

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 924 308 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
23.06.1999 Bulletin 1999/25

(51) Int Cl.⁶: **C22C 14/00, C22C 27/02,
C22F 1/18**

(21) Numéro de dépôt: **98403187.2**

(22) Date de dépôt: **17.12.1998**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY 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: **18.12.1997 FR 9716057**

(71) Demandeurs:
• **SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE
CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION,
"S.N.E.C.M.A."
75015 Paris (FR)**
• **Etat Indien,
Chef Controleur de Recherche et
Developpement D.R.D.O.-DMRL
Hyderabad - 500058 (IN)**
• **ASSOCIATION POUR LA RECHERCHE ET
LE DEVELOPPEMENT DES METHODES ET
PROCESSUS INDUSTRIELS (ARMINES)
F-75006 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:
• **Carisey, Thierry Eric
35131 Chatres de Bretagne (FR)**
• **Gogia, Ashok Kumar
Hyderabad 500058 (IN)**
• **Strudel, Jean-Loup
91590 Cerny (FR)**
• **Banerjee, Dipankar
Hyderabad 500058 (IN)**
• **Lasalmonie, Alain
94240 L'Hay les Roses (FR)**
• **Franchet, Jean-Michel
75018 Paris (FR)**
• **Nandy, Tapash Kumar
Hyderabad 500058 (IN)**

(74) Mandataire: **Berrou, Paul
S.N.E.C.M.A.
Service des Brevets
Boîte Postale 81
91003 Evry Cedex (FR)**

(54) **Alliages intermétalliques à base de titane du type Ti2A1Nb à haute limite d'élasticité et forte résistance au fluage**

(57) Un alliage intermétallique à base de titane présentant une haute limite d'élasticité, une résistance élevée au fluage et une ductilité suffisante à la température ambiante a une composition chimique, en pourcentages atomiques, dans le domaine suivant :

Al 16 à 26 ; Nb 18 à 28 ; Mo 0 à 2 ; Si 0 à 0,8 ; Ta 0 à 2 ; Zr 0 à 2 et Ti complément à 100 avec la condition Mo + Si + Zr + Ta < 0,4 %.

Des gammes d'élaboration, de mise en forme et de traitements thermiques adaptées à l'emploi du matériau sont également déterminées.

EP 0 924 308 A1

Description

[0001] La présente invention concerne une famille d'alliages intermétalliques à base de titane qui combinent un ensemble de propriétés mécaniques spécifiques comprenant une haute limite d'élasticité, une résistance élevée au fluage et une ductilité suffisante à la température ambiante.

Les alliages intermétalliques du type Ti_3Al ont montré des caractéristiques mécaniques spécifiques intéressantes. Des alliages ternaires avec ajouts de Nb ont notamment été testés et leurs propriétés mécaniques jointes à une densité plus faible que celle des alliages à base de nickel puisque comprise entre 4 et 5,5 selon la teneur Nb, suscitent un grand intérêt pour des applications aéronautiques. Ces alliages ont en outre une résistance au feu titane plus importante que les alliages à base Ti précédemment utilisés dans la construction de turbomachines. Les applications visées concernent des pièces massives de structure comme les carter, des pièces tournantes massives comme des rouets centrifuges ou comme matrice de matériaux composites pour des anneaux aubagés monobloc. Les domaines de températures d'utilisation recherchées vont jusqu'à 650°C ou 700°C dans le cas de pièces en matériau composite à fibres longues.

[0002] Ainsi, US 4.292.077 et US 4.716.020 décrivent les résultats obtenus par des alliages intermétalliques à base de titane comportant 24 à 27 Al et 11 à 16 Nb en pourcentages atomiques.

[0003] US 5.032.357 a montré des résultats améliorés grâce à une augmentation de la teneur Nb. Les alliages intermétalliques obtenus présentent généralement dans ce cas une microstructure composée de deux phases :

- une phase B2 riche en niobium, constituant la matrice du matériau et qui assure une ductilité à la température ambiante,
- une phase dite O, de composition définie Ti_2AlNb , orthorhombique et formant des lattes dans la matrice B2. La phase O est présente jusque vers 1000°C et confère au matériau ses propriétés de résistance à chaud en fluage et en traction.

Ces alliages antérieurs connus présentent cependant certains inconvénients, notamment une ductilité insuffisante à température ambiante et une déformation plastique importante durant le fluage primaire qui limitent actuellement leur utilisation.

[0004] Par suite, la présente invention se rapporte à une famille d'alliages intermétalliques à base de titane évitant les inconvénients des solutions connues précitées et qui sont caractérisés par une composition chimique, en pourcentages atomiques, appartenant au domaine suivant :

Al 16 à 26 ; Nb 18 à 28 ; Mo 0 à 2 ; Si 0 à 0,8 ; Ta 0 à 2 ; Zr 0 à 2 et Ti complément à 100 avec la condition $Mo + Si + Zr + Ta > 0,4 \%$.

[0005] Des traitements thermomécaniques appropriés et un mode de mise en oeuvre sont en outre définis pour ces alliages intermétalliques conformes à l'invention, permettant d'améliorer leurs propriétés mécaniques, notamment d'accroître la ductilité à température ambiante et de limiter la déformation plastique durant le fluage primaire.

[0006] On donne ci-après la justification des choix des fourchettes de composition retenues ainsi que la description des essais effectués menant à la définition du mode d'élaboration et de mise en forme, en indiquant les résultats obtenus en mesures des propriétés mécaniques et comparés aux propriétés d'alliages connus antérieurs, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 représente les résultats d'essais de fluage à 550°C sous 500MPa en reportant en ordonnées le temps en heures à 1 % de déformation, suivant différentes compositions d'alliages ainsi que les résultats de traction en reportant en ordonnées la limite d'élasticité en MPa ;
- la figure 2 représente les résultats d'essais de fluage à 550°C sous 500MPa en reportant en ordonnées la limite d'élasticité en MPa et en abscisses le temps en heures à 0,5 % de déformation, suivant différentes compositions d'alliages ;
- la figure 3 montre un exemple de microstructure obtenue à l'issue d'une élaboration d'un alliage intermétallique conforme à l'invention ;
- la figure 4 représente schématiquement par zones les résultats d'essais mécaniques effectués sur quatre types différents d'alliages, en reportant en abscisses les allongements en pourcentages et en ordonnées la limite élastique spécifique, à température ambiante ;
- les figures 5 et 6 représentent en diagramme de Larson-Miller les résultats de tenue au fluage, respectivement à 1 % de déformation et à rupture, en reportant en abscisses le paramètre de Larson-Miller et en ordonnées la

contrainte spécifique en MPa pour différents alliages ;

- les figures 7, 8 et 9 représentent les résultats d'essais mécaniques obtenus pour un alliage conforme à l'invention, respectivement les contraintes en MPa, à rupture et en limite d'élasticité, à 20°C et à 650°C puis la déformation homogène en pourcentages à 20°C et à 650°C et enfin le temps en heures à 1 % de déformation lors de la tenue au fluage à 550°C sous 500 MPa, suivant quatre gammes différentes de traitement thermique appliquées à l'alliage ;
- la figure 10 représente les résultats d'essais de fluage en compression pour un alliage antérieur connu et deux alliages conformes à l'invention.

