

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 863 219 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
09.09.1998 Bulletin 1998/37

(51) Int Cl.⁶: **C22C 14/00**

(21) Numéro de dépôt: **98400474.7**

(22) Date de dépôt: **27.02.1998**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **05.03.1997 FR 9702625**

(71) Demandeur: **ONERA (Office National d'Etudes et
de Recherches Aéronautiques)**
92320 Châtillon (FR)

(72) Inventeurs:

- **Thomas, Marc**
92350 Le Plessis Robinson (FR)
- **Marty, Michel**
78530 Buc (FR)
- **Naka, Shigehisa**
78350 Jouy en Josas (FR)

(74) Mandataire: **Rousset, Jean-Claude**
Cabinet Netter
40, rue Vignon
75009 Paris (FR)

(54) **Aluminiure de titane utilisable à température élevée**

(57) Alliage du type Ti_2AlX , composé au moins pour l'essentiel des éléments Ti, Al, Nb, Ta et Mo, et dans lequel les quantités relatives en atomes desdits éléments et du silicium sont sensiblement comprises dans les intervalles suivants:

Cet alliage présente des propriétés supérieures à celles des alliages de titane connus.

Al	20 à 25 %
Nb	10 à 14 %
Ta	1,4 à 5 %
Mo	2 à 4 %
Si	0 à 0,5 %
Ti	complément à 100 %.

EP 0 863 219 A1

Description

L'invention concerne les alliages formés en majeure partie de titane et d'aluminium, couramment appelés aluminures de titane.

Les alliages de titane sont utilisés largement dans les moteurs à turbine à gaz, mais leurs applications restent limitées en raison des températures d'utilisation qui ne doivent pas dépasser 600 °C, car au-delà de cette température leur résistance mécanique diminue rapidement. Au cours des vingt dernières années, un certain nombre de recherches ont eu pour objectif de développer des alliages de titane utilisables à des températures plus élevées grâce à une structure ordonnée qui leur confère une résistance accrue. Ces nouveaux alliages appelés aluminures de titane sont principalement du type Ti_3Al (phase ordonnée α_2) et du type $TiAl$ (phase ordonnée γ). Une autre ambition de ces recherches était de pouvoir aussi remplacer, au moins partiellement, les superalliages de nickel, ce qui se traduirait par une réduction importante en masse des moteurs pour les parties utilisées à des températures au-delà desquelles les alliages de titane sont utilisables. Les principales applications visées par ces nouveaux alliages concernent le compresseur HP dans les turbomachines. De plus, en pouvant utiliser une température plus élevée, le compresseur peut fonctionner avec un meilleur rendement, ce qui a une incidence favorable sur la baisse de la consommation spécifique.

Les travaux ont porté notamment sur des aluminures de titane du type Ti_3Al , caractérisés par une structure biphasée α_2 (hexagonale ordonnée) + β (cubique). Dans ces alliages, l'aluminium a tendance à stabiliser la phase α_2 , tandis que d'autres éléments qui peuvent être présents, notamment le niobium, le vanadium, le molybdène et le tantale, ont tendance à stabiliser la phase β .

US-A-4 292 077 étudie l'influence de la composition d'alliages ternaires Ti-Al-Nb sur leurs caractéristiques d'utilisation, et propose un alliage appelé α_2 contenant 24 % d'aluminium et 11 % de niobium (Ti-24Al-11Nb selon la notation utilisée dans la suite; toutes les concentrations sont données ici en atomes, sauf indication contraire) comme offrant le meilleur compromis entre la résistance au fluage à température élevée, favorisée par l'aluminium, et la ductilité, favorisée par le niobium. Selon les Inventeurs du Brevet précité, le niobium peut être remplacé par du vanadium à hauteur de 4 %, ce qui permet d'alléger les alliages tout en conservant le même niveau de propriétés mécaniques, voire même en l'améliorant.

Il a également été proposé d'améliorer le compromis résistance - ductilité en introduisant à la fois du molybdène et du vanadium, le premier de ces constituants augmentant à la fois la résistance à la traction et au fluage par rapport à l'alliage α_2 , et le second permettant de préserver la ductilité et d'alléger l'alliage. Ainsi, US-A-4 716 020 définit un alliage appelé Super α_2 contenant 25 % d'aluminium, 10 % de niobium, 3 % de vanadium et 1 % de molybdène. Cet alliage présente cependant l'inconvénient majeur d'une faible ténacité. En outre, il se caractérise par certaines instabilités structurales qui lui font perdre sa ductilité lorsqu'il est soumis pendant plusieurs centaines d'heures à une température comprise dans l'intervalle 565-675 °C. US-A-4 788 035 propose de réduire la quantité de niobium et d'introduire du tantale, notamment avec la composition Ti-23Al-7Ta-3Nb-1V, ce qui conduit à une résistance au fluage particulièrement intéressante. Cependant, aucune indication n'est donnée quant à la ductilité à température ambiante.

Aucun des alliages ci-dessus ne possède une combinaison de résistance et de ductilité à chaud comme à froid, et de résistance au fluage, suffisante pour permettre son utilisation dans des turbines à gaz.

US-A-5 032 357 décrit des alliages ayant une teneur en niobium supérieure à 18 % et possédant une phase orthorhombique appelée O, phase ordonnée correspondant aux composés intermétalliques Ti_2AlNb . Dans cette phase, un site cristallographique est occupé exclusivement par Nb, au lieu de l'être indifféremment par Ti et par Nb dans la phase α_2 .

