

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

①1 N° de publication :

**2 554 130**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

**84 15595**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : C 22 F 1/18 // C 22 B 14/00.

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 11 octobre 1984.

③0 Priorité : US, 31 octobre 1983, n° 547,270.

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 18 du 3 mai 1985.

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

⑦1 Demandeur(s) : UNITED TECHNOLOGIES CORPORA-  
TION. — US.

⑦2 Inventeur(s) : Douglas Michael Berczik, George Brodi et  
Thomas Edward O'Connel.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : R. Baudin.

⑤4 Procédé de traitement d'alliages de titane.

⑤7 La présente invention concerne un procédé pour améliorer le comportement de la croissance des fissures dans un alliage de titane de type alpha bêta contenant des quantités substantielles de stabilisateur de phase bêta et au moins 3 % de Mo et ayant une température de transition de phase bêta donnée.

Le procédé consiste à forger la matière à une température supérieure à la température de transition de la phase bêta, refroidir à une vitesse contrôlée au travers de la température de transition bêta, chauffer jusqu'à une température d'environ 28 °C-83 °C inférieure à la température de transition bêta, refroidir l'alliage à une vitesse dépassant celle produite par refroidissement à l'air et vieillir la matière entre environ 482 °C et 593 °C.

L'invention est par exemple utilisable dans les applications aérospatiales.



500 x

FR 2 554 130 - A1

- 1 -

La présente invention concerne un procédé de traitement d'alliages de titane du type alpha - bêta de haute résistance, en particulier des alliages du type  
5 alpha-bêta contenant des quantités substantielles de stabilisateur de phase bêta et au moins 3% de molybdène.

Des alliages de titane de haute résistance sont largement utilisés dans des applications aérospatiales. L'une de ces applications est dans les disques des moteurs  
10 à turbine à gaz. Les disques des moteurs à turbine à gaz soutiennent et maintiennent les pales de compresseur disposées à la périphérie des disques et tournent à des vitesses de l'ordre de 10 000 tpm. En fonctionnement, des contraintes substantielles sont rencontrées et ces  
15 contraintes sont habituellement, en partie, cycliques. De telles contraintes fluctuantes sont reconnues comme provoquant des cassures de fatigue. Dans le cas habituel de cassures de fatigue, une fissure débute à une  
amorce de crrique ou défaut de surface ou de sous-surface,  
20 et ensuite la fissure s'aggrandit ou se propage du fait des contraintes fluctuantes. La croissance de la fissure diminue l'aire de métal disponible pour résister aux contraintes, augmentant ainsi l'effet de la contrainte et provoquant des vitesses de croissance plus rapides  
25 des fissures.

Il est bien entendu souhaitable qu'aucune cassure de fatigue ne se produit. Ceci cependant n'est habituellement pas possible. Il n'est également pas possible de se fier à l'absence de cassures de fatigue  
30 dans des applications où de telles cassures peuvent provoquer des dégâts. En conséquence, il est souhaitable que la fissure de fatigue, une fois qu'elle a commencé, croisse aussi lentement que possible. Une faible vitesse de croissance de la fissure permet la détection d'une  
35 telle fissure pendant une inspection de routine, avant que la cassure ne se produise.

Il existe de nombreux procédés pour améliorer

- 2 -

les diverses propriétés mécaniques d'alliages de titane. La plupart de ces procédés ont été focalisés sur les propriétés statiques du titane telles que la résistance à l'allongement et la résistance à la traction et la résistance au fluage. La présente invention concerne typiquement le problème de la vitesse de croissance des fissures dans un alliage largement utilisé: Ti-6-2-4-6.

Les brevets US numéros 2 968 586 et 2 974 076 sont des brevets décrivant l'état de la technique dans le domaine des alliages de titane du type alpha-bêta et diverses séquences de traitements thermomécaniques possibles pour de tels alliages. Le brevet US 2 974 076 décrit que des traitements thermiques comportant une trempe depuis une température supérieure à la température de transition bêta ne sont pas souhaitables en ce qu'ils réduisent la résistance à la traction et la ductilité des alliages par rapport à une trempe depuis une température inférieure à la température de transition bêta (colonne 3, dernier paragraphe complet). Les revendications 8 et 9 de ce brevet US 2 974 076 décrivent un procédé thermique comportant un traitement à une température supérieure à la température de transition bêta, refroidir lentement jusqu'à une température inférieure à la température de transition bêta, équilibrer à une température proche mais inférieure à la température de transition bêta suivie de trempe rapide. Aucune suggestion n'est faite pour une déformation à une température supérieure à la température de transition bêta. Le brevet US No. 2 968 586 décrit la trempe comme un moyen de produire une structure de Widmanstätten et enseigne une vitesse de refroidissement depuis environ 1,7 à 16,6°C par minute (colonne 3, lignes 23-25).

