V) étant maintenu entre 1,5 et 4,5 %. Cr est limité à 2,5 % maximum vis à vis des risques de ségrégation qui, au niveau de Cr = 3,5 à 4,5 % préconisé par FR 2 144 205 (par exemple ségrégations appelées "beta flecks" enrichies en Cr + Zr), ont des effets très défavorables sur la tenue en service, et il est maintenu de préférence au-dessus de 1,5 % au bénéfice de la dureté.

Fe entraîne un durcissement par précipitation de composés intermétalliques, il est connu comme abaissant la tenue au fluage à chaud à haute température (environ 550 à 600°C) à cause de ces précipités qui entraînent ainsi une certaine fragilité. La teneur en Fe est maintenue dans tous les cas en-dessous de 2 %, et est de préférence ajustée entre 0,7 et 1,5 % car elle entraîne alors, de façon surprenante, une tenue au fluage à 400°C très améliorée, ce qui est intéressant par exemple pour les pièces utilisées dans les étages "moyenne température" (typiquement 350 à moins de 500°C) des compresseurs aéronautiques.

L'augmentation de la teneur en O augmente comme il est connu la résistance mécanique et diminue légèrement la ténacité (K_{1C}), elle est de ce fait limitée à un maximum de 0,15 % et de préférence maintenue inférieure ou égale à 0,13 %. Une faible addition de Si améliore la tenue au fluage au niveau de 500-550°C, on la limite à 0,3 % maximum dans le cadre de l'obtention d'une ductilité suffisante.

On a trouvé que des propriétés nettement supérieures étaient obtenues en terminant le corroyage à chaud par un corroyage final, par laminage ou le plus souvent par forgeage ou forgeage matriçage, précédé d'un préchauffage dans le domaine bêta, c'est-à-dire au moins commencé dans le domaine bêta.

Le rapport de corroyage "S/s" (section initiale/section finale) de ce corroyage final est de préférence supérieur ou égal à 2.

On a trouvé également, et cela va à l'encontre des habitudes, qu'il était préférable de connaître avec une bonne précision, par exemple meilleure que ± 10 à 15°C, la température de "transus bêta" réelle de l'alliage corroyé à chaud. Pour cela, on prélève typiquement des échantillons dans l'ébauche à chaud obtenue par le corroyage de dégrossissage (forgeage ou laminage) et on les porte et maintient à des températures différentes échelonnées, puis on les trempe à l'eau et on en examine les structures micrographiquement. Le "transus bêta", apprécié éventuellement par intrapolation, est la température à laquelle toute trace de phase alpha disparaît. Le "transus bêta" réel propre à l'alliage corroyé à chaud, déterminé ainsi expérimentalement, peut être très différent de la température de transus estimée par un calcul (première série d'essais).

Les conséquences de cette connaissance du "transus bêta" réel, désignée ainsi ou simplement par "transus bêta", sur le choix de la température de corroyage final bêta (étape b)) puis sur l'ajustement de la température du traitement de mise en solution solide de l'ébauche de pièce corroyée à chaud (étape d)) sont importantes : il est en effet fortement préférable pour l'obtention de la structure et des propriétés désirées d'effectuer ce traitement de mise en solution dans le haut domaine de températures alpha-béta, juste en-dessous du "transus bêta" déterminé expérimentalement ou tel qu'il pourrait être déterminé par exemple comme ci-dessus ou encore par essais de forgeage successifs suivis de trempe et d'examen des structures obtenues. Plus précisément, ce traitement de mise en solution est habituellement effectué à une température choisie entre ("transus bêta" - 40°C) et ("transus bêta" - 10°C) avec un maintien à température de durée choisie habituellement comprise entre 20 min et 2 h et le plus souvent entre 30 min et 1 h 30 min et cette mise en solution est suivie d'un refroidissement à l'ambiante à l'eau ou plus habituellement à l'air. On fait ensuite un revenu à température choisie entre 550 et 650°C, de façon à améliorer l'allongement de rupture A % et la résistance au fluage à 400°C tout en conservant une résistance mécanique et une ténacité suffisantes (R_m - $R_{p0.2}$ et K_{1C}).