La phase O a été observée sur une large plage de compositions atomiques allant de Ti-25Al-12,5Nb à Ti-25Al-30Nb. Pour les teneurs inférieures en Al (entre 20 et 24 %), les alliages sont biphasés β_0 +O et possèdent des microstructures similaires à celles des alliages β + α_2 , bien qu'elles soient généralement plus fines en raison des cinétiques de transformation plus lentes. La phase β_0 correspond ici à la structure ordonnée de type B2 de la phase β . Les alliages orthorhombiques se divisent donc en deux groupes: les alliages monophasés O qui sont proches de la composition Ti_2AlNb , et les alliages biphasés β_0 +O qui sont sous-stoechiométriques en aluminium. La catégorie des alliages monophasés O tels que l'alliage Ti-24,5Al-23,5Nb se caractérise par une résistance accrue en fluage. La catégorie des alliages biphasés β_0 +O tels que l'alliage Ti-22Al-27Nb s'illustre plus particulièrement par leur haute résistance tout en conservant une ductilité raisonnable. En conséquence, suivant un critère de priorité au fluage ou de priorité à la résistance mécanique, on a préconisé l'utilisation des deux alliages Ti-24,5Al-23,5Nb (O) et Ti-22Al-27Nb (β_0 +O).

US-A-5 205 984 propose par ailleurs de substituer partiellement l'élément vanadium au niobium pour cette nouvelle catégorie d'alliages orthorhombiques. Les alliages quaternaires obtenus ne semblent pas présenter d'intérêt particulier par rapport aux alliages ternaires, compte tenu notamment de l'influence néfaste connue par ailleurs du vanadium sur la tenue à l'oxydation.

Il s'avère que les alliages orthorhombiques ternaires présentent des caractéristiques physiques et mécaniques qui peuvent limiter leur développement industriel, telles qu'une densité assez élevée (5,3) en raison de la forte teneur

en niobium. En outre, ces alliages subissent une perte accusée de résistance par recuit prolongé. Une augmentation de la durée de recuit de 1 à 4 heures à 815 °C ou bien l'utilisation d'un second recuit de 100 heures à 760 °C fait perdre 300 MPa de limite élastique à l'alliage Ti-22Al-27Nb. Enfin, le compromis est difficile à trouver entre la ductilité à froid et la résistance au fluage, que ce soit en agissant sur la composition de l'alliage ou sur les traitements thermiques à lui appliquer.

Un but de la présente invention est de réaliser des aluminiums de titane qui possèdent des résistances spécifiques en traction et fluage supérieures à celles des précédents alliages des catégories Ti_3Al et Ti_2AlNb , qui sont utilisables à des températures supérieures à 650 °C et qui ont une ductilité satisfaisante à 20 °C.

Un autre but de la présente invention est de fournir un alliage du type Ti_2AlX qui possède une excellente combinaison de résistance à la traction et au fluage jusqu'à 650 °C, et qui dans le même temps présente une déformabilité importante à 20 °C pour permettre sa fabrication et son utilisation.

Ces buts sont atteints d'une part grâce à des domaines étroits de compositions d'alliages, d'autre part grâce à un procédé de transformation permettant de tirer le meilleur parti de ces compositions d'alliages.

L'invention vise notamment un alliage du type Ti_2AlX , composé au moins pour l'essentiel des éléments Ti, Al, Nb, Ta et Mo, et dans lequel les quantités relatives en atomes desdits éléments et du silicium sont sensiblement comprises dans les intervalles suivants:

Al	20 à 25 %
Nb	10 à 14 %
Ta	1,4 à 5 %
Mo	2 à 4 %
Si	0 à 0,5 %
Ti	complément à 100 %.

Outre les éléments Ti, Al, Nb, Ta, Mo et Si, l'alliage selon l'invention peut contenir d'autres éléments tels que Fe, à de faibles concentrations, de préférence inférieures à 1 %.

Des caractéristiques optionnelles de l'alliage selon l'invention, complémentaires ou alternatives, sont énoncées ci-après:

- Il contient 21 à 32 % d'équivalent niobium en atomes. On obtient l'équivalent niobium en ajoutant à la quantité de niobium les quantités des autres éléments de l'alliage favorisant la phase β , affectées d'un coefficient correspondant au pouvoir β -gène des éléments considérés par rapport au niobium. Ainsi, Ta et Mo ayant respectivement des pouvoirs β -gènes égal à et triple de celui du niobium, 1 % de Ta et 1 % de Mo représentent respectivement 1 % et 3 % d'équivalent niobium.
- Lesdites quantités relatives sont sensiblement comprises dans les intervalles suivants:

Al	21 à 23 %
Nb	12 à 14 %
Ta	4 à 5 %
Mo	3 %
Ti	complément à 100 %.

- Lesdites quantités relatives sont sensiblement les suivantes:

Al	22 %
Nb	13 %
Ta	5 %
Mo	3 %
Ti	57 %.

L'invention a également pour objet un procédé de transformation d'un alliage tel que défini ci-dessus, comprenant un traitement par filage à une température propre à produire une structure monophasée résistante en fluage, suivi

d'un recuit d'au moins quatre heures dans l'intervalle de 800 à 920 °C pour produire une structure biphasée stable $\beta_0 + O$ favorable pour la ductilité. Il faut signaler qu'une opération de filage crée un échauffement adiabatique d'environ 50°C. Ainsi, la température propre à produire la structure monophasée est au moins égale à la température de transus de l'alliage abaissée d'environ 50°C correspondant à cet échauffement adiabatique.

Dans le procédé selon l'invention, le traitement de filage peut être précédé d'un traitement de forgeage isotherme à une température inférieure à la température de transus β de l'alliage.

L'invention vise encore une pièce de turbomachine réalisée en un alliage tel que défini ci-dessus, le cas échéant transformé par le procédé tel que défini ci-dessus.

Les caractéristiques et avantages de l'invention seront exposés plus en détail dans la description ci-après, en se référant aux dessins annexés, sur lesquels les figures 1 et 2 sont des diagrammes comparant les propriétés des alliages selon l'invention à celles d'alliages connus.