[0007] Les résultats expérimentaux ont montré que les teneurs retenues pour les trois éléments majeurs de la composition, titane, aluminium et niobium sont les plus appropriées, à savoir :
Al 16 à 26 ; Nb 18 à 28 et Ti élément de base.

[0008] La variation des teneurs dans les limites indiquées permet un ajustement des propriétés suivant le type d'application recherchée et le domaine de température d'utilisation correspondant.

Spécifications en Al, Si : éléments α -gènes.

[0009] Ces deux éléments sont des éléments qui favorisent la phase O et donc ils augmentent la tenue à chaud des alliages. Cependant, ils ont tendance à diminuer la ductilité en particulier à la température ambiante. La déformation plastique pendant le fluage primaire diminue de 0,5 % à 0,25 % avec l'ajout de ces éléments (0,5 % de Si ou un passage de 22 % à 24 % d'Al). Par contre, la limite d'élasticité est fortement diminuée ainsi que la ductilité (de 1,5 % à 0,5 %). Ainsi, l'augmentation de la teneur en aluminium de 22% à 24%, pour le même traitement thermique, réduit fortement la limite d'élasticité qui chute de 600 MPa à 500 MPa à 650°C. L'influence bénéfique de l'ajout de 0,5 % Si sur la tenue au fluage est illustrée par la figure 2.

Spécifications en Nb, Mo, Ta : éléments β -gènes

[0010] Ces éléments favorisent la phase B2 qui est ductile à la température ambiante, ils participent à la stabilité de la phase B2 aux températures d'utilisation. Une réduction de la teneur en niobium (de 25% à 20%) affecte principalement la tenue au fluage, les propriétés en traction étant peu modifiées, comme le montrent les résultats représentés sur la figure 1. On montrera que l'ajout de molybdène permet un accroissement important de la limite d'élasticité de 100 MPa à la température ambiante et de 200 MPa à 650°C et ceci sans réduction de ductilité à température ambiante. Le molybdène permet aussi une meilleure résistance au fluage, il réduit très nettement la déformation plastique pendant le fluage primaire (de 0,5 % à 0,25 %) et diminue la vitesse de déformation plastique pendant le stade secondaire. Ces gains sont accentués quand l'alliage contient préalablement du silicium. Ces résultats obtenus en fluage à 550°C sous 500 MPa sont illustrés à la figure 2 pour des alliages comportant des ajout de Mo, de Si ou des deux éléments.

[0011] Le tantale est un élément β -gène très semblable au niobium auquel il est souvent mélangé dans les minerais. Dans les alliages de titane, il augmente leur résistance mécanique et leur confère une meilleure résistance à la corrosion et à l'oxydation.

Spécifications en Zr : élément β -neutre

[0012] Le zirconium est un élément neutre et les méthodes d'élaboration des alliages et l'origine des éléments apportés, par recyclage ou non, peuvent amener la présence de Zr, qui peut dans certains cas être souhaitée.

[0013] Le pourcentage atomique retenu pour les alliages intermétalliques de l'invention pour Zr, comme pour Ta, se situe entre 0 et 2 %.

[0014] Ces spécifications et les essais expérimentaux effectués ont conduit à retenir pour la composition des alliages intermétalliques en plus des trois éléments majeurs notés ci-dessus des éléments d'addition dans les pourcentages atomiques suivants :

Mo 0 à 2 ; Si 0 à 0,8 ; Ta 0 à 2 et Zr 0 à 2

avec la condition supplémentaire de présence d'au moins un des éléments d'addition : $Mo + Si + Zr + Ta > 0,4 \%$.

Procédés d'élaboration et de mise en forme

[0015] Un procédé d'élaboration du matériau a également été mis au point conformément à l'invention et permet d'obtenir les propriétés mécaniques recherchées et précédemment décrites.

[0016] Dans cette élaboration, la première étape consiste en une homogénéisation de la composition du matériau, en utilisant par exemple le procédé VAR (Vacuum Arc Remelting), cette étape est importante car elle détermine l'homogénéité du matériau. Le matériau est ensuite déformé à haute vitesse pour réduire la taille de grain soit par un forgeage au pilon dans le domaine β , soit par une extrusion à vitesse élevée toujours dans le domaine β . Ces barres sont ensuite découpées en lopins pour subir la dernière étape du traitement thermomécanique : le forgeage isotherme. Ce forgeage isotherme s'effectue dans un domaine de températures allant de $T_\beta - 125^\circ\text{C}$ à $T_\beta - 25^\circ\text{C}$ et avec des vitesses de déformations de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. T_β est la température de transition entre le domaine à haute température monophasé β et le domaine biphasé $\alpha_2 + B_2$, α_2 est une phase de composition définie Ti3Al se transformant en phase α en dessous de 900°C environ. T_β se situe autour de 1065°C par exemple, pour un alliage Ti 22 Al 25 Nb.

En fonction des applications particulières, les barres obtenues par forgeage ou extrusion peuvent, en variante, être soumises à une opération de laminage où les vitesses de déformations sont de l'ordre de 10^{-1} s^{-1} . On peut également effectuer un forgeage de précision dans un domaine biphasé $\alpha_2 + B_2$ qui conduit à une structure de grains équiaxes avec une forme globulaire de la phase α_2/α . Dans ce cas, le forgeage s'effectue dans un domaine de températures allant de $T_\beta - 180^\circ\text{C}$ à $T_\beta - 30^\circ\text{C}$.

L'élaboration du matériau s'achève par un traitement thermique qui est constitué de trois étapes.

[0017] La première étape est une étape de remise en solution à une température comprise en $T_\beta - 35^\circ\text{C}$ et $T_\beta + 15^\circ\text{C}$ pendant moins de 2 heures.

[0018] La seconde étape permet la croissance de la phase durcissante α et ce vieillissement est effectué entre 750°C et 950°C pendant au moins 16 heures.

[0019] Le troisième traitement est effectué dans une plage de température de 100°C autour de la température d'utilisation du matériau.

[0020] Le choix de la vitesse de refroidissement entre les différents paliers est important car il détermine la taille des lattes de la phase durcissante α . La détermination d'un programme particulier se fait en fonction des caractéristiques d'emploi que l'on recherche.

La figure 3 montre un exemple de microstructure obtenue à l'issue de cette élaboration d'un alliage intermétallique conforme à l'invention.

Dans le cas où une structure de grains équiaxes par forgeage de précision dans le domaine $\alpha_2 + B_2$ est recherchée, lors de la première étape du traitement thermique, la température de remise en solution est voisine de la température de forgeage. Le choix de cette température est critique car il influe à la fois sur la taille de grains équiaxes que l'on vise et sur la proportion relative des populations de phase durcissante primaire globularisée restante et de phase durcissante secondaire aiguillée qui se formera aux étapes suivantes.

Dans les mises au point effectuées, on a montré que les traitements thermomécaniques ont une grande influence sur les propriétés mécaniques :

- effet de la température de forgeage : le forgeage à une température élevée assure une meilleure résistance au fluage à 550°C , le temps à rupture est multiplié par 10 et la déformation à rupture passe de 0,8 % à 1,3%, ceci avec une augmentation de 50°C de la température de forgeage ;
- effet de la vitesse de forgeage : Pour une vitesse 20 fois plus grande, on constate une réduction d'un facteur 10 du temps à rupture lors de fluage à 550°C sous 500MPa.