Les brevets US numéros 3 901 743 et 4 053 330 concernent un traitement d'alliages de titane. Le brevet US 3 901 743 décrit spécifiquement l'alliage Ti-6-2-4-6

- 3 -

et enseigne un procédé consistant à partir d'une matière forgée, soumettre cette matière à un traitement thermique de mise en solution à une température légèrement inférieure à la température de transition bêta (la température de transition bêta étant  $946^{\circ}\text{C}$ ) et le traitement thermique suggéré étant  $871^{\circ}\text{C}$ - $927^{\circ}\text{C}$ , la trempe jusqu'à température ambiante, le réchauffement jusqu'à  $760$ - $871^{\circ}\text{C}$  et le vieillissement consécutif à  $510$ - $593^{\circ}\text{C}$ . En conséquence, on ne voit pas que cette référence décrit l'invention de la présente demande de brevet à décrire ci-dessous. Le procédé décrit dans le brevet US 4 053 330 comprend les étapes de forger à une température supérieure à la température de transition bêta, tremper rapidement pour produire une structure martensitique, et tremper à une température intermédiaire. La trempe est enseignée comme étant mise en oeuvre en utilisant un milieu liquide qui produirait de façon inhérente la vitesse de trempe de l'ordre de  $555^{\circ}\text{C}$  par minute.

Le brevet US No. 4 309 226 décrit un procédé thermomécanique pour le traitement d'alliages de titane presque de type alpha et typiquement un alliage connu sous la désignation Ti-6-2-4-2 (6Al, 4 Zr, 2Mo, complément titane). Le procédé est similaire en de nombreux points de vue au procédé selon l'invention mais étant donné qu'il est appliqué à un alliage sensiblement différent, un alliage presque alpha plutôt que l'alliage selon l'invention qui pourrait être décrit comme un alliage de type alpha-bêta, les résultats obtenus ne seraient pas ceux obtenus par l'application du procédé à la classe d'alliage décrit dans la présente invention. En particulier, à cause de la faible teneur en Mo, il n'y aurait pas de formation de phase d'interface fixe en Mo qui est observée dans la matière traitée selon la présente invention.

Selon la présente invention une classe d'alliage de titane, exemplifié par Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, est

soumise à un traitement thermomécanique pour obtenir une résistance améliorée à la croissance des fissures. La matière est forgée à une température supérieure à la

5 température de transition bêta, refroidie au travers de la température de transition bêta à une vitesse de 11-55°C par minute, soumise à un traitement thermique à une température proche mais inférieure à la température de transition bêta et soumise à un vieillissement.

10 La structure résultante comprend des plaquettes alpha dans une matrice bêta, ces plaquettes étaient entourées par une zone riche en Mo, et la structure est également libre de limites de grains alpha.

La structure résiste à la propagation des

15 fissures dues à la fatigue.

Pour que l'invention puisse être mieux comprise, référence est faite aux dessins suivants où:

La figure 1 est une microphotographie d'une matière traitée selon la présente invention;

20 la figure 2 montre la durée de vie de la croissance de fissures pour une matière de Ti-6-4-2-6 traitée selon diverses conditions;

la figure 3 compare la limite de fluage pour la matière de la présente invention à la limite

25 de fluage d'un procédé connu dans la technique;

et la figure 4 compare une vitesse de croissance de fissures en fonction de la température de la matière traitée selon la présente invention et pour une matière traitée selon l'état de la technique .