Les exemples ci-après comportent la réalisation d'alliages coulés par fusion à l'arc ou par lévitation sous forme de petits lingotins de 200 g ou de lingots de 1,6 kg.

Exemple 1

Cet exemple porte sur l'alliage connu Ti-22Al-27Nb mentionné ci-dessus et vise à évaluer les effets de différents types de traitements thermomécaniques.

Pour cet alliage, le transus a été déterminé métallographiquement à 1040 °C. Deux types de traitements thermomécaniques ont été comparés sur cet alliage. Le premier comprend un forgeage isotherme à une température de 980 °C avec un taux de réduction d'épaisseur de 85 %. Le second comprend un filage à une température de 1100 °C avec un rapport de filage de 1:9. Dans le cas du forgeage isotherme, on a utilisé des conditions de traitements thermiques préconisés dans la littérature, à savoir en premier lieu une mise en solution dans le domaine monophasé B2, en l'occurrence à 1065 °C, suivi d'un refroidissement à l'air tempéré à la vitesse de 9 °C/s. Le double recuit ultérieur permet d'obtenir une décomposition fine de la matrice suivant la transformation $\beta_0 \rightarrow \beta_0 + O$. Il comprend un recuit de 4 heures à 870 °C suivi d'un recuit de 100 heures à 650 °C. Ce même double recuit a été utilisé après filage pour comparer les deux gammes de transformation pour un même état de transformation de phase $\beta_0 \rightarrow \beta_0 + O$.

Le tableau 1 donne les résultats d'essais mécaniques en traction à 20 °C et à 650 °C, à savoir la contrainte en MPa pour un allongement de 0,2 %, la contrainte maximale en MPa et l'allongement total en %. La gamme de transformation par filage (second et cinquième rangs du tableau) conduit à des propriétés mécaniques sensiblement supérieures à celles résultant de la gamme de transformation par forgeage isotherme. Si les limites élastiques respectives à 20 °C et à 650 °C sont relativement proches pour les deux gammes de transformation, ce qui s'accorde bien avec une finesse équivalente de la microstructure, en revanche, la ductilité est aussi décevante après forgeage qu'elle est élevée après filage.

Tableau 1

Ex.	Alliage	Recuit	Température (°C)	R _{0.2%} (MPa)	R _{Max} (MPa)	A _{Tot} (%)
1	Ti-22Al-27Nb forgé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	20	932	959	0,67
	Ti-22Al-27Nb filé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	20	995	1130	9,04
	Ti-22Al-27Nb forgé filé	150 h 760 °C	20	976	1079	5,1
	Ti-22Al-27Nb forgé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	650	729	827	3,96
	Ti-22Al-27Nb filé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	650	740	845	8,43
	Ti-22Al-27Nb	50 h 760 °C + 100 h 650 °C	650	800	945	10,7
2	Ti-21Al-21Nb	néant	20	1241	1316	2,35
	Ti-21Al-21Nb	48 h 800 °C	20	1017	1225	8,59
	Ti-21Al-21Nb	48 h 800 °C	650	718	825	6,61

EP 0 863 219 A1

Tableau 1 (suite)

Ex.	Alliage	Recuit	Température (°C)	R _{0.2%} (MPa)	R _{Max} (MPa)	A _{Tot} (%)
3	Ti-27Al-21Nb	48 h 800 °C	20	755	810	0,7
	Ti-27Al-21Nb	48 h 800 °C	650	622	766	4,43
4	Ti-24Al-21Nb	48 h 800 °C	20	886	1017	4,64
	Ti-24Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	20	1334	1436	1,86
	Ti-24Al-21Nb	48 h 800 °C	650	670	795	5,52
	Ti-24Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	650	1076	1137	0,98
5	Ti-22Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	20	1275	1362	1,4
	Ti-22Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	650	884	967	2,54
6	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	20	1294	1443	3,69
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	650	1001	1053	1,63
7	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (rapport de filage 1: 5)		20	1243	1390	3,82
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (rapport de filage 1: 16)		20	1294	1443	3,69
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (rapport de filage 1: 35)		20	1303	1411	2,11
8	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 1100 °C)		20	1303	1411	2,11
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 980 °C)		20	1279	1461	7,65
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 1100 °C)		650	1031	1111	3,51
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 980 °C)		650	1004	1087	2,82
9	Ti-22Al-14Nb-5Ta-2Mo	48 h 800 °C	20	1239	1408	3,79
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	20	1303	1411	2,11
	Ti-22Al-12Nb-5Ta-4Mo	48 h 800 °C	20	1315	1444	3
	Ti-22Al-14Nb-5Ta-2Mo	48 h 800 °C	650	958	1042	4,1
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	650	1031	1111	3,51
	Ti-22Al-12Nb-5Ta-4Mo	48 h 800 °C	650	1037	1092	2,05

EP 0 863 219 A1

Tableau 1 (suite)

Ex.	Alliage	Recuit	Température (°C)	R _{0,2%} (MPa)	R _{Max} (MPa)	A _{Tot} (%)
10	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	20	1303	1411	2,11
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	24 h 815 °C + 100 h 760 °C	20	1284	1457	3,45
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	4 h 920 °C	20	1228	1254	7,45
11	Ti-21Al-21Nb		20	1017	1225	8,59
	Ti-21Al-21Nb (homogénéisé)		20	1002	1166	2,62
	Ti-21Al-21Nb		650	718	825	6,61
	Ti-21Al-21Nb (homogénéisé)		650	584	699	10,9
12	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (filé - recuit)		20	1303	1411	2,11
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (forgé - filé - recuit)		20	1373	1505	3,43
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (filé - recuit)		650	1031	1111	3,51
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (forgé - filé - recuit)		650	1081	1211	2,67

Le tableau 2 donne les résultats de fluage à 650 °C et 315 MPa, à savoir les durées nécessaires pour obtenir une déformation de 0,2 % et une déformation de 1 %, et la vitesse de fluage. D'autre part, la durée de vie en fluage à 650 °C et 315 MPa de l'alliage après filage est de 214 heures, alors qu'elle est de seulement 78 heures après forgeage, soit environ 3 fois moins, et ceci bien que les vitesses de fluage soient comparables (tableau 2).