[0021] Le traitement thermique au voisinage de la température de la transition T_β provoque la recristallisation des grains B_2 et permet d'accroître de façon importante la tenue au fluage à 650°C . Cependant ce traitement réduit la limite d'élasticité, mais augmente la ductilité autour de 350°C . Un traitement thermique à une température plus éloignée (-25°C) de celle de la transition T_β augmente la limite d'élasticité et accroît la tenue au fluage à 550°C . De plus, ce traitement permet d'atteindre un plateau de ductilité autour de 10 % dès 200°C jusqu'à 600°C .

[0022] Ces constatations résultent notamment des essais suivants :

EXEMPLE 1 - Rôle de la température de forgeage;

[0023] Nous avons regardé l'influence de deux températures de forgeage sur la tenue au fluage. Le forgeage est suivi du même traitement thermique à haute température. Nous montrons donc ainsi que la température de forgeage est importante sur la tenue au fluage car elle détermine la morphologie des phases présentes dans le matériau, comme le montrent les résultats ci-après de tenue au fluage d'un alliage Ti22Al 25Nb à 550°C sous 450 MPa :

TEMPERATURE DE FORGEAGE	TEMPS A 0,5 % (%)	TEMPS A RUPTURE (H)	DEFORMATION PRIMAIRE (%)	VITESSE DE DEFORMATION
T_{β} -100°C	30,3 H	168 H	0,44 %	$5 \cdot 10^{-9} \text{ S}^{-1}$
T_{β} -50°C	123,3 H	1037,5 H	0,35 %	$2 \cdot 10^{-9} \text{ S}^{-1}$

[0024] Enfin la tenue au fluage de l'alliage Ti 22 Al 25 Nb à 650°C sous 300MPa, en fonction de la température du forgeage isotherme donne les résultats suivants :

TEMPERATURE DE FORGEAGE	TEMPS A 0,5 % (%)	TEMPS A RUPTURE (H)	DEFORMATION PRIMAIRE (%)	VITESSE DE DEFORMATION SECONDAIRE
T_{β} -100°C	7 H	980 H	1 %	$1 \cdot 10^{-8} \text{ S}^{-1}$
T_{β} -50°C	12,7H	1526 H	0,8 %	$6,9 \cdot 10^{-9} \text{ S}^{-1}$

Exemple 2 - Effet du traitement thermique ;

[0025] Nous montrons ici l'influence de la température de remise en solution sur les propriétés mécaniques et la tenue au fluage, pour le galet forgé à haute température. Nous pouvons constater qu'une remise en solution à une température élevée conduit à une recristallisation et à une chute de propriétés en traction. Par contre, ces deux traitements permettent de choisir la température à laquelle le matériau est résistant en fluage, soit à 550°C, soit à 650°C. Une température de remise en solution basse permet une bonne tenue au fluage à 550°C, tandis qu'une température plus élevée permet une meilleure tenue à 650°C, ceci pour toutes les caractéristiques : temps à rupture, déformation plastique primaire, vitesse de déformation.

[0026] Les résultats suivants ont été obtenus en limite d'élasticité mesurée en MPa, en fonction de la température d'essai pour deux températures de remise en solution :

TEMPERATURE DE TRAITEMENT	20°C	350°C	450°C	550°C	650°C
T_{β} -5°C (MPa)	792,4	637,6	659	668	505
T_{β} -25°C (MPa)	846,7	711,01	734,3	695	645,4

[0027] De même, les résultats suivants ont été obtenus en tenue au fluage à 550°C sous 500MPa, en fonction de la température du traitement de mise en solution :

TEMPERATURE DE TRAITEMENT	TEMPS A 0,5 % (%)	TEMPS A RUPTURE (H)	DEFORMATION PRIMAIRE (%)	VITESSE DE DEFORMATION
T_{β} -5°C	123 H	>1000 H	0,37 %	$2 \cdot 10^{-9} \text{ S}^{-1}$
T_{β} -25°C	211 H	1220 H	0,47 %	$1,3 \cdot 10^{-9} \text{ S}^{-1}$

Exemple 3 - Ajustement de ductilité à la température ambiante ;

[0028] Nous allons présenter la ductilité obtenue à la température ambiante suivant la température du dernier traitement thermique, la durée de ce traitement est comprise entre 16 et 48 H. Nous pouvons constater que plus la température de dernier traitement est élevée plus la ductilité augmente. Ces résultats ont été obtenus sur un alliage quaternaire contenant du molybdène. Il est donc possible avec un traitement approprié d'obtenir une ductilité adaptée à une utilisation particulière, comme indiqué ci-après :

T° dernier traitement	900°C	750°C	600°C	550°C
Ductilité	10 %	6,4 %	2,5 %	1,25 %

[0029] Des échantillons d'alliage intermétallique dont la composition appartient au domaine de l'invention ont été testés et ont montré les améliorations des résultats obtenus par rapport à l'alliage connu antérieur de composition type

Ti 22Al 25Nb.

EXEMPLE 4 - effet du molybdène ;

[0030] Le tableau ci-dessous présente la limite d'élasticité pour différentes températures et nous constatons clairement l'effet de l'ajout de 1 % de Mo sur la limite d'élasticité. Sur le second tableau, nous montrons l'avantage de la présence du molybdène sur la tenue au fluage. Les matériaux ont été traités suivant le même traitement thermomécanique. Ce traitement thermomécanique se caractérise par un forgeage à basse température T_{β} -100°C et un traitement thermique à T_{β} -25°C avant un palier de 24H à 900°C et un vieillissement à 550°C pendant au moins 2 jours.

ALLIAGE	LIMITE D'ELASTICITE (MPa)				
	20°C	350°C	450°C	550°C	650°C
Ti-22Al-25Nb	869,5	765	632	640	613
Ti-22Al-25Nb-1Mo	970	921	839	780	810

ALLIAGES	FLUAGE A 550°C SOUS 500 MPa			
	TEMPS A 0,5 % (%)	TEMPS A RUPTURE (H)	DEFORMATION PRIMAIRE (%)	VITESSE DE DEFORMATION SECONDAIRE
Ti-22Al-25Nb	56 H	180 H	0,4 %	$7,5 \cdot 10^{-9} \text{ S.}^{-1}$
Ti-22Al-25Nb-1Mo	200 H	>1800 H	0,3 %	$8 \cdot 10^{-10} \text{ S.}^{-1}$

Exemple 5 - Effet du silicium ;

[0031] Nous présentons l'apport du silicium sur la tenue au fluage toujours à partir de matériaux élaborés en appliquant le traitement thermomécanique décrit ci-dessus à l'exemple 4. Nous montrons ainsi la réduction de la déformation plastique du fluage primaire et la diminution importante de la vitesse de fluage secondaire.