Des résultats supérieurs, surtout en ce qui concerne l'allongement A % et la résistance au fluage à 400°C, ont été obtenus de façon surprenante en organisant le corroyage à chaud final, si nécessaire en espaçant davantage ses passes de déformations successives, de façon qu'il commence en bêta à température supérieure d'au moins 10°C de ce "transus bêta" et se termine en alpha-béta, tout ce travail se faisant à température proche à plus ou moins 60°C dudit "transus bêta". En pratique, on préfère commencer le corroyage à température comprise entre ("transus bêta" + 20°C) et ("transus bêta" + 40°C), et le terminer à température inférieure à "transus bêta" et au moins égale à ("transus bêta" - 50°C) ou encore mieux à température comprise entre ("transus bêta" - 10°C) et ("transus bêta" - 40°C). On obtient ainsi de façon reproductible une structure fine aiguillée du type alpha bêta, correspondant à un état d'homogénéité et de fines précipitations particulier et contribuant à l'obtention de propriétés remarquables.

Il est préférable d'effectuer au moins la fin du corroyage de dégrossissage à chaud du lingot, avant le corroyage à chaud final qui vient d'être décrit, en alpha-béta entre ("transus bêta" - 100°C) et ("transus bêta" - 20°C). On obtient ainsi un meilleur affinage préalable de la microstructure, avec un effet favorable sur la qualité des pièces obtenues en final. La température de fin du corroyage à chaud qui est considérée ici est la température à coeur du produit, appréciée par exemple par étude préalable des microstructures obtenues en faisant varier les conditions de corroyage à chaud final.

Enfin, dans le cas où le corroyage à chaud final est effectué de la façon préférée, les durées et températures de revenu sont typiquement choisies entre 6 et 10 h et entre 570 et 640°C.

L'invention a pour deuxième objet le procédé de transformation d'une pièce en alliage de titane, typiquement pour emplois à température ne dépassant pas 500°C, correspondant aux conditions

préférentielles ci-dessus décrites, avec Fe = 0,7 à 1,5 %, Zr = 3,5 à 4,8 % et de préférence 4,1 à 4,8 %, la fin au moins du corroyage de dégrossissage comprenant un forgeage à température comprise entre ("transus bêta" - 100°C) et ("transus bêta" - 20°C), ce forgeage produisant un corroyage d'au moins 1,5 et le revenu étant typiquement de 6 h à 10 h entre 580 et 630°C.

- 5 L'invention a aussi pour troisième objet les pièces remarquables obtenues avec le procédé précédent, deuxième objet de l'invention, avec Zr = 3,5 à 4,8 % et les propriétés mécaniques suivantes :
 $R_m \geq 1200 \text{ MPa}$ - $R_{p0,2} \geq 1100 \text{ MPa}$ - $A \% \geq 5$ - ténacité (= résistance à la propagation des criques) K_{IC} à 20°C $\geq 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ - fluage à 400°C sous 600 MPa : 0,5 % en plus de 200 h.

Les avantages du procédé de l'invention sont les suivants :

- 10 - obtention de façon reproductible d'une structure fine aiguillée, sans ségrégations d'aucune sorte;
 - élimination des risques de fragilité;
 - obtention simultanée de toutes les caractéristiques souhaitées : structure et caractéristiques mécaniques précédentes.

15 ESSAIS

Première série d'essais (Tableaux 1 à 6)

On a élaboré six lingots A-D-E-H-J-K dans un four à électrode consommable, par double fusion, les compositions obtenues sont données par le Tableau 1.

- 20 Chaque lingot a subi un premier dégrossissage en bêta à 1050°C/1100°C du diamètre initial $\varnothing 200 \text{ mm}$ au carré $\nabla 80 \text{ mm}$. Puis, pour une portion de chacun, un deuxième dégrossissage d'affinage de la structure en alpha-bêta par forgeage en méplat de 70x30 mm, à température (température du préchauffage) égale à 50°C de moins que la température du transus estimée pour chacun des six alliages (Tableau 2). Cette estimation était faite par une règle d'approche interne tenant compte des teneurs en éléments d'addition.