Tableau 2

Ex.	Alliage Recuit		Contrainte (MPa)	t _{0,2%} (h)	t _{1%} (h)	Vitesse (10 ⁻⁸ s ⁻¹)
1	Ti-22Al-27Nb forgé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	315	2	37	4,2
	Ti-22Al-27Nb filé	4 h 870 °C + 100 h 650 °C	315	3,5	36	5.5
	Ti-22Al-27Nb	815 °C + 100 h 760 °C	315	6		
2	Ti-21Al-21Nb	48 h 800 °C	200	5,5	148	1,1
3	Ti-27Al-21Nb	48 h 800 °C	315	30	695	0,35
4	Ti-24Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	315	38	1600	0,09
5	Ti-22Al-11Nb-3Mo-1Ta	48 h 800 °C	315	2	101	1,1
6	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	315	11	281	0,5
7	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (rapport de filage 1 : 16)		315	11	281	0,5
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (rapport de filage 1 : 35)		315	18	402	0,45
8	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 1100 °C)		315	18	402	0,45
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (T de filage 980 °C)		315	6	151	0,9

Tableau 2 (suite)

Ex.	Alliage Recuit		Contrainte (MPa)	$t_{0,2\%}$ (h)	$t_{1\%}$ (h)	Vitesse (10^{-8} s^{-1})
9	Ti-22Al-14Nb-5Ta-2Mo	48 h 800 °C	315	3	85	1
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo	48 h 800 °C	315	18	402	0,45
	Ti-22Al-12Nb-5Ta-4Mo	48 h 800 °C	315	8	181	0,42
11	Ti-21Al-21Nb		200	5,5	148	1,1
	Ti-21Al-21Nb (homogénéisé)		200	1	24	5
12	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (filé - recuit)		315	18	402	0,45
	Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo (forgé - filé - recuit)		315	23,5		0,09

Le troisième rang du tableau 1 correspond au meilleur résultat en ductilité fourni par la littérature, obtenu après une séquence de traitement forgeage + filage à 975 °C, suivie d'une mise en solution de 1 heure à 1000 °C, d'une trempe à l'air et d'un recuit de 150 heures à 760 °C. La limite élastique à 20 °C est équivalente à celle obtenue lors des présents essais. En revanche, l'allongement à température ambiante est de l'ordre de 5 %, soit la moitié de ceux obtenus lors des présents essais. Il faut toutefois signaler que le lingot expérimental avait une teneur en aluminium inférieure à la valeur nominale, environ 21 %, ce qui peut contribuer en partie au gain de ductilité. En fluage, les meilleurs résultats de la littérature sont obtenus après un double recuit à 815 °C et à 760 °C, cette dernière température étant maintenue pendant 100 heures (troisième rang du tableau 2).

Exemple 2

Dans cet exemple, la quantité de niobium a été réduite à 21 % pour ramener la densité de l'alliage dans le domaine des alliages de titane existant dans l'industrie. L'alliage de composition Ti-21Al-21Nb a été filé à une température légèrement supérieure au transus, soit 1100 °C, avec un rapport de filage de 1:16. Le traitement de stabilisation qui a été effectué est un recuit de 48 heures à 800 °C, sachant que d'après la littérature un recuit de 1 heure est insuffisant pour stabiliser ces alliages ternaires. Dans la suite des exemples, toutes les éprouvettes soumises aux tests de traction et de fluage ont subi préalablement un recuit de 48 heures à 800 °C, sauf indication contraire. Les tableaux 1 et 2 donnent respectivement les résultats de traction à 20 °C et 650 °C et les résultats de fluage à 650 °C et 200 MPa. En outre, un essai de traction à température ambiante a été réalisé à l'état brut de filage. On observe ainsi que le recuit de 48 heures à 800 °C fait perdre environ 200 MPa de limite élastique alors que la ductilité augmente de 2,3 % à 8,6 %. Ces résultats de l'alliage Ti-21Al-21Nb sont tout à fait comparables à ceux de l'alliage Ti-22Al-27Nb, une baisse de résistance et de ductilité se faisant en revanche sentir à 650 °C. D'autre part, les résultats de fluage corroborent ceux de traction à chaud en ce sens que la plus faible teneur en niobium tend à réduire les propriétés à chaud. En effet, en fluage à 650 °C et 200 MPa, 5,5 heures sont nécessaires pour atteindre 0,2 % d'allongement, c'est-à-dire une durée du même ordre de grandeur que celle obtenue pour l'alliage Ti-22Al-27Nb avec une contrainte supérieure à la précédente et égale à 315 MPa.

Exemple 3

Dans le but également de diminuer la densité, on a essayé l'alliage Ti-27Al-21Nb dans les conditions indiquées dans l'exemple 2. Les résultats sont également donnés dans les tableaux 1 et 2. Le fait d'augmenter la teneur en aluminium de 21 à 27 % a pour effet de réduire considérablement la limite élastique à 20 °C, de l'ordre de 260 MPa. La perte ainsi occasionnée est de 44 MPa en moyenne pour chaque pour-cent d'aluminium supplémentaire. De même, la ductilité à 20 °C diminue très nettement lorsque la teneur en aluminium augmente de 21 à 27 %. Les propriétés de traction à chaud sont également plus faibles pour l'alliage le plus chargé en aluminium. En revanche, ce dernier alliage présente des caractéristiques en fluage nettement plus élevées que l'alliage Ti-21Al-21Nb. Le compromis ductilité à froid - résistance au fluage est particulièrement sensible à la teneur en aluminium. Il est donc nécessaire de trouver un équilibre entre ces deux propriétés, un compromis acceptable de résistance - ductilité - fluage étant vraisemblablement obtenu pour une teneur en aluminium intermédiaire, soit aux alentours de 24 %.