ALLIAGES	TENUE AU FLUAGE A 550°C SOUS 500 MPa			
	TEMPS A 0,5 % (%)	TEMPS A RUPTURE (H)	DEFORMATION PRIMAIRE (%)	VITESSE DE DEFORMATION SECONDAIRE
Ti-22Al-25Nb	56 H	180 H	0,4 %	$7,5 \cdot 10^{-9} \text{ S.}^{-1}$
Ti-22Al-25Nb-0,5Si	274 H	>1000 H	0,3 %	$1,9 \cdot 10^{-9} \text{ S.}^{-1}$

Exemple 6 - Effet du tantale

[0032] Des coulées d'un alliage de référence Ti-24 Al-20 Nb et d'un alliage modifié de composition Ti-24 Al-20 Nb-1 Ta, les valeurs étant données en pourcentages atomiques, ont été élaborés, puis des échantillons cylindriques ont été usinés et les traitements thermiques appliqués ont été : 1160°/30 minutes, refroidissement en four jusqu'à 750°C

puis maintien 24 heures. Les essais mécaniques en compression réalisés ont donné les résultats suivants :

ALLIAGE	LIMITE D'ELASTICITE (MPa)	
	20 °C	650 °C
Ti-24Al-20Nb	692	437
Ti-24Al-20Nb-1Ta	736	442

Exemple 7 - Effet du zirconium

[0033] Les mêmes opérations que dans l'exemple 6 pour un alliage Ti-24Al-20Nb-1Zr ont donné les résultats suivants :

ALLIAGE	LIMITE D'ELASTICITE (MPa)	
	20 °C	650 °C
Ti-24Al-20Nb-1Zr	730	478

[0034] Les essais de fluage en compression dans ces deux exemples montrent également l'intérêt des éléments Ta et Zr pour augmenter la résistance au fluage par diminution de l'amplitude du fluage primaire et réduction de la vitesse de fluage secondaire. Les résultats sont reportés sur la figure 10 pour des essais de fluage en compression à 650°C sous 310MPa, sur la courbe 5 pour l'alliage Ti-24 Al-20Nb, sur la courbe 6 pour l'alliage Ti-24Al-20Nb-1Ta et la courbe 7 pour l'alliage Ti-24Al-20Nb-1Zr.

[0035] Les résultats expérimentaux obtenus montrent les avantages précédemment notés des alliages conformes à l'invention. En outre, la figure 4 montre une comparaison des propriétés mécaniques spécifiques en traction à température ambiante de ces alliages avec celles d'alliages couramment utilisés dans l'aéronautique, du type à base de nickel ou de titane ou en cours de développement tels que des intermétalliques γ Ti Al et ces résultats confirment l'intérêt des alliages selon l'invention. De même, les résultats comparés de tenue au fluage d'alliages connus à base de nickel tels que Inco 718 et un superalliage A à base de nickel conforme à EP-A-0 237 378, à base de titane, tel que IMI 834 ou intermétallique γ Ti Al et d'un alliage conforme à l'invention sont reportés sur les figures 5 et 6 suivant des diagrammes de Larson-Miller.

[0036] Enfin les résultats obtenus en essais mécaniques sur un alliage conforme à l'invention de composition en pourcentages atomiques 22Al, 25Nb, 1Mo et Ti complément à 100 ont été reportés sur les diagrammes des figures 7, 8 et 9 où les niveaux 1ag correspondent à un traitement thermique comportant :

- mise en solution à 1030°C/ 1 heure
- vieillissement à 900°C/24 heures
- revenu à 550°C/48 heures ;

les niveaux 2a....g correspondent au traitement thermique :

- mise en solution à 1030°C/1 heure
- vieillissement à 900°C/24 heures ;

les niveaux 3a....g correspondent au traitement thermique :

- mise en solution à 1060°C/1 heure
- vieillissement à 900°C/24 heures
- revenu à 550°C/48 heures ;

et les niveaux 4a....g, au traitement thermique :

- mise en solution à 1030°C/1 heure
- vieillissement à 800°C/24 heures
- revenu à 600°C/48 heures

5

Revendications

10

1. Alliage intermétallique à base de titane présentant une haute limite d'élasticité, une résistance élevée au fluage et une ductilité suffisante à la température ambiante caractérisé en ce que sa composition chimique, en pourcentages atomiques, appartient au domaine suivant :
Al 16 à 26 ; Nb 18 à 28 ; Mo 0 à 2 ; Si 0 à 0,8 ; Ta 0 à 2 ; Zr 0 à 2 et Ti complément à 100 avec la condition $Mo + Si + Zr + Ta > 0,4 \%$.

15

2. Alliage intermétallique selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il est élaboré en effectuant au moins les étapes suivantes dans l'ordre indiqué :

20

a) fusion permettant d'obtenir un lingot de composition homogène ;

b) déformation à haute vitesse amenant une réduction de la taille de grain ;

c) forgeage isotherme à une température comprise entre la température de β transus T_β moins 125°C et la température de β transus T_β moins 25°C, avec des vitesses de déformation comprises entre $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

25

d) traitement thermique comportant les sous-étapes suivantes :

d1) mise en solution à une température comprise entre la température de β transus moins 35°C et la température de β transus plus 15°C, pendant une durée inférieure à deux heures,

30

d2) vieillissement à une température comprise entre 750°C et 950°C pendant une durée supérieure à 16 heures, permettant une croissance de phase durcissante orthorhombique 0 ;

d3) traitement effectué dans une plage de températures de 100°C autour de la température d'utilisation déterminée pour le matériau,

35

les vitesses de refroidissement entre les paliers du traitement thermique étant déterminées en fonction des caractéristiques d'emploi recherchées pour le matériau, en tenant compte de leur influence sur la taille des lattes de la phase durcissante orthorhombique 0.

40

3. Alliage intermétallique selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il est élaboré en effectuant au moins les étapes suivantes dans l'ordre indiqué :

45

a) fusion permettant d'obtenir un lingot de composition homogène ;

b) déformation à haute vitesse amenant une réduction de la taille de grain ;

50

c) laminage à une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-1} s^{-1} .

d) traitement thermique comportant les sous-étapes suivantes :

55

d1) mise en solution à une température comprise entre la température de β transus moins 35°C et la température de β transus plus 15°C, pendant une durée inférieure à deux heures,

d2) vieillissement à une température comprise entre 750°C et 950°C pendant une durée supérieure à 16 heures, permettant une croissance de phase durcissante orthorhombique 0 ;

d3) traitement effectué dans une plage de températures de 100°C autour de la température d'utilisation déterminée pour le matériau,

les vitesses de refroidissement entre les paliers du traitement thermique étant déterminées en fonction des caractéristiques d'emploi déterminées pour le matériau, en tenant compte de leur influence sur la taille des lattes de la phase durcissante orthorhombique O.

