



**Fondamentaux
microstructures/propriétés/procédés
pour l'intermétallique TiAl**

Marc THOMAS



retour sur innovation

Sommaire

- Introduction et historique
 - Pourquoi des aluminures de titane?
 - Alliages TiAl de première génération
- Facteurs métallurgiques prépondérants
 - Composition d'alliages
 - Microstructure et texture
- Optimisation du triptyque procédés/microstructures/propriétés
 - Filières de mise en œuvre
 - Avancées spectaculaires des dix dernières années
- Conclusion

Pourquoi des aluminures ?

Fort intérêt pour l'**aluminium** qui engendre une bonne **tenue à l'oxydation** grâce à la formation d'une couche plus ou moins protectrice d'alumine, permettant de repousser les limites de fonctionnement en température

	Densité (g/cm ³)	Module d'Young (GPa)	Allongement à 20°C (%)	K1c (MPa.m ^{1/2})	Température limite en fluage (°C)	Résistance à l'oxydation (°C)
Alliages de titane	4,5	110	10-20	35-60	550	600
Ti₃Al	4,2	145	2-5	25	700	650
TiAl	3,8	175	1-3	25	850	800
Superaliages	8,2	205	3-5	30-100	1100	1100
NiAl	5,9	190	<1	4-6	1200	1100
FeAl	5,6	260	4-6	30-55	550	750

Trop faible résistance au fluage des aluminures de nickel prometteurs (Ni₃Al, NiAl) par rapport aux alliages commerciaux base nickel -> **Essor des aluminures de titane**

Les aluminures de titane

1975-1982 :

- Développement de l'alliage **Ti-48Al-1V-0,1C** (at%) par les laboratoires **Wright-Patterson de l'US Air Force** pour des applications dans les turbines des moteurs militaires. Des résultats mitigés poussèrent les américains à se consacrer aux alliages intermétalliques à base de Ti_3Al qui offraient un grand domaine d'existence. Ces alliages comprenant des additions plus ou moins chargées et variées de tiers éléments tels que pour l'alliage Super α_2 (Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo at%) *, furent ainsi les premiers **alliages intermétalliques** connus à être commercialisés.

1982-1985 :

- Développement de l'alliage **Ti-49Al-1,5Mn** (at%) par les japonais (**NRIM**) avec l'objectif de ductiliser le composé TiAl. Leurs résultats prometteurs basés sur l'effet ductilisant de certains éléments comme le manganèse **, contribuèrent à un essor important des recherches au Japon dès 1984.

1985-1989 :

- Développement de l'alliage **Ti-48Al-2Cr-2Nb** (at%) par **General Electric**, l'alliage TiAl le plus connu actuellement***. Les additions de chrome et de niobium étaient motivées pour l'amélioration de la ductilité et de la tenue à l'oxydation respectivement. Cet alliage a passé la **certification FAA Part 33** le 15 mai 2007 en vue de son utilisation dans le **moteur GENx**

* M.J. Blackburn et M.P. Smith, *US Patent, N°4,716,020* (29 déc. 1987)

** T. Tsujimoto et K. Hashimoto : *High-Temperature ordered Intermetallic Alloys III*, eds. C.T. Liu et al, MRS, Pittsburgh, 133 (1990), 139

*** S.C. Huang, *US Patent, N°4,879,092* (7 nov. 1989)



Retour d'expérience : aubes de turbine BP chez GE

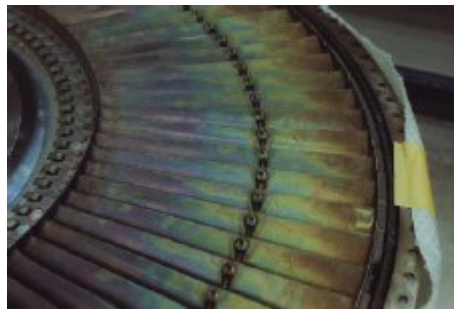
Bonne maîtrise des méthodologies et du design