Exemple 4

Dans cet exemple, les conditions de transformation (filage + traitement thermique) mises au point dans les exemples 1 et 2 ont été appliquées d'une part à l'alliage Ti-24Al-21Nb, d'autre part à un alliage quinaire obtenu en remplaçant dans celui-ci une partie du niobium par du molybdène et du tantale. Cette modification vise à alléger l'alliage non pas en y incorporant un élément relativement léger tel que le vanadium, mais en remplaçant une partie du niobium par du molybdène avec maintien du pouvoir β -gène. En effet, pour conserver des microstructures comparables permettant d'apprécier les effets intrinsèques des éléments d'addition, on substitue 1 % Mo à 3 % Nb, étant donné que le rapport de pouvoir β -gène entre ces deux éléments est de 3 d'après les travaux antérieurs des Inventeurs. Par ailleurs, le tantale, qui possède le même pouvoir β -gène que le niobium, a été ajouté en petite quantité pour améliorer les propriétés à chaud au prix d'un léger sacrifice sur la densité. L'alliage Ti-24Al-11Nb-3Mo-1Ta est ainsi comparé à l'alliage Ti-24Al-21Nb. Compte tenu de sa teneur en équivalent niobium, l'alliage quinaire appartient toujours à la catégorie des alliages Ti_2AlNb malgré sa teneur en niobium relativement faible. Il peut être également comparé à l'alliage α_2 mentionné ci-dessus, dont il diffère par l'addition de molybdène et de tantale.

Les résultats donnés dans les tableaux 1 et 2 pour l'alliage Ti-24Al-21Nb sont calculés par interpolation à partir de ceux correspondant aux alliages Ti-21Al-21Nb et Ti-27Al-21Nb, en supposant que les valeurs varient linéairement en fonction de la teneur en aluminium. Dans ces conditions, le gain de résistance à 20 °C de l'alliage quinaire est considérable et supérieur à 400 MPa par rapport à l'alliage ternaire. La ductilité est en revanche plus faible mais demeure très acceptable avec un allongement de 1,9 % à température ambiante. En traction à chaud, le gain de limite élastique reste identique. Ainsi, la limite élastique à 650°C est même supérieure à celle obtenue à 20°C pour les alliages connus tels que l'alliage Super α_2 . Toutefois, la ductilité à 650°C chute à 1 %. Elle pourrait probablement être améliorée par une optimisation du traitement de recuit pour cet alliage. Dans le tableau 2, seuls sont donnés les résultats de fluage de l'alliage quinaire à 650°C et 315 MPa, qui révèlent des caractéristiques remarquables, bien au-delà de tous les résultats connus pour les alliages des catégories Ti_3Al et Ti_2AlNb . En effet, un allongement de 0,2 % est obtenu au bout de 38 heures contre 6 heures dans le cas de l'alliage Ti-22Al-27Nb. De plus, la vitesse de fluage secondaire est très faible et égale à $9 \times 10^{-10} s^{-1}$. Enfin, il est important de signaler que la densité de 4,8 de cet alliage est extrêmement attractive puisqu'elle est à peine supérieure à celle de l'alliage Super α_2 (4,6), et inférieure de 9 % par rapport à celle de l'alliage Ti-22Al-27Nb.

Ces résultats de fluage sont très révélateurs de la sensibilité de cette propriété à la présence des éléments molybdène et tantale. Actuellement, il semble qu'une fraction allant jusqu'à 12 % de niobium puisse être remplacée par le molybdène et le tantale. La limitation à cet égard est illustrée par l'alliage Ti-24Al-4Nb-4Mo-1Ta qui se caractérise par une très grande fragilité à froid et une résistance à chaud médiocre. D'autre part, il n'est pas possible d'utiliser des alliages contenant une trop forte proportion d'éléments réfractaires Ta et Mo par rapport au niobium. Par exemple, des alliages tels que Ti-24Al-15Nb-10Mo sont cassants après filage et recuit et sont donc inutiles dans le présent contexte.

Exemple 5

Dans cet exemple, on a cherché à augmenter la ductilité de l'alliage quinaire, au prix d'un léger sacrifice sur les performances en fluage, en ramenant la teneur en aluminium à 22 %. Les résultats donnés dans les tableaux 1 et 2 montrent que la ductilité est sensiblement améliorée à 650 °C avec 2,5 % d'allongement, mais au détriment des caractéristiques de fluage qui s'avèrent beaucoup plus faibles puisqu'un allongement de 0,2 % est déjà atteint au bout de 2 heures. Ce résultat indique que la teneur en aluminium est extrêmement critique pour obtenir un bon compromis de propriétés.

Exemple 6

Afin d'améliorer le compromis de propriétés mécaniques de l'alliage quinaire, quelques ajustements de composition ont été effectués. L'addition des éléments β -gènes a été renforcée, en particulier le tantale, afin de maintenir les propriétés favorables à haute température, au détriment de la densité, et la teneur en aluminium a été diminuée pour favoriser la ductilité. Un alliage de composition Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo a été filé et recuit dans les mêmes conditions que les alliages précédents. Les propriétés mécaniques de cet alliage offrent le meilleur compromis de propriétés jusqu'à présent, avec notamment à température ambiante une limite élastique de près de 1300 MPa et une ductilité de 3,7 %. Les propriétés à chaud sont également très prometteuses avec, en fluage à 650 °C et 315 MPa, une durée de 11 heures pour atteindre 0,2 % d'allongement, ce qui est supérieur au résultat de l'alliage Ti-22Al-27Nb.