4. Alliage intermétallique selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il est élaboré en effectuant au moins les étapes suivantes dans l'ordre indiqué :

- a) fusion permettant d'obtenir un lingot de composition homogène ;
- b) déformation à haute vitesse amenant une réduction de la taille de grain ;
- c) forgeage de précision, à une température comprise entre la température de β transus T_{β} moins 180°C et la température de β transus T_{β} moins 30°C, en obtenant une structure de grains équiaxes ;
- d) traitement thermique comportant les sous-étapes suivantes :

d1) mise en solution à une température voisine de la température de forgeage, pendant une durée inférieure à deux heures,

d2) vieillissement à une température comprise entre 750°C et 950°C pendant une durée supérieure à 16 heures, permettant une croissance de phase durcissante orthorhombique O ;

d3) traitement effectué dans une plage de températures de 100°C autour de la température d'utilisation déterminée pour le matériau, les vitesses de refroidissement entre les paliers du traitement thermique étant déterminées en fonction des caractéristiques d'emploi recherchées pour le matériau, en tenant compte de leur influence sur la taille des lattes de la phase durcissante orthorhombique O.

5. Alliage intermétallique selon l'une des revendications 2 ou 3 caractérisé en ce que à l'étape a), la fusion est réalisée par double fusion à l'arc sous vide.

6. Alliage intermétallique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce qu'un traitement thermique lui conférant une tenue au fluage optimisée lui est appliqué, comportant les étapes suivantes :

- a) mise en solution à une température de β transus moins 25°C pendant une heure ;
- b) vieillissement à une température comprise entre 875°C et 925°C pendant 24 heures, suivi d'un refroidissement rapide ;
- c) traitement de revenu effectué à la température d'utilisation déterminée pour le matériau.

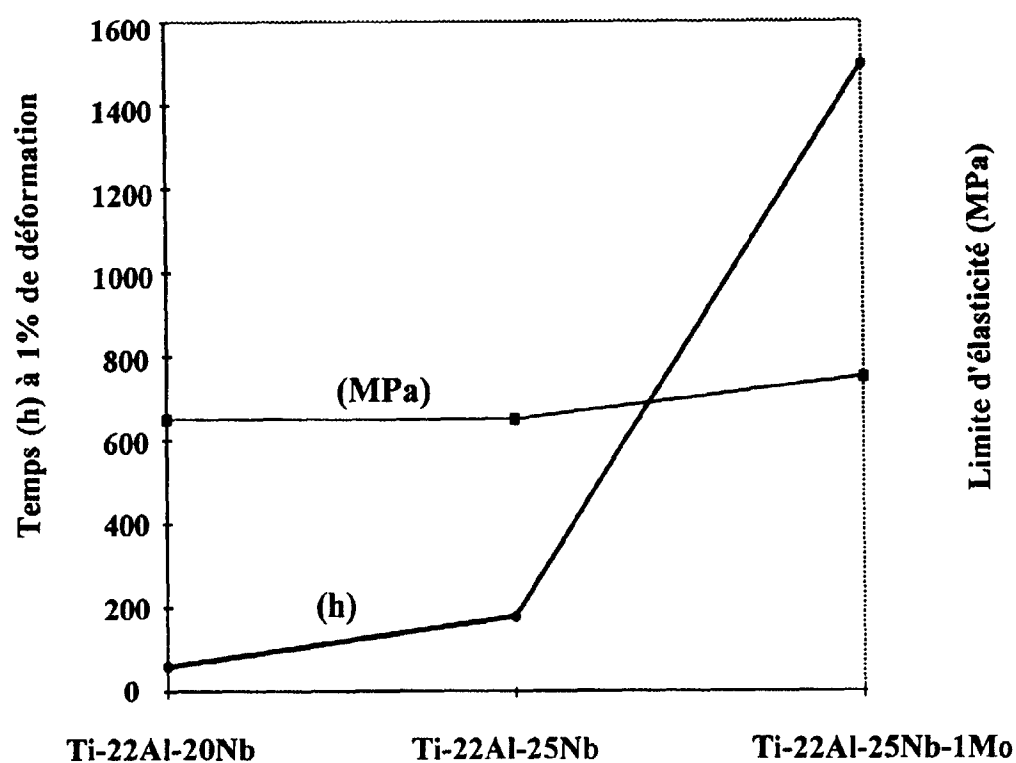
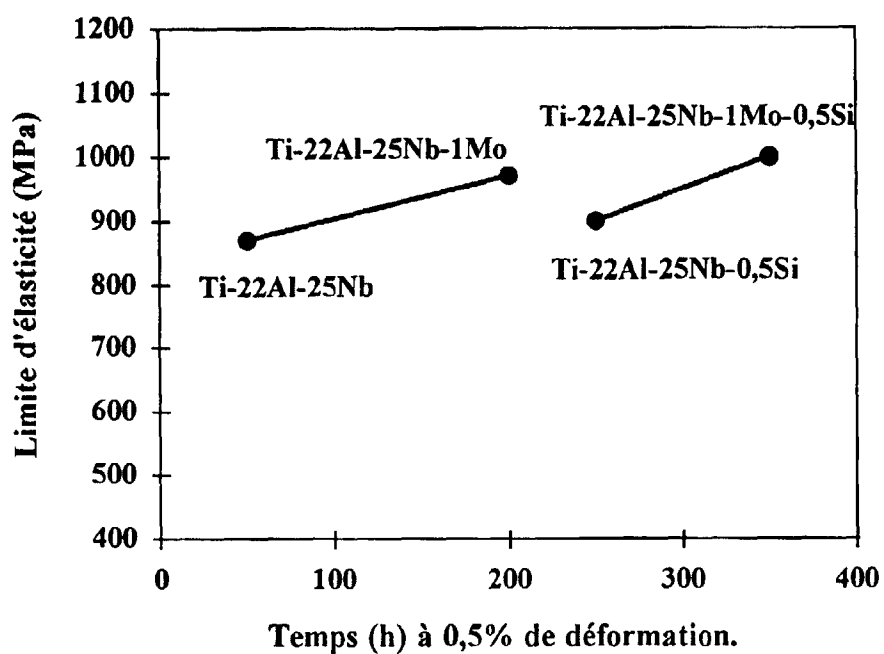
7. Alliage intermétallique selon la revendication 5 caractérisé en ce que le traitement de revenu est effectué à 550°C pendant 48 heures pour une température d'utilisation de 550°C.

8. Alliage intermétallique selon la revendication 5 caractérisé en ce que le traitement de revenu est effectué à 650°C pendant 24 heures pour une température d'utilisation de 650°C.

9. Alliage intermétallique selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'un traitement thermique lui conférant une déformabilité d'au moins 10 % à la température ambiante lui est appliqué, comportant les étapes suivantes :

- a) mise en solution à une température comprise entre la température de β transus moins 35°C et la température de β transus moins 15°C pendant au moins deux heures ;
- b) vieillissement à une température de 900°C $\pm$ 50°C pendant une durée supérieure à 16 heures.

10. Alliage intermétallique selon la revendication 8 caractérisé en ce qu'un revenu est effectué dans une plage de température de 100°C autour de la température d'utilisation déterminée pour le matériau et lui confère un durcissement supplémentaire après sa mise en oeuvre.