- 25 On a ensuite soumis les échantillons prélevés à ce stade à des chauffages de 30 min à des températures différentes échelonnées de 10 en 10°C, suivis chacun d'une trempe à l'eau, et on en a examiné les structures micrographiques. On a ainsi déterminé pour chaque alliage corroyé à chaud la température de disparition de la phase alpha ou "transus bêta" réel (Tableau 2).

- 30 La température de deuxième dégrossissage en alpha-bêta allait en fait selon l'alliage de ("transus bêta" - 170°C) (repère H) à ("transus bêta" - 40°C) (repère E) ou ("transus bêta" - 60°C) (repère K).

On a préparé alors trois variantes correspondant à des gammes différentes de transformation et traitement thermique et on en a mesuré les caractéristiques mécaniques, selon les directions longitudinale (L) et éventuellement transversale (T):

- 35 **1° gamme (tableau 3)** : après le forgeage alpha-bêta précédent constituant alors le forgeage final, mise en solution 1 h à ("transus bêta" - 50°C) (Tableau 2) et mesure des caractéristiques mécaniques à l'ambiante dans l'état obtenu; essais de fluage en traction sous 600 MPa à 400°C après revenu complémentaire de 8 h à température indiquée pour chaque alliage dans le Tableau 2.

- 40 **2° gamme (Tableau 4)** : on a repris des portions des carrés de 80 mm, sauf le carré H, issus du premier dégrossissage en bêta, et on leur a appliqué un deuxième dégrossissage en alpha-bêta en carré $\nabla 65 \text{ mm}$, à température ajustée à 50°C de moins que le "transus bêta" réel déterminé précédemment (Tableau 2).

- Puis on a effectué sur ce carré un forgeage final en plat de 70x30 mm en partant d'un état préchauffé 30 min à ("transus bêta" + 10°C) et en terminant en alpha-bêta, des structures aiguillées fines alpha-bêta étant obtenues. On a ensuite soumis les pièces à une mise en solution 1 h à "transus bêta" réel - 30°C (Tableau 2) comme dans la 1ère gamme et un revenu de 8 h soit à 550°C (A2), soit à 500°C (D2-E2-J2-K2). Les caractéristiques mécaniques à 20°C et la résistance au fluage à 400°C sont mesurées dans cet état revenu.

- 45 **3° gamme (Tableau 5)** : on a appliqué à une portion des plats de 70x30 mm obtenus dans la deuxième gamme un forgeage final supplémentaire à 60x30 mm en partant de ("transus bêta" + 30°C) et en terminant aussi en alpha-bêta (on a observé micrographiquement des structures aiguillées avec liserés de phase alpha).

- 50 On a ensuite effectué, pour chacun des alliages, les mêmes traitements thermiques (mise en solution puis revenu) que dans la deuxième gamme.

L'étude de ces résultats entraîne les commentaires suivants :

- les classements des alliages respectivement en résistance mécanique et en tenue au fluage en traction à 400°C sont les suivants, pour les 1° et 2° gammes :

Tableau 6

	R_m et $R_{p0,2}$	durée fluage pour 0,5 % d'allongement	
1° gamme	J1-A1-D1-K1-H1-E1	K1-E1-D1-J1-A1-H1	5
2° gamme	D2-J2-E2-K2-A2	J2-K2-A2-D2-E2	10

Ces classements sont très différents pour les deux gammes. Les échantillons de la 1° gamme ont un forgeage final à plus basse température que les échantillons de la 2° gamme, et en outre ce forgeage a été effectué à température décalée de façon variable par rapport au "transus bêta" réel de l'alliage : par exemple 110°C de moins que ce transus pour A1, et 40°C de moins pour E1.

- K est un témoin centré dans l'analyse préconisée par FR 2 144 205 -H est un autre témoin sans Sn et sans Zr, qui donne dans cette première série une résistance mécanique et une tenue au fluage insuffisantes.