Exemple 7

Dans cet exemple ont été expérimentés trois rapports de filage différents compris entre 5 et 35 sur le même alliage

Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo, pour la même température de filage de 1100 °C et le même recuit. Il s'avère que la limite élastique à 20 °C est relativement insensible au rapport de filage, la ductilité étant dans tous les cas supérieure à 2 % (tableau 1). Au vu des résultats de fluage (tableau 2), le rapport de filage le plus élevé apparaît le plus performant avec une durée de 18 heures pour atteindre 0,2 % d'allongement pour les mêmes conditions 650 °C et 315 MPa. Par ailleurs, il est important de signaler que si le rapport de filage de 1:5 s'avère suffisant dans le cas d'un petit lingotin pour obtenir un bon niveau de ductilité, il est en revanche probable qu'un lingot de plus grande taille et donc de structure plus grossière nécessite un rapport de filage supérieur.

Exemple 8

C'est cette fois la température de filage qu'on fait varier (1100 et 980 °C), pour le même alliage que précédemment et avec le rapport 1:35. La limite élastique à 20 et 650 °C n'est pas affectée par la température de filage, la ductilité à froid étant en revanche plus importante après filage à 980 °C. D'autre part, une diminution d'un facteur 2 de la vitesse de fluage minimale est obtenue lorsque la température de filage devient supérieure à la température de transus. La température de filage est donc nécessairement supérieure à la température de transus ou au moins dans son voisinage immédiat si on veut en priorité optimiser la tenue au fluage.

Exemple 9

Dans le but d'optimiser la composition de l'alliage, on a comparé trois alliages de compositions respectives Ti-22Al-12Nb-5Ta-4Mo, Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo et Ti-22Al-14Nb-5Ta-2Mo et de pouvoir β -gène légèrement différent, en réalisant le filage à 1100 °C avec le rapport 1:35. Dans les résultats des essais de traction à 20 °C, la diminution de la teneur en molybdène se traduit par une légère baisse de limite élastique, surtout entre 3 et 2 % Mo. A 650 °C, on constate également une légère baisse de limite élastique, qui s'accompagne cette fois d'une augmentation sensible des allongements. Le meilleur compromis résistance - ductilité est ainsi obtenu pour 3 % Mo. En fluage à 650 °C et 315 MPa, l'alliage contenant 3 % Mo est également le plus performant et constitue par conséquent l'alliage préféré.

Exemple 10

Pour obtenir un bon équilibre entre la résistance en traction et la ductilité, il est nécessaire de soumettre les alliages à un traitement thermique qui puisse faire précipiter la seconde phase dans des proportions données. Ceci est par exemple obtenu avec l'alliage Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo en chauffant à une température comprise entre 800 °C et 920 °C. Bien qu'il soit possible de traiter ces alliages à des températures supérieures, ceci n'est pas recommandé car l'on perdrait alors le bénéfice du fort corroyage réalisé par filage. En outre, ces traitements de recuit à relativement basse température ne nécessitent pas de vitesse critique de refroidissement, ce qui offre un intérêt d'un point de vue pratique et industriel. A titre d'exemple, le tableau 1 rassemble les résultats de traction à température ambiante pour quelques traitements thermiques. Ainsi, les paramètres temps et température de recuit permettent de moduler le niveau de limite élastique en fonction du niveau minimum d'allongement requis.

Exemple 11

Cet exemple montre l'influence néfaste d'un traitement thermique d'homogénéisation avant filage. Il ne s'agit pas ici d'exclure tout traitement visant à obtenir une structure de coulée homogène à l'échelle macroscopique. Il s'agit plutôt de préserver l'existence de gradients de concentrations chimiques à l'échelle microscopique qui permettent d'accroître à la fois la résistance de l'alliage et sa ductilité. Cette relative inhomogénéité chimique locale se traduit alors après filage par une structure composée de zones dures et de zones molles imbriquées les unes dans les autres. L'influence d'un traitement thermique d'homogénéisation de 50 heures à 1450 °C sous vide secondaire a été déterminée sur les deux alliages Ti-21Al-21Nb et Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo. Ces derniers ont ensuite été filés à 1100 °C avec un rapport de filage de 1:16, puis traités 48 heures à 800 °C, pour les comparer aux deux alliages n'ayant subi aucun traitement d'homogénéisation. Les résultats rassemblés dans les tableaux témoignent de l'influence très importante de ce traitement d'homogénéisation sur les propriétés mécaniques de l'alliage Ti-21Al-21Nb. Ce traitement préalable provoque après filage et recuit une baisse très importante de ductilité à 20 °C de 8,6 % à 2,6 %. Il occasionne également une perte de limite élastique entre 20 et 650 °C plus importante. Enfin, ce traitement a un effet néfaste sur le fluage puisque la vitesse de fluage est cinq fois plus élevée. L'influence la plus spectaculaire de ce traitement préalable est constatée avec l'alliage Ti-22Al-13Nb-5Ta-3Mo, puisqu'il provoque une rupture prématurée de l'alliage bien avant d'atteindre le seuil de limite élastique en traction à 20 °C.

Exemple 12

La gamme de transformation par filage est unique en ce sens qu'elle seule possède l'avantage de conserver une bonne ductilité pour des alliages contenant en quantités substantielles d'autres éléments réfractaires que le niobium tels que le molybdène ou le tantale. Cependant, cette gamme de transformation par filage peut être avantageusement associée à une gamme de forgeage isotherme pour l'obtention de pièces massives de turbomachines. En effet, un forgeage isotherme effectué avant filage s'avère être bénéfique pour les propriétés mécaniques ultérieures car la structure est affinée au cours du forgeage préalable. En l'occurrence, celui-ci a été réalisé à une température de 980 °C avec un taux de réduction de 75 %. Les résultats des essais de traction et de fluage apparaissant dans les tableaux, qui comparent une séquence forgeage + filage + recuit et une séquence filage + recuit, révèlent qu'il est possible d'accroître encore la résistance de l'alliage sans perte de ductilité. Cependant, la teneur en aluminium légèrement plus élevée (23 % Al) de l'alliage préalablement forgé peut expliquer en partie le gain obtenu sur la tenue au fluage; en revanche, elle ne peut pas rendre compte du gain de ductilité, un accroissement de la teneur en aluminium étant connu pour être favorable pour la tenue au fluage et défavorable pour la ductilité.