**Fig : 1****Fig : 2**

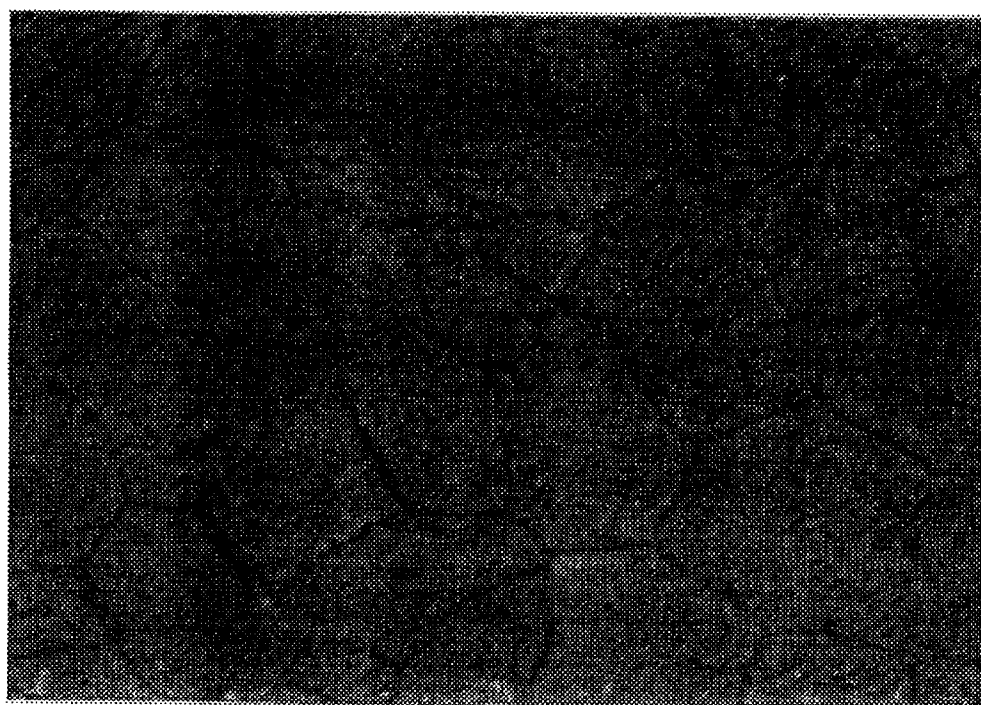


Fig : 3

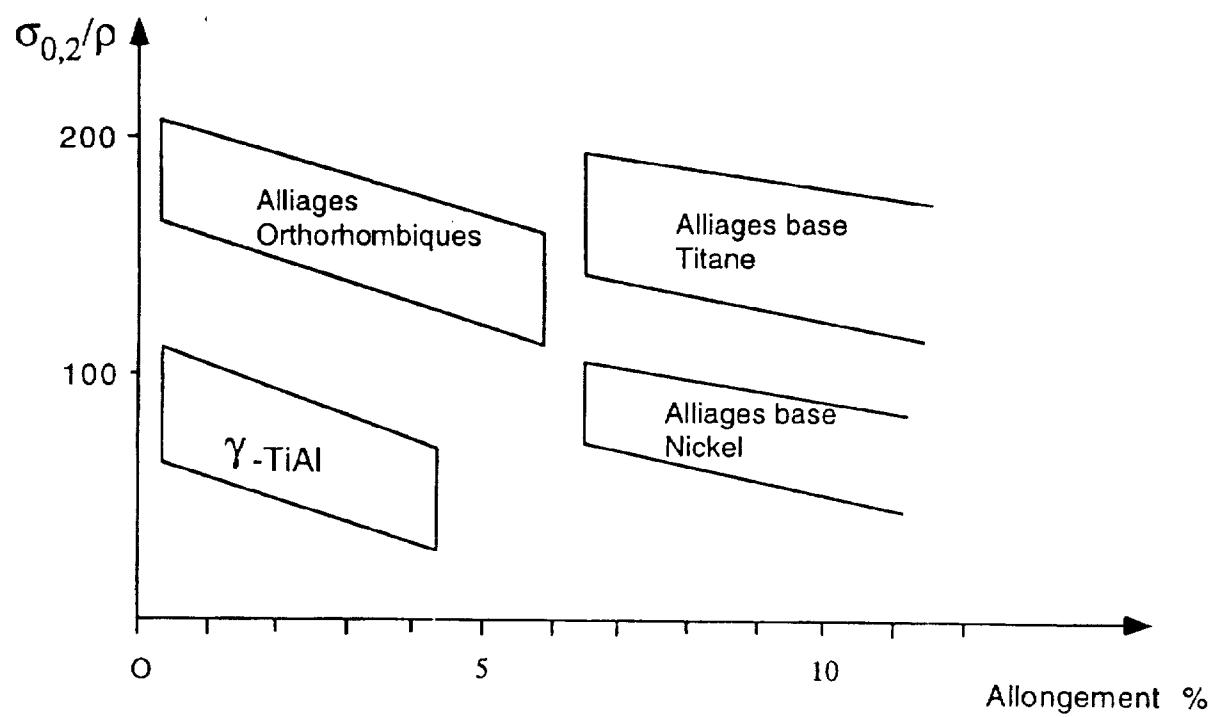
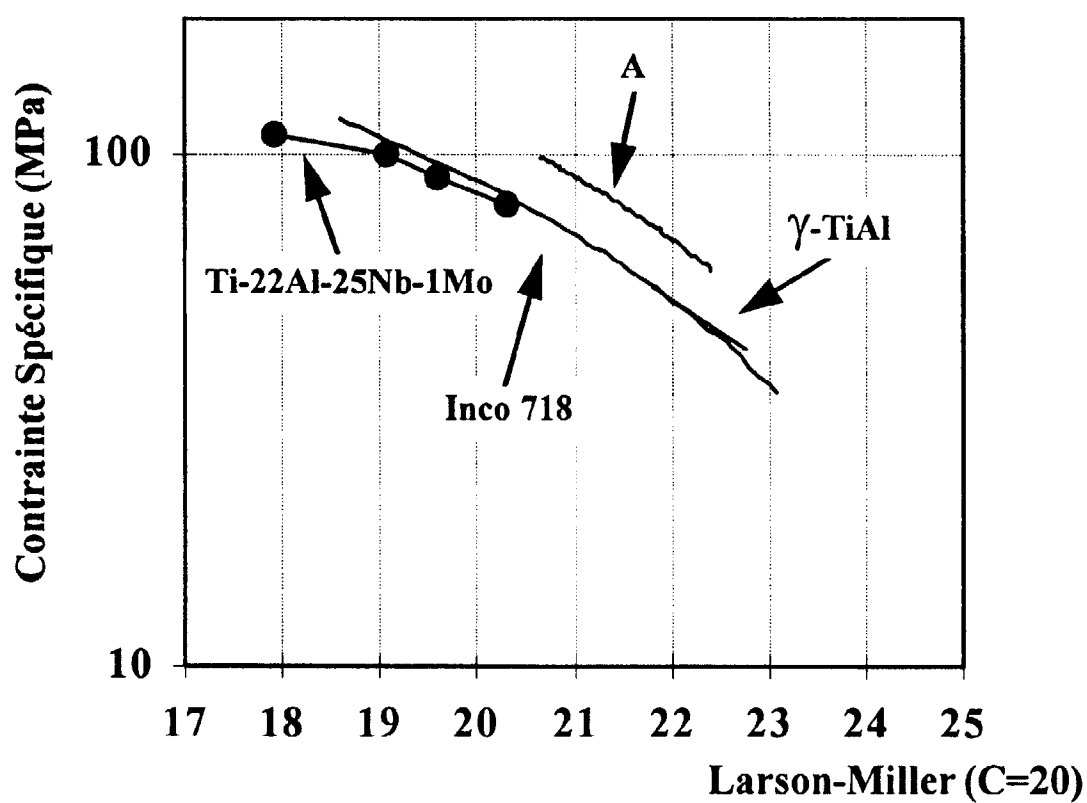