Dernier challenge : réduction des coûts



GEnx (2007) Boeing 787

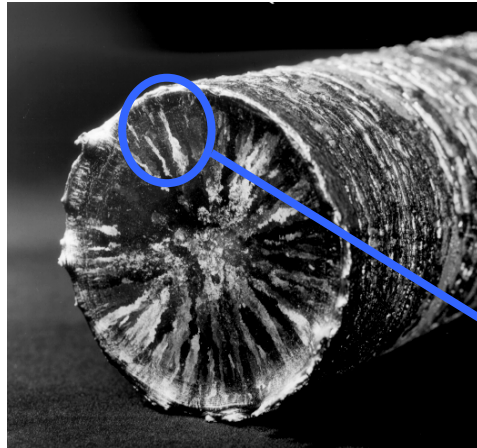
- Plus de 150 tonnes de lingots
- Fabrication de 9000 aubes de turbine BP
- 3000 heures d'essais moteur
- Plus de 40 vols d'essais



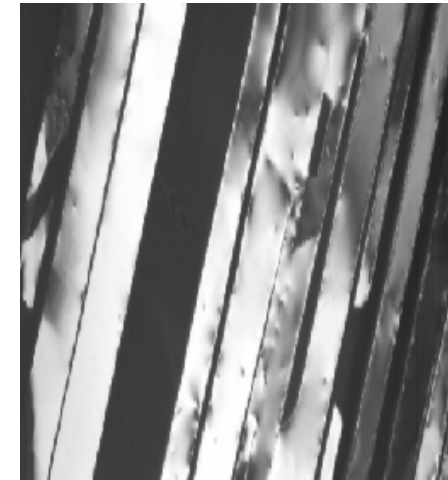
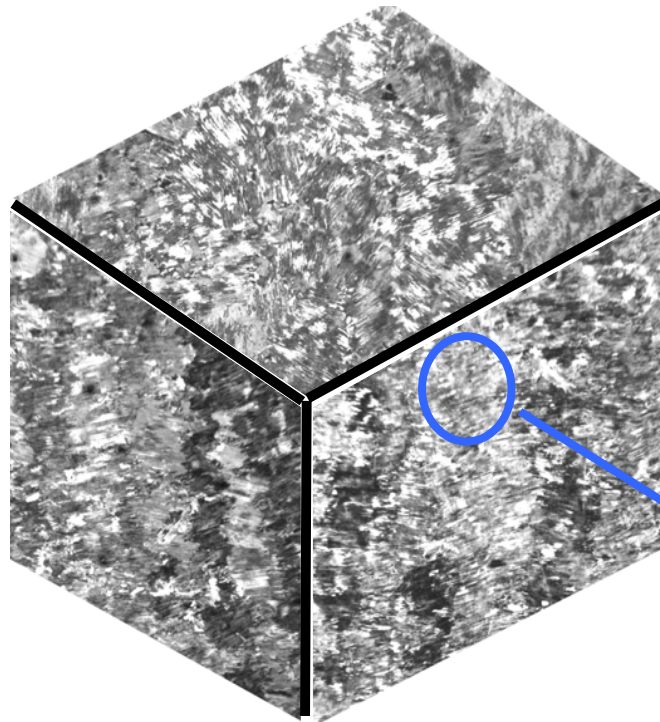
CF6 (1993)

Intervalle de composition, microstructure et traitements thermiques bien maîtrisés

Facteurs métallurgiques prépondérants



Etat brut de solidification : anisotropie de propriétés



Inconvénients :