- la comparaison des résultats des 1° et 2° gammes montre l'importance d'un forgeage final débutant en bêta. La comparaison des résultats des 2° et 3° gammes montre que l'accroissement de la température de début de ce forgeage final au-dessus du "transus bêta", entraînant ici une meilleure homogénéisation au préchauffage et une proportion plus grande du corroyage final dans le domaine bêta, cause une augmentation notable de la résistance mécanique, avec par conséquent la possibilité d'obtenir un compromis de caractéristiques plus intéressant après ajustement des conditions de revenu. Ceci montre aussi l'importance d'un réglage précis de la température de forgeage final par rapport au "transus bêta" réel de l'alliage.

- les alliages D, J et E paraissent particulièrement intéressants (résistance mécanique et tenue au fluage observées pour la 2° gamme), sous réserve d'un réglage au-dessus de 550°C de la température de revenu. Les deux premiers contiennent respectivement 2, 1 et 1,9 % de fer.

Deuxième série d'essais (Tableaux 7 à 9)

On a élaboré de nouveaux lingots, avec des teneurs en Al proches de 5 % et des teneurs en Zr plus élevées que dans la première série d'essais. Les compositions des cinq lingots choisis dans cet exemple sont données par le Tableau 7. Seul un lingot repéré FB contient du fer, à la teneur de 1,1 %.

Chaque lingot a subi d'abord un premier dégrossissage à la presse en bêta à 1050°C du diamètre initial Ø 200 mm au carré 40 mm.

On a déterminé les "transus bêta" réels des cinq alliages à ce stade, selon la méthode décrite pour la 1ère série d'essais.

Les carrés de 140 mm ont ensuite été forgés en carrés de 80 mm à partir d'un préchauffage à ("transus bêta" - 50°C) puis repris en forgeage final en plat de 70x30 mm en partant de ("transus bêta" réel + 30°C). D'après les structures obtenues, la fin de ce forgeage était en alpha-bêta, à plus de ("transus bêta" - 80°C), pour tous les alliages sauf pour KB. On a observé en effet en micrographie de KB une structure tout bêta, avec contours des grains bêta non modifiés.

Après le forgeage final, les ébauches corroyées à chaud obtenues ont été traitées thermiquement : mise en solution 1 h à ("transus bêta" de l'alliage - 30°C) suivie d'un refroidissement à l'air, puis revenu de 8 h à température (Tableau 8) choisie par une procédure spéciale.

Cette procédure consistait en des traitements de petits échantillons à des températures échelonnées, suivis de mesures de microdureté H_v 30 g et du tracé de la courbe de dureté en fonction de la température de traitement, la température choisie pour le revenu correspondant alors au minimum de dureté + 10 %.

Les températures de forgeage final et des traitements thermiques sont rassemblées dans le Tableau 8. Les résultats des essais mécaniques figurent dans le Tableau 9.

L'alliage KB a un allongement A % catastrophique, ce qui montre l'importance de terminer le forgeage final en alpha-bêta (structure aiguillée avec liserés alpha), pour avoir une ductilité suffisante. Cet alliage pourrait présenter de l'intérêt si son forgeage final avait été ralenti de façon à se terminer en alpha-bêta.

Parmi les échantillons obtenus, FB et GB présentent les meilleurs compromis des diverses propriétés y compris A % et la résistance au fluage à 400°C. FB qui est le meilleur des deux, spécialement en fluage (38 h pour 0,5 % d'allongement) contient 5,4 % d'Al - 4,2 % de Zr et 1,1 % de Fe. AB2 présente sur micrographie des ségrégations ("bêta flecks") liées à sa teneur de 4,1 % en Cr, ce qui fait préférer des teneurs en Cr au plus égales à 2,5 %, sans que cette condition empêche d'obtenir de bonnes propriétés (résultats de FB).