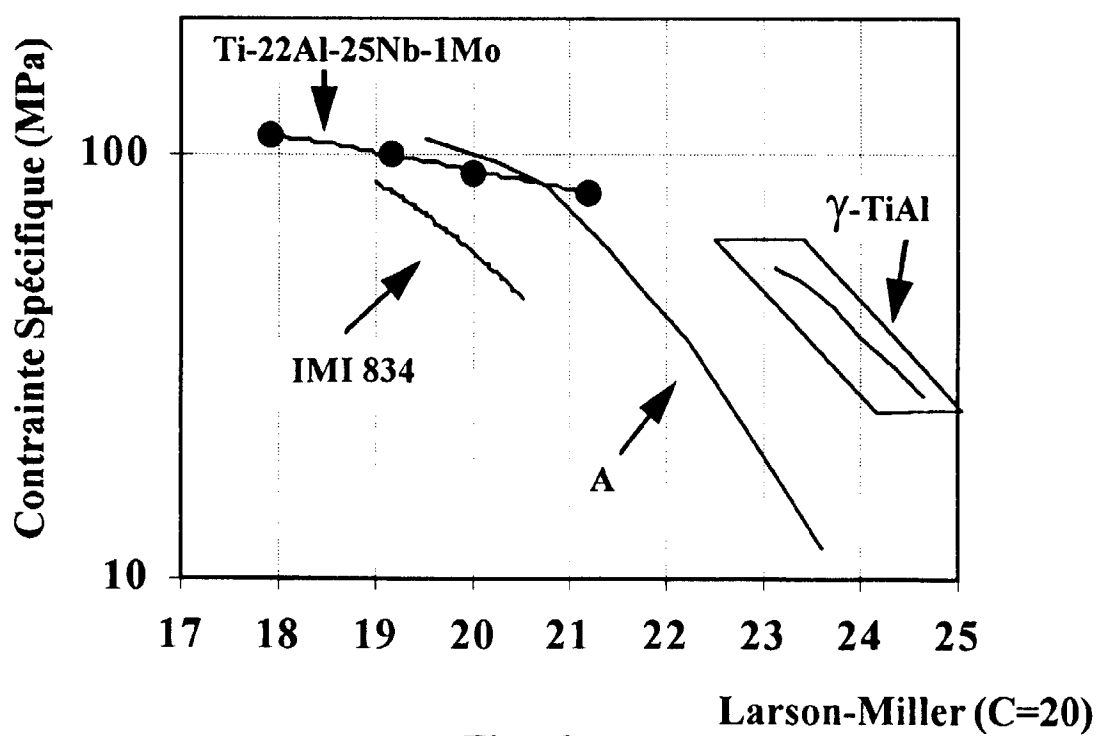
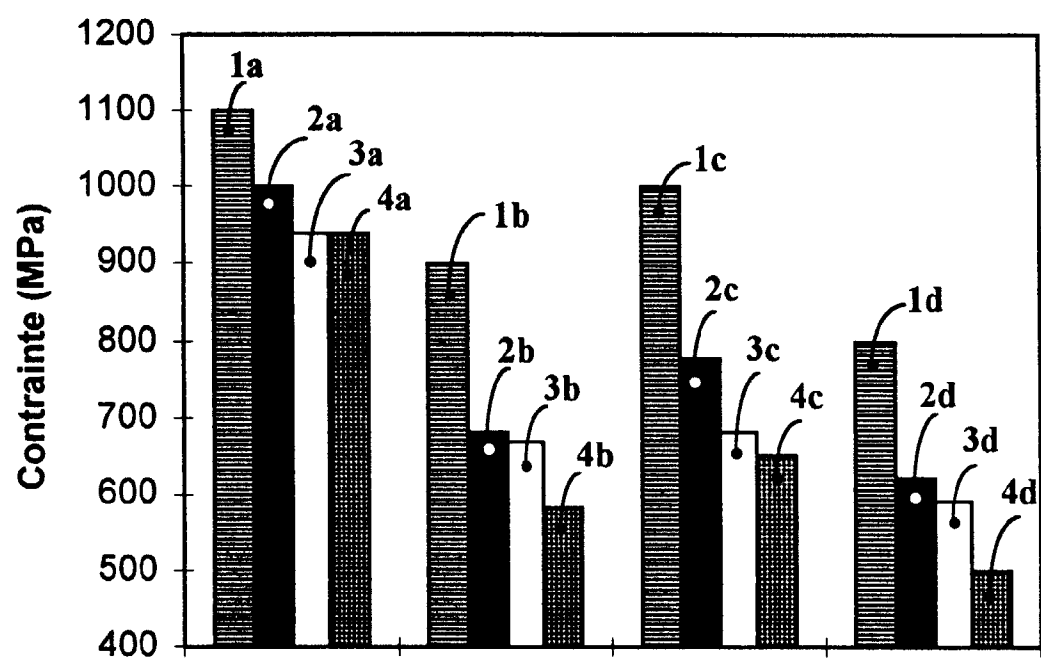
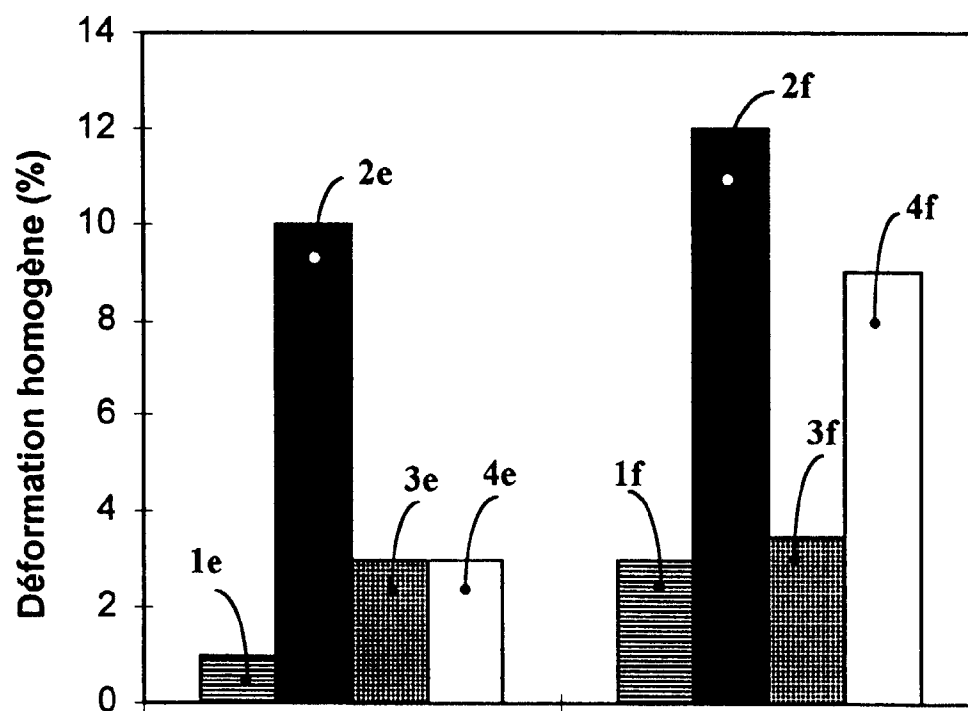