Les nouveaux alliages Ti_2AlX possèdent des ductilités qui les rendent parfaitement usinables avec les procédés habituels utilisés pour le titane. Un des résultats remarquables de ces nouveaux alliages concerne la bonne reproductibilité des allongements à rupture, aucune éprouvette testée n'ayant jamais manifesté de rupture fragile. Les nouveaux alliages ont également des rapports résistance à densité qui les mettent en concurrence non seulement avec les précédents alliages du type Ti_2AlNb mais également avec les alliages de titane tels que l'alliage IMI834 ou les alliages de nickel tels que l'alliage INCO718 (ou IN718).

Pour mieux comprendre l'intérêt des alliages selon l'invention, référence est faite aux dessins.

La figure 1 représente la limite élastique corrigée par la densité en fonction de la température d'essai pour différents alliages. En référence à cette figure, il apparaît que les alliages de l'invention apportent une nette amélioration du rapport limite élastique/densité, de l'ordre de 25 % à 20 °C et de 50 % à 650 °C, par rapport aux alliages de titane de type Ti_2AlNb ou IMI834.

La figure 2 représente la contrainte en fluage corrigée par la densité en fonction de la température d'essai, sur la base d'un allongement de 0,5 % en 100 heures, pour différents alliages. En référence à cette figure, les alliages de l'invention offrent un gain en température très appréciable, de l'ordre de 70 °C, par rapport à l'alliage IMI834 ou à l'alliage Super α_2 .

Etant donné que le molybdène et le tantale sont des éléments qui élèvent la densité, la somme Mo + Ta doit être maintenue à moins de 9 %. Elle doit être supérieure à 3 % pour obtenir un effet bénéfique sur les propriétés à chaud. D'autre part, les concentrations en équivalent niobium doivent se situer pour les nouveaux alliages entre 21 et 29 %, c'est-à-dire 25 ± 4 %. L'équivalent niobium n'est pas le seul critère à prendre en compte pour définir l'intervalle de compositions intéressant. En effet, des teneurs trop importantes en molybdène (alliage Ti-24Al-15Nb-10Mo) ou trop faibles en niobium (alliage Ti-24Al-4Nb-4Mo-1Ta) conduisent à une fragilité importante et ne sont donc pas d'un intérêt particulier. En conséquence, les teneurs en niobium doivent être supérieures à 10 %.

Revendications

1. Alliage du type Ti_2AlX , composé au moins pour l'essentiel des éléments Ti, Al, Nb, Ta et Mo, et dans lequel les quantités relatives en atomes desdits éléments et du silicium sont sensiblement comprises dans les intervalles suivants:

Al	20 à 25 %
Nb	10 à 14 %
Ta	1,4 à 5 %
Mo	2 à 4 %
Si	0 à 0,5 %
Ti	complément à 100 %.

2. Alliage selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il contient 21 à 32 % d'équivalent niobium en atomes.

3. Alliage selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que lesdites quantités relatives sont sensiblement comprises dans les intervalles suivants:

5

Al	21 à 23 %
Nb	12 à 14 %
Ta	4 à 5 %
Mo	3 %
Ti	complément à 100 %.

10

4. Alliage selon la revendication 3, caractérisé en ce que lesdites quantités relatives sont sensiblement les suivantes:

15

Al	22 %
Nb	13 %
Ta	5 %
Mo	3 %
Ti	57 %.

20

5. Procédé de transformation d'un alliage selon l'une des revendications précédentes, comprenant un traitement par filage à une température propre à produire une structure monophasée résistante en fluage, suivi d'un recuit d'au moins quatre heures dans l'intervalle de 800 à 920 °C pour produire une structure biphasée stable $\beta_0 + O$ favorable pour la ductilité.

25

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le traitement de filage est précédé d'un traitement de forgeage isotherme à une température inférieure à la température de transus β de l'alliage.

30

7. Pièce de turbomachine réalisée en un alliage selon l'une des revendications 1 à 4, le cas échéant transformé par le procédé selon l'une des revendications 5 et 6.