30 La présente invention concerne un procédé thermomécanique pour créer des propriétés mécaniques améliorées dans certains alliages de titane. Le procédé a été développé et porté à un rendement maximum en rapport avec un alliage ayant une composition nominale

35 de 6% Al, 2% Sn, 4% Zr, 6% Mo, le complément étant essentiellement du titane (Ti-6-2-4-6) et sera décrit en rapport avec cet alliage. Les intervalles de composition

- 5 -

des éléments dans cet alliage disponible dans le commerce sont tous à  $\pm 0,5\%$  à partir de la valeur nominale indiquée à l'exception de Sn qui est plus ou moins  $0,25\%$ . Il est  
5 admis que certains autres alliages profiteront également du procédé. Le principal autre alliage disponible dans le commerce qui pourrait également être amélioré avec le procédé selon l'invention est un alliage appelé Ti-17 dont la composition nominale est  $5\%$  Al,  $2\%$  Sn,  $2\%$  Zr ,  
10  $4\%$  Mo,  $4\%$  Cr, le complément étant essentiellement du titane. De nouveau les intervalles sont à  $0,5\%$  à l'exception de Sn et Zr qui sont à  $\pm 0,25\%$ . Ces deux alliages sont des alliages de type alpha - bêta avec une teneur élevée en stabilisateur de phase bêta (au moins  $10\%$  en  
15 poids) de sorte que la phase bêta est relativement stable. Ces alliages sont également des alliages durcissables, des alliages dont des sections épaisses peuvent être entièrement durcies par trempe depuis une température supérieure à la température de mise en solution de la  
20 phase bêta. Comme on l'a commenté ci-dessous , la teneur relativement élevée en molybdène (supérieure à  $3\%$ ) des alliages est également significative.

La première étape du procédé est une étape de forgeage mise en oeuvre à une température supérieure à la  
25 température de transition bêta , de préférence de environ  $14^{\circ}\text{C}$ - $36^{\circ}\text{C}$  supérieure à la température de transition bêta. Un forgeage "isothermique" a été utilisé en employant des matrices chauffées mais des fluctuations de températures de forgeage raisonnables, en particulier  
30 dans l'intervalle de  $14^{\circ}\text{C}$ - $36^{\circ}\text{C}$  sont dans les limites de l'invention. La quantité et le taux de déformation sont choisis pour être suffisants pour recristalliser la matière et pour créer des limites de grains distordues ou rugueuses. Typiquement une réduction équivalente à au moins  $10\%$   
35 et de préférence au moins  $25\%$  sera suffisante.

Après l'étape de déformation isothermique, la matière est refroidie depuis la température de forgeage

- 6 -

isothermique (de préférence inférieure à environ  $538^{\circ}\text{C}$ ) à une vitesse contrôlée. La vitesse est contrôlée pour se situer entre environ  $11^{\circ}\text{C}$  à environ  $55^{\circ}\text{C}$  par minute.

- 5 Cette étape de refroidissement avec vitesse contrôlée est critique pour obtenir la microstructure souhaitée qui sera décrite ci-dessous. Une vitesse de refroidissement plus lente conduira à la formation d'une structure aciculaire grossière qui n'empêchera pas de façon
- 10 satisfaisante la croissance des fissures. Si la vitesse est trop élevée, la microstructure aciculaire souhaitée ne sera pas obtenue.

- La matière est alors soumise à un traitement thermique à une température proche mais en-dessous de la
- 15 température de transition bêta, de préférence environ  $28^{\circ}\text{C}$  à  $83^{\circ}\text{C}$  en-dessous de la température de transition bêta pendant une période de temps de 0,5 - 5 heures. La matière est refroidie depuis cette température de traitement thermique à une vitesse équivalente à celle fournie par
- 20 un refroidissement par air ou plus rapide (de préférence jusqu'à une température inférieure à environ  $260^{\circ}\text{C}$ ).

- L'étape finale dans le procédé est une étape de vieillissement mise en oeuvre à une température depuis environ  $482^{\circ}\text{C}$  à environ  $649^{\circ}\text{C}$  pendant une période
- 25 de temps de 4-8 heures.

- La structure résultante est montrée dans la figure 1 et consiste en des plaquettes de phase alpha aciculaire entourées par une phase bêta. La longueur des plaquettes alpha par rapport à leur épaisseur est contrôlée
- 30 par la vitesse de refroidissement depuis <sup>la</sup> température de forgeage isothermique initiale et doit être entre environ 4 à environ 20. Si la vitesse est trop élevée, les plaquettes seront excessivement minces ( $l/d$  trop élevé) et ne fourniront pas les propriétés souhaitées. Une vitesse
- 35 de refroidissement lente résulte en une structure grossière qui ne résiste pas à la croissance des fissures. Lorsque la structure de la figure 1 est observée après que

- 7 -

les fissures se produisent, on observe que les fissures se propagent le long de l'interface entre les aiguilles alpha et la matrice de phase bêta. Pour cette raison il  
5 est souhaitable que les plaquettes ne soient pas trop longues et que les plaquettes aient une morphologie enchevêtrée (en panier de basket) . Si la longueur des plaquettes est relativement petite, et que les plaquettes sont orientées de façon aléatoire l'une par rapport  
10 à l'autre, alors le parcours de propagation de la fissure sera tortueux et la propagation de la fissure sera ralentie.