TABLEAU 1 - COMPOSITIONS (1° série d'essais)

Rep.	ANALYSE (% en masse)									
	Al	Sn	Zr	Mo	Cr	V	Cr+V	Fe	Si	O
A	4,27	2,13	3,21	2,04	<0,01	4,3	4,3	2,15	<0,01	0,125
D	4,33	2,12	3,11	4,11	<0,01	4,26	4,26	2,13	"	0,126
E	3,96	2,00	3,14	4,05	4,28	4,00	8,28	<0,01	"	0,101
H	4,05	0	0	3,99	<0,01	3,91	5,94	2,03	"	0,124
J	4,09	2,00	2,94	3,95	1,99	<0,01	1,99	1,91	"	0,119
K	3,81	1,93	3,10	3,79	4,28	<0,01	4,28	<0,01	"	0,106

TABLEAU 2 - 1° série d'essais : température de transus et température de forgeage et de traitements thermiques de la 1° gamme (°C)

Rep.	Transus béta estimé —	"transus béta" réel (d'après essais)	1° GAMME		
			Forgeage alpha-béta	Mise en solution	Revenu de 8h, avant essai
A	840	900	790	850	630
D	810	880	760	830	610
E	810	800	760	750	530
H	760	880	710	830	610
J	810	900	750	850	630
K	830	840	780	790	570

TABLEAU 3 - Caractéristiques mécaniques - 1^o série d'essais, 1^o gamme

Repère et n ^o de gamme	Observations sur transformation	Masse spécifique (g/cm ³)	Sens	Caractéristiques mécaniques à 20 °C				Temps de fluage 400°C-600 MPa (h) après revenu	
				Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A%	KIC (MPa.Vm)	pour 0,2 %	pour 0,5 %
A1	Forgeage alpha- béta (tableau 2)	4,688	L T	1295 1386	1210 1324	14 6	66 64	49	22
D1	puis mise en solution 1 h à ("transus béta" - 50°C) et R.air	4,741	L T	1167 1166	1125 1156	8 5	60 40	21,2	96,5
E1		4,633	L T	1023 1080	1000 1070	15 10	74 85	25,7	134
H1		4,633	L T	1092 1181	1069 1164	9 11	87 83	-	4
J1	Revenu (tableau 2)	4,742	L T	1386 1460	1317 1417	7 7	56 49	16,2	80
K1	seulement avant test de fluage	4,622	L T	1126 1120	1066 1100	8 8	90 68	21,7	139

TABLEAU 4 - Caractéristiques mécaniques - 1^o série d'essais, 2^o gamme

Repère et n ^o de gamme	Observations sur transformation	Sens	Caractéristiques mécaniques à 20°C			Fluage 400°C 600 MPa (h)	
			R _m (MPa)	R _{p0,2} (MPa)	A %	0,2 %	0,5 %
A2	forgeage final de ("transus bêta" + 10°C) à alpha-bêta, mise en solution 1h à ("transus bêta" - 30°C) et R.Air, et revenu 8 h à 550°C (A2) ou 500°C (D2 à K2)	L	1206	1113	9,3	20,7	137
D2		L	1651	1595	1,4	12	89,4
E2		L	1486	1433	4,5	21,6	112
J2		L	1580	1504	0,6	18,8	279
K2		L	1286	1158	6	67,5	144

TABLEAU 5 - Caractéristiques mécaniques : 1^o série d'essais, 3^o gamme

Repère	Observations sur transformation	Sens	Caractéristiques mécaniques à 20°C		
			Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A %
A3	forgeage final de ("transus bêta" + 30°C) à alpha-bêta, mise en solution 1h à ("transus bêta" - 30°C) et R.Air, et revenu 8h à 550°C (A3) ou 500°C (D3 à K3)	L	rupture en cours de mise en traction		
D3		L	1716	1665	0,50
E3		L	1530	1438	1,66
J3		L	rupture en cours de mise en traction		
K3		L	1390	1224	5,00

TABLEAU 7 - Compositions (2° série d'essais)

Rep.	Analyse (% en masse)									
	Al	Sn	Zr	Mo	Cr	V	Cr+V	Fe	Si	O
AB2	5,2	2,0	3,9	3,9	4,1	<0,01	4,1	<0,01	<0,01	0,073
CB	4,7	1,7	3,7	1,8	2,0	2,0	4,0	<0,01	"	0,068
FB	5,4	2,0	4,2	4,0	2,1	<0,01	2,1	1,1	"	0,072
GB	4,6	2,0	3,7	3,5	1,9	1,8	3,7	<0,01	"	0,071
KB	5,5	2,9	5,0	4,2	4,2	4,1	8,3	<0,01	"	0,082