35

40

45

50

55

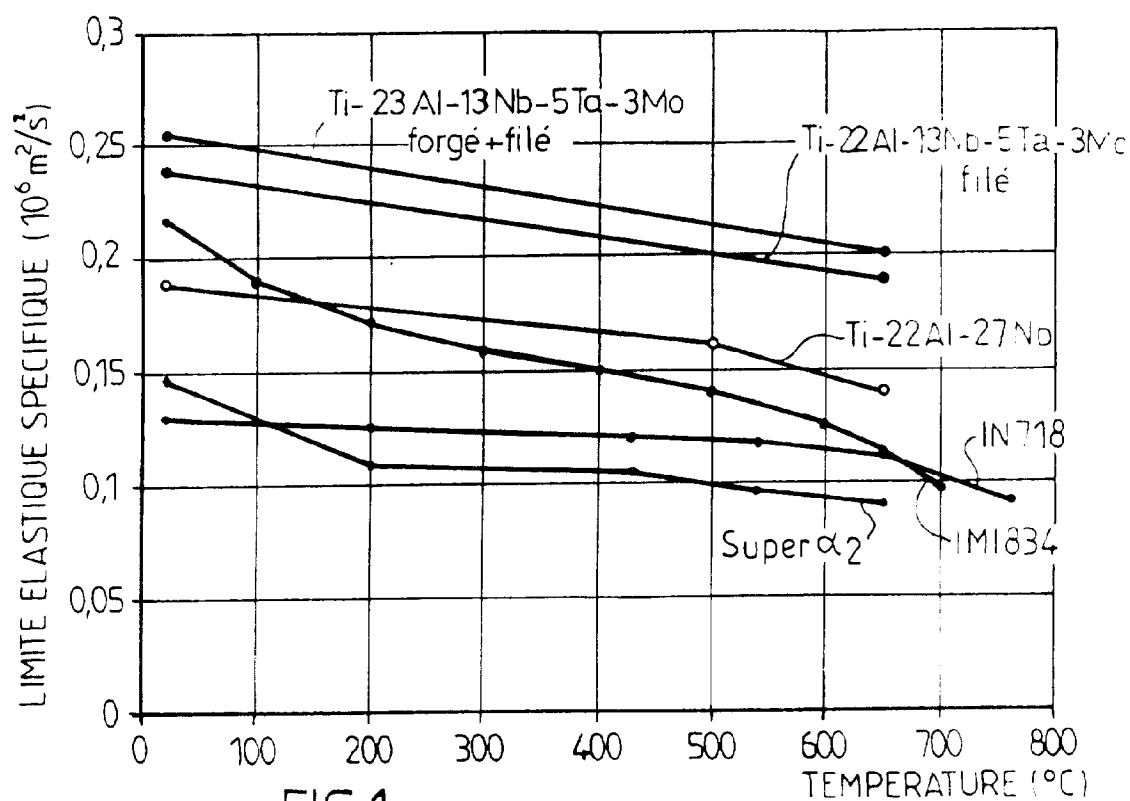


FIG.1

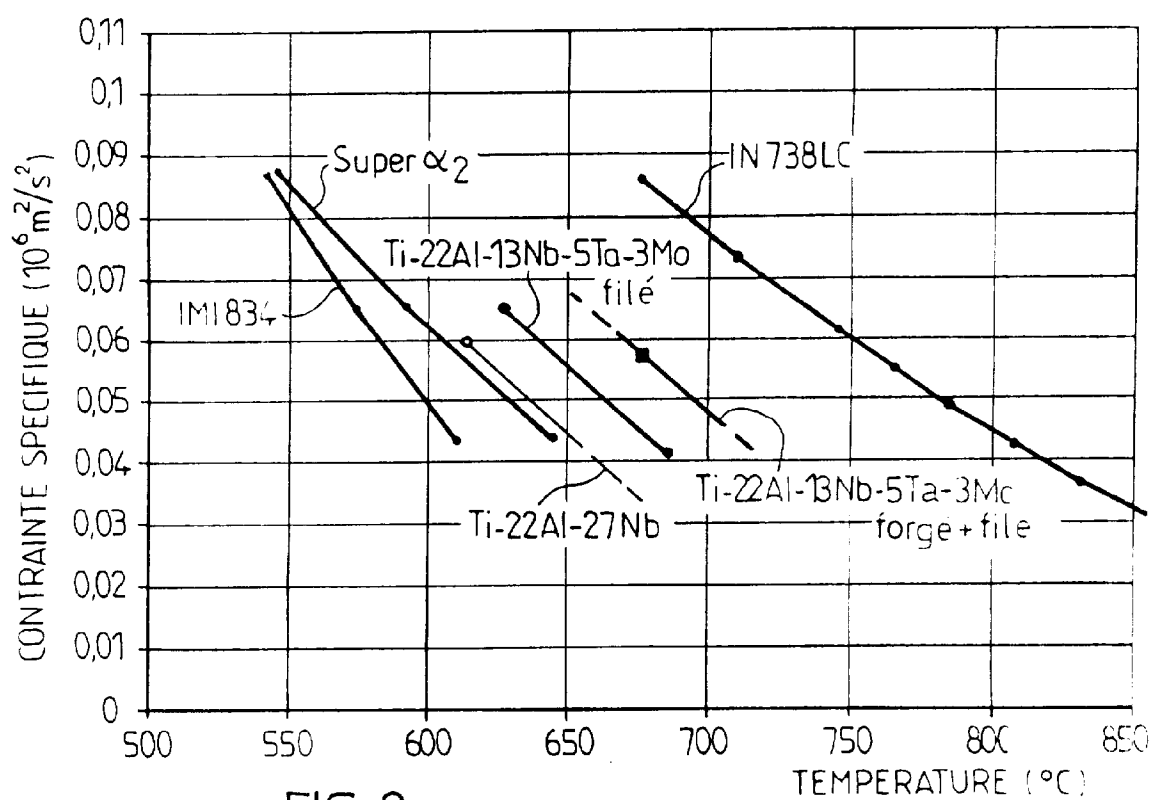


FIG.2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 0474

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.6)
A	GB 2 293 832 A (UNITED TECHNOLOGIES CORP) 10 avril 1996 * tableau 1 *	1	C22C14/00
D,A	EP 0 539 152 A (GEN ELECTRIC) 28 avril 1993 * revendication 1 *	1	
D,A	EP 0 388 527 A (GEN ELECTRIC) 26 septembre 1990 * revendication 1 *	1	
D,A	EP 0 304 530 A (UNITED TECHNOLOGIES CORP) 1 mars 1989 * revendication 1 *	1	
A	WO 89 01052 A (SECR DEFENCE BRIT) 9 février 1989 * revendications 1,9 *	1	
D,A	FR 2 462 484 A (UNITED TECHNOLOGIES CORP) 13 février 1981 * revendication 1 *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
D,A	EP 0 293 689 A (GEN ELECTRIC) 7 décembre 1988 * revendication 1 *	1	C22C C22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 20 mai 1998	Examineur Gregg, N
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-acrité 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			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)