Une caractéristique observée pour la matière traitée selon la présente invention est qu'il y a une  
15 mince couche de composition modifiée à l'interface entre les plaquettes alpha et la matrice bêta. Cette composition de l'interface a une teneur élevée en molybdène, de l'ordre de 20-25% en poids. Il est admis que cette matière est tenace, ductile et résistante à la croissance  
20 des fissures et que le procédé selon l'invention permet d'obtenir un avantage substantiel du fait de cette phase à l'interface. Il est admis que cette matière d'interface à haute teneur en molybdène est développée pendant l'étape de traitement thermique. L'épaisseur  
25 est de l'ordre de  $10^{-4}$  mm. A cause de cette teneur élevée en molybdène il est admis que les alliages qui ne contiennent pas de quantités substantielles de molybdène (supérieures à 3%) ne produiront pas le comportement vis-à-vis de la croissance des fissures souhaitable qui est  
30 obtenu avec la matière de Ti-6-2-4-6 lorsqu'elle est traitée selon l'invention.

Certains des avantages de la présente invention sont démontrés dans les exemples illustratifs suivants . On a forgé isothermiquement une matière Ti-6-2-4-6 (ayant  
35 une température de transition bêta d'environ 946°C) à 982°C pour obtenir un taux de réduction d'environ 66% . On a alors refroidi la matière à une vitesse d'environ



- 8 -

22°C par minute jusqu'à une température de 538°C (et ensuite on a refroidi à l'air jusqu'à température ambiante). Des échantillons de cette matière ont alors été soumis à diverses températures entre 866°C et 916°C, c'est-à-dire à une température d'environ 80,5°C à 30,5°C inférieure à la température de transition bêta. La plupart des échantillons ont ensuite été vieillis à 593°C durant 8 heures et testés dans un essai qui donnait une indication relative de la vitesse de croissance des fissures. Les résultats sont donnés dans la figure 2. D'après cette figure 2 on peut voir qu'une température d'environ 885°C ou 61°C inférieure à la température de transition bêta semble donner la vitesse de croissance des fissures optimum. Il semble également que les échantillons qui ont été vieillis à 593°C avaient des propriétés supérieures à ceux qui ont été vieillis à 621°C. Également comme il est montré dans la courbe il y a un seul point qui montre le comportement de la matière à qui on a donné un traitement standard connu dans la technique comportant une trempe à l'huile depuis 982°C et un traitement thermique ultérieur à 830°C. Il est évident que la matière selon la présente invention était sensiblement supérieure à la matière connue dans la technique.

La figure 3 montre un graphique du paramètre de Larson-Miller en fonction du temps pour une limite de fluage de 1% pour la matière selon l'invention et une matière traitée selon un procédé connu dans la technique (traitement de mise en solution à une température inférieure à la température solvus, refroidissement rapide, vieillissement à 593°C); on peut voir que pour des conditions similaires de températures de contrainte, la matière selon l'invention a une limite de fluage double de la matière connue dans la technique. D'autres tests ont été mis en oeuvre où la durée de vie de la croissance d'une fissure est représentée en fonction de la température pour la matière selon l'invention et la matière connue dans la technique et

les résultats sont montrés dans la figure 4. De nouveau, on peut voir que la matière selon l'invention est supérieure à la matière connue dans la technique (le même  
5 procédé connu dans la technique que pour la matière de la figure 3) bien que le degré de supériorité diminue quelque peu lorsque la température augmente.  
Dans les figures 2 et 4, B représente l'épaisseur de l'échantillon testé et R est le rapport de la contrainte minimale  
10 à la contrainte maximale pendant l'essai.

Bien entendu diverses modifications peuvent être apportées par l'homme de l'art aux procédés qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs sans sortir du cadre de l'invention.