TABLEAU 8 - 2° série d'essais : "transus bêta" réels, températures de forgeage final et des traitements thermiques (°C)

	AB2	CB	FB	GB	KB
"Transus bêta" réel	870	900	880	870	880
Début forgeage final (="tr.bêta" + 30°C)	900	930	910	900	910
Fin forgeage final	<870	<900	<880	<870	bêta
Mise en solution (="transus bêta" + 30°C)	840	870	850	840	850
Revenu	600	560	620	580	600

TABLEAU 9 - Caractéristiques mécaniques : 2° série d'essais

Rep.	Observations sur transformation	Sens	Caractéristiques mécaniques à 20°C				Fluage 400°C 600 MPa (h)	
			Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A %	K1C (MPa.√m)	0,2 %	0,5 %
AB2	après forgeage alpha-béta, forgeage final de ("transus bêta" + 30°C) à alpha-béta (sauf pour KB), mise en solution 1h à ("transus bêta" - 30°C) et R.Air, et revenu 8h à température choisie entre 560 et 620°C (voir tableau 7)	L	1348	1280	4,4	57	22	155
		T	1361	1299	0,4	41		
CB		L	1119	1026	7,6	80	27	182
		T	1177	1059	5,2	75		
FB		L	1297	1206	6,9	51	48,5	384
		T	1374	1294	1,2	38		
GB		L	1215	1111	8,4	74	25	243
		T	1233	1125	1,5	55		
KB		L	1328	1235	3,6	26	201	(0,285% en 313h)
		T	1347	1275	0,9			

Revendications

5

1. Procédé de fabrication d'une pièce en alliage de titane comprenant les étapes suivantes :

a) on élabore un lingot de composition (% en masse) :

10 Al 3,8 à 5,4 - Sn 1,5 à 2,5 - Zr 2,8 à 4,8 - Mo 1,5 à 4,5 - Cr inférieur ou égal à 2,5 et $Cr+V = 1,5$ à 4,5 - Fe < 2,0 - Si < 0,3 - O < 0,15 Ti et impuretés : le solde;

b) on effectue un corroyage à chaud du lingot, comprenant un corroyage de dégrossissage de ce lingot donnant une ébauche à chaud, suivi d'un corroyage final d'une portion au moins de cette ébauche précédé d'un préchauffage dans le domaine bêta, ce corroyage final donnant une ébauche de pièce;

15 c) on effectue un traitement thermique de mise en solution solide de l'ébauche de pièce corroyée à chaud, en la maintenant à température comprise entre ("transus bêta" réel - 40°C) et ("transus bêta" réel - 10°C) puis en la refroidissant à l'ambiante;

d) on effectue ensuite sur l'ébauche de pièce ou sur la pièce obtenue à partir de cette ébauche un traitement thermique de revenu de 4 h à 12 h entre 550 et 650°C.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, au plus tard avant l'étape c), on détermine expérimentalement le "transus bêta" réel de l'alliage corroyé à chaud à partir d'échantillons prélevés au cours du ou après le corroyage à chaud.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que Al = 4,5 à 5,4 - Sn = 1,8 à 2,5 et Zr = 3,5 à 4,8.

25 4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel Zr = 4,1 à 4,8.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 3 ou 4, caractérisé en ce que Mo = 2,0 à 4,5 et Cr = 1,5 à 2,5.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que Fe $\leq$ 1,5.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que O = 0,07 à 0,13.

30 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 3 à 7, caractérisé en ce que Fe = 0,7 à 1,5.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que on commence le corroyage à chaud final de l'ébauche ou portion d'ébauche en le commençant à température supérieure d'au moins 10°C au "transus bêta" réel et en le terminant à température inférieure à ce "transus bêta", tout ce corroyage se faisant à plus ou moins 60°C dudit "transus bêta".

35 10. Procédé selon la revendication 9 caractérisé en ce qu'on effectue le corroyage à chaud final de l'ébauche ou portion d'ébauche en le commençant à une température comprise entre ("transus bêta" réel + 20°C) et ("transus bêta" réel + 40°C) et en le terminant à température inférieure à "transus bêta" et au moins égale à ("transus bêta" réel - 50°C).