Fig : 4

**Fig : 5****Fig : 6**

**Fig :7****Fig : 8**

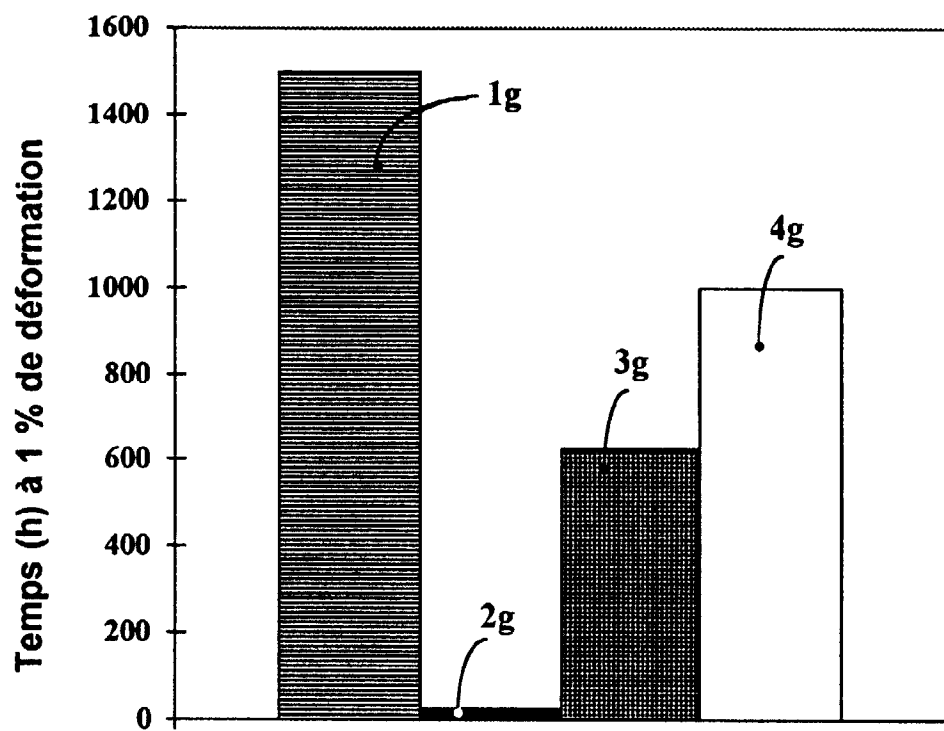


Fig 9

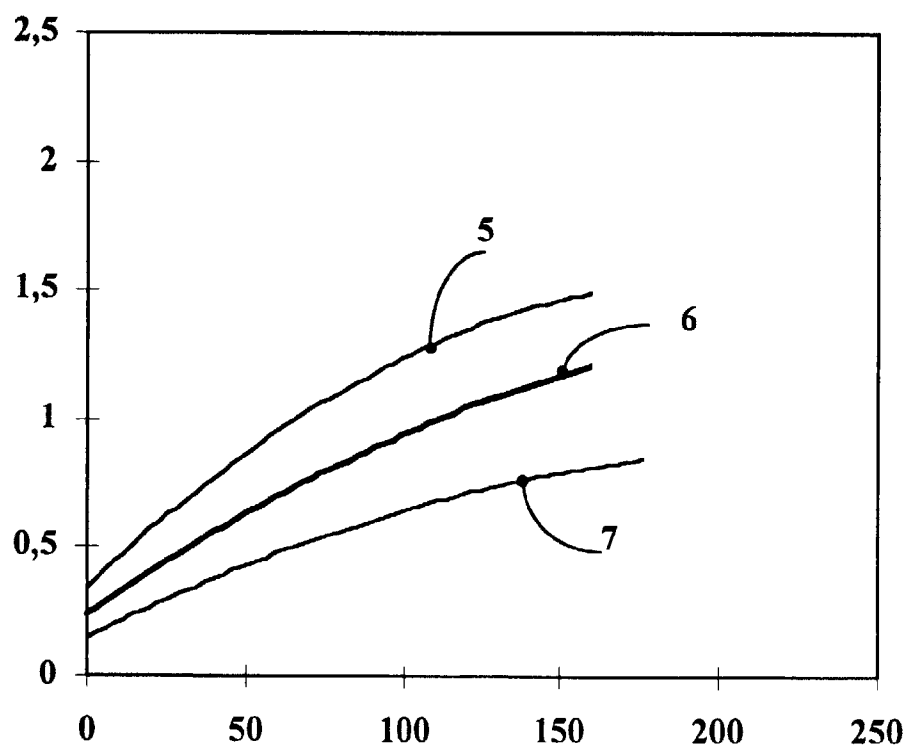


Fig 10



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 3187

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)
X	WO 92 09713 A (ONERA) 11 juin 1992 * revendications 1,2,7 * ---	1	C22C14/00 C22C27/02 C22F1/18
X	FR 2 674 257 A (ARMINES, ONERA, SNECMA) 25 septembre 1992 * le document en entier * ---	1	
A	EP 0 539 152 A (GENERAL ELECTRIC COMPANY) 28 avril 1993 * revendications 1-5 * ---	1	
A	EP 0 388 527 A (GENERAL ELECTRIC COMPANY) 26 septembre 1990 * revendications 1-12,17-24 * ---	1	
A	US 5 442 847 A (SEMIATIN ET AL.) 22 août 1995 * revendications 1-16 * ---	2-4	
A	EP 0 464 366 A (ASEA BROWN BOVERI AG) 8 janvier 1992 * le document en entier * -----	2-4,9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C22C C22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25 mars 1999	Examineur Lippens, M
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	

EPO FORM 1503 03/82 (P4/02/92)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 98 40 3187

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

25-03-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9209713 A	11-06-1992	FR 2669644 A	29-05-1992
		AT 126277 T	15-08-1995
		DE 69112078 D	14-09-1995
		DE 69112078 T	18-04-1996
		EP 0559740 A	15-09-1993
		JP 6505769 T	30-06-1994
		US 5486242 A	23-01-1996
FR 2674257 A	25-09-1992	US 5284618 A	08-02-1994
EP 539152 A	28-04-1993	US 5205984 A	27-04-1993
		JP 5214470 A	24-08-1993
EP 388527 A	26-09-1990	US 5032357 A	16-07-1991
		CA 2010672 A	20-09-1990
		DE 68916414 D	28-07-1994
		DE 68916414 T	16-02-1995
		JP 2247345 A	03-10-1990
US 5442847 A	22-08-1995	EP 0685568 A	06-12-1995
		JP 7331364 A	19-12-1995
EP 464366 A	08-01-1992	DE 59103639 D	12-01-1995
		US 5190603 A	02-03-1993

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82