- 10 -

## Revendications:

1. Procédé pour améliorer le comportement de la croissance des fissures d'une matière en alliage de titane du type alpha-bêta contenant des quantités substantielles de stabilisateur de phase bêta et au moins 3% Mo, et ayant une température de transition de phase bêta donnée, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :
  - 10 a. forger la matière à une température supérieure à la température de transition de la phase bêta d'une quantité suffisante pour produire une recristallisation
  - b. refroidir la matière au travers de la
  - 15 température de transition bêta, à une vitesse d'environ 11°C à 55°C par minute
  - c. soumettre la matière à un traitement thermique à une température entre environ 28°C et environ 83°C inférieure à la température de transition bêta
  - 20 d. refroidir l'alliage à une vitesse égale ou dépassant celle produite par refroidissement à l'air
  - e. vieillir la matière.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de forgeage est mise en oeuvre à une
- 25 température entre environ 14°C et 36°C supérieure à la température de transition de la phase bêta.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la matière est forgée d'une quantité équivalente à un taux de réduction d'au moins 10%.
- 30 4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la matière est forgée d'une quantité équivalente à un taux de réduction d'au moins 25 %.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape b, la matière est refroidie
- 35 jusqu'à une température inférieure à 538°C.
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le traitement thermique dans l'étape c est mis

- 11 -

en oeuvre durant environ 0,5 - 5 heures.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape d la matière est refroidie jusqu'à  
5 une température inférieure à 260°C.
8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans l'étape e, le vieillissement est mis en oeuvre entre environ 482°C et 593°C durant environ 2 à environ 10 heures.
- 10 9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'alliage est Ti-6-2-4-6.
10. Procédé de traitement thermomécanique d'articles en alliage de titane (composition nominale 6% Al, 2% Sn, 4% Zr, 6% Mo, le complément est essentiellement du titane)  
15 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :
- a. forger la matière d'une valeur équivalente à un taux de réduction d'au moins 10% à une température entre environ 14°C et environ 36°C inférieure à la température de mise en solution de la phase gamma prime,
  - 20 b. refroidir la matière jusqu'à une température inférieure à 538°C en une vitesse entre environ 11°C et environ 55°C par minute ,
  - c. soumettre la matière à un traitement thermique à une température d'environ 28°C à 83°C inférieure  
25 à la température de mise en solution de la phase gamma prime durant environ 0,5 - 5 heures ,
  - d. refroidir la matière jusqu'à une température inférieure à environ 260°C à une vitesse égale ou dépassant celle produite par refroidissement à l'air
  - 30 e. vieillir la matière durant environ 2-10heures à une température entre environ 482°C et environ 649°C.
11. Article en alliage de titane résistant à une croissance de fissures caractérisé en ce qu'il comprend:
- a. une matrice de phase bêta contenant
  - 35 b. environ 20 à environ 90% en volume de plaquettes alpha ayant une valeur moyenne de l/d d'environ 4 à environ 20.

2554130

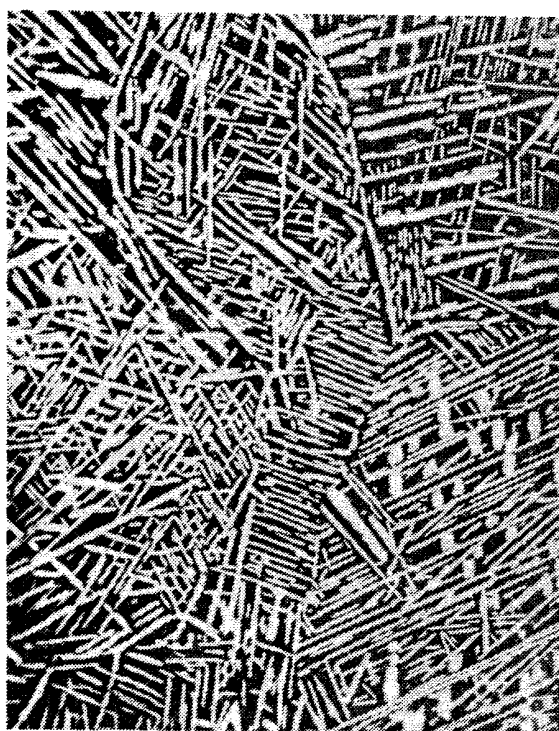
- 12 -

c. ces aiguilles étant entourées par une mince couche ayant une teneur en Mo élevée,

d. cette matière étant sensiblement libre  
5 de toute limite de grains continue de phase alpha.