40 11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que on termine le corroyage à chaud final à température comprise entre ("transus bêta" réel - 10°C) et ("transus bêta" réel - 40°C).

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'on effectue au moins la fin du corroyage de dégrossissage du lingot à température comprise entre ("transus bêta" réel - 100°C) et ("transus bêta" réel - 20°C).

45 13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'on effectue sur l'ébauche de pièce ou sur la pièce obtenue à partir de cette ébauche un revenu de 6 à 10 h entre 570 et 640°C.

14. Procédé de fabrication d'une pièce en alliage de titane comprenant les étapes suivantes :

a1) on élabore un lingot de composition (% en masse) :

50 Al 4,5 à 5,4 - Sn 1,8 à 2,5 - Zr 3,5 à 4,8 - Mo 2,0 à 4,5 - Cr 1,5 à 2,5 - et $Cr+V = 1,5$ à 4,5 - Fe 0,7 à 1,5 - O 0,07 à 0,13 - Ti et impuretés : le solde;

b1) on effectue un corroyage de dégrossissage du lingot donnant une ébauche à chaud finale, dont la fin au moins comprend un forgeage à température comprise entre ("transus bêta" réel - 100°C) et ("transus bêta" réel - 20°C), le taux de corroyage de ce forgeage étant au minimum de 1,5;

55 c1) on détermine expérimentalement ladite température "transus bêta" réel de l'alliage corroyé à chaud, à partir d'échantillons prélevés sur cette ébauche à chaud forgée;

d1) on effectue un corroyage final de cette ébauche par forgeage et/ou matriçage commençant à une température comprise entre ("transus bêta" réel + 20°C) et ("transus bêta" réel + 40°C) et en le terminant à température comprise entre ("transus bêta" réel - 40°C) et ("transus bêta" réel - 10°C);

60 e1) on effectue un traitement thermique de mise en solution solide de l'ébauche de pièce corroyée à chaud ainsi obtenue, en la maintenant à température comprise entre ("transus bêta" réel - 40°C) et ("transus bêta" réel - 10°C) puis en la refroidissant à l'ambiante;

f1) on effectue ensuite sur l'ébauche de la pièce ou sur la pièce obtenue à partir de cette ébauche un traitement thermique de revenu de 6 h à 10 h à température comprise entre 580 et 630°C.

65 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que Zr = 4,1 à 4,6.

16. Pièce en alliage de titane ayant la structure et les caractéristiques mécaniques suivantes :

A) structure fine et régulière alpha-béta;

B) composition (% en masse) :

Al 4,5 à 5,4 - Sn 1,8 à 2,5 - Zr 3,5 à 4,8 - Mo 2,0 à 4,5 - Cr 1,5 à 2,5 - Cr+V = 1,5 à 4,5 - Fe 0,7 à 1,5 - O 0,07 à 0,13 - Ti et impuretés : le solde.

C) $R_m \geq 1200 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} \geq 1000 \text{ MPa}$

$A \% \geq 5$

$K_{IC} \text{ à } 20^\circ \text{C} \geq 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

fluage à 400°C sous 600 MPa : 0,5 % en plus de 200 h.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 88 42 0121

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
D,A	FR-A-2 144 205 (GENERAL ELECTRIC CO.) * Revendications 1,2 * ---	1	C 22 C 14/00 C 22 F 1/18
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 10, no. 128 (C-345)[2185], 13 mai 1986; & JP-A-60 251 240 (KAGAKUGIJUTSUCHO KINZOKU ZAIRYO KENKYUSHO) 11-12-1985 ---	1	
A	BE-A- 552 544 (WILLIAM JESSOP AND SONS LTD) * Revendications 2,3 * ---	1	
A	US-A-4 309 226 (C.C. CHEN) * Revendications 1,2 * ---	1	
A	CH-A- 538 898 (N.A. GREKOV et al.) * Revendications 1-3 * -----	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 22 C C 22 F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 07-07-1988	Examineur RIES R
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			