PLANCHE I/III

**FIG. 1**



500 X

## PLANCHE II/III

	(°C)	(°F)	(°F)	(°C)
a -	896	-1645(1) - FAC	1100	- 593 (8)
b -	885	-1625(1) - FAC	1100	- 593 (8)
c -	885	-1625(1) - FAC	1150	- 621 (8)
d -	916	-1680(1) - FAC	1100	- 593 (8)
e -	830	-1525(1) - OQ	1100	- 593 (8)
f -	866	-1590(1) - FAC	1100	- 593 (8)
g -	866	-1590(1) - FAC	1150	- 621 (8)

e = procédé de la technique connue

Essai à température ambiante 689,5 MPa  
(100 ksi) de contrainte nominale  
R = 0,05, B = 0,3 in. = 7,62 mm  
Freq = 20 Hz  
(0.01 x 0.02 in) 0,025-0,50 mm de fissures  
superficielles

Durée de vie  
relative

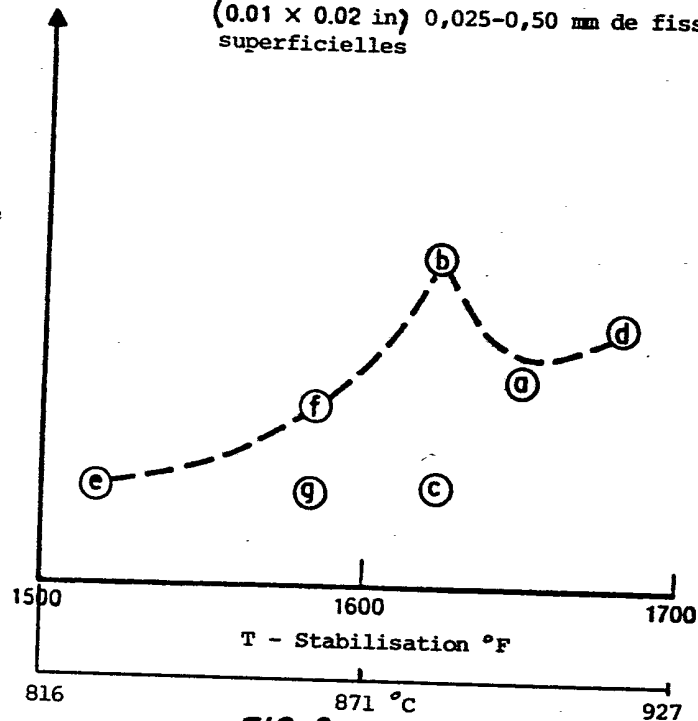
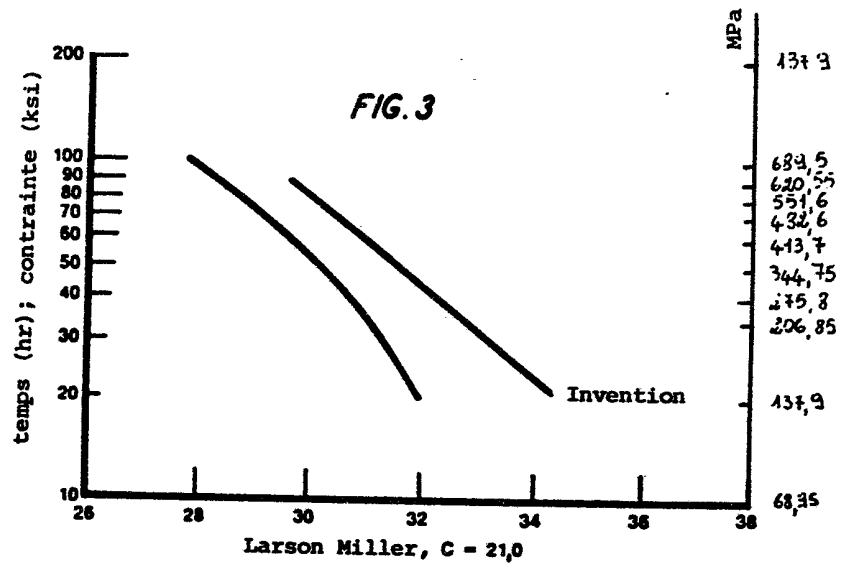


FIG. 2

## PLANCHE III/III

**FIG. 4**