Texture

Inhomogénéités

Porosités



Nécessité de jouer sur la composition ou la microstructure

Effet de la texture sur l'alliage Ti-47Al-2Cr-2Nb

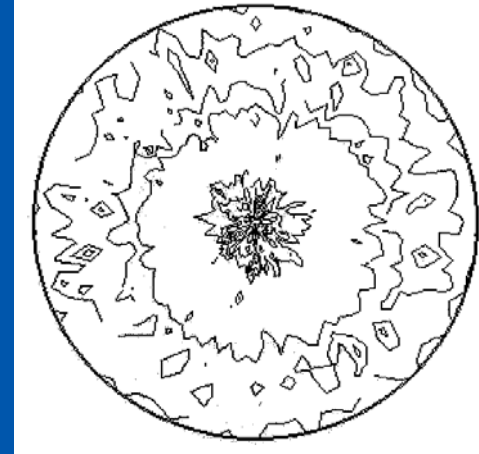
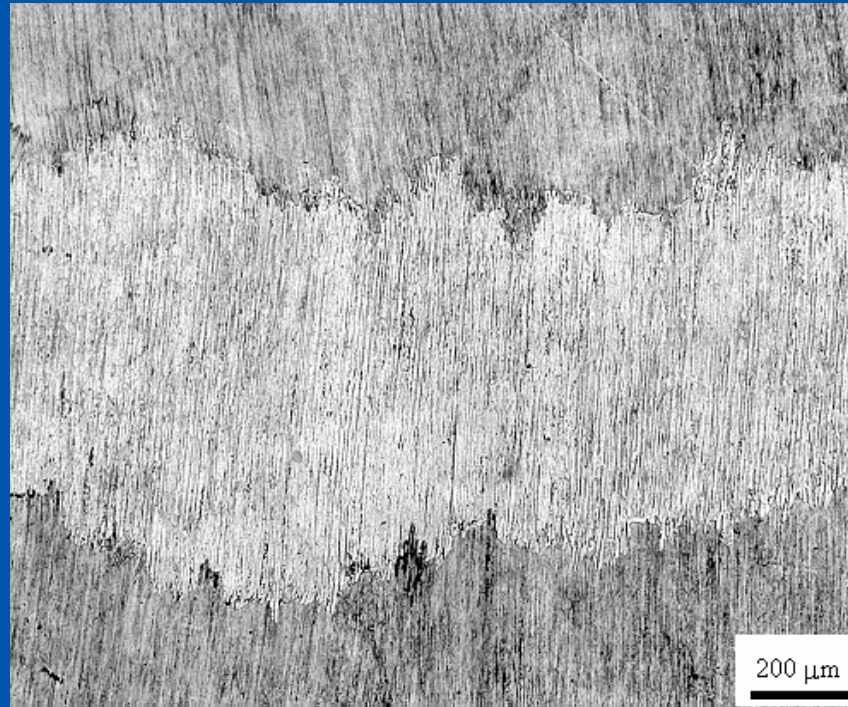
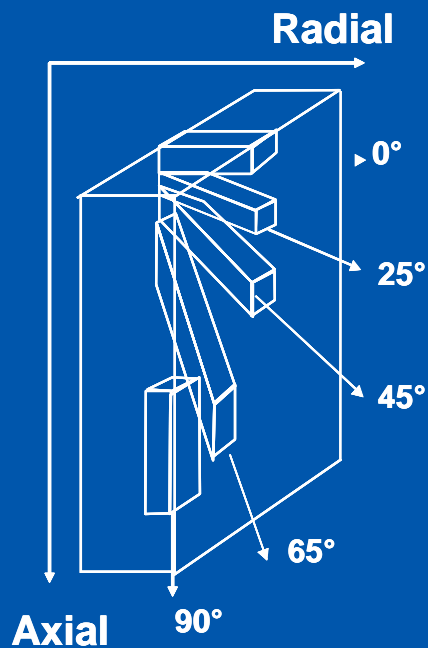


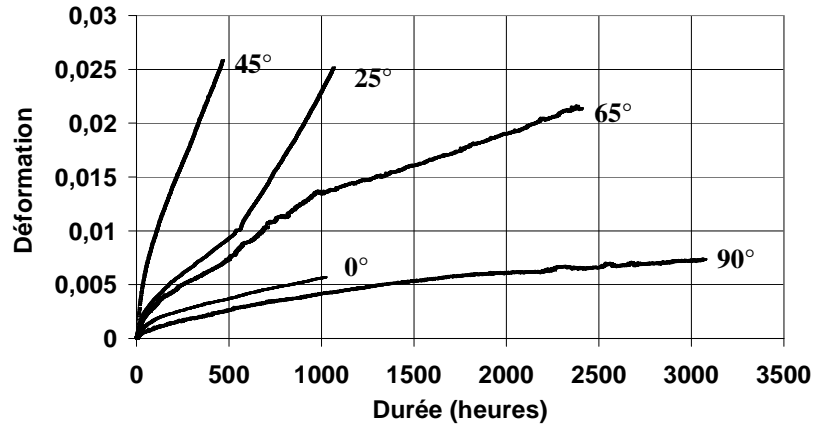
Figure de pole
expérimentale
de $\{111\}_\gamma$
(collab. Univ. Orsay)

$$Fv_{\alpha_2} = 4,2\%$$
$$\lambda_\gamma = 449\text{nm}$$
$$\lambda_{\alpha_2} = 62\text{nm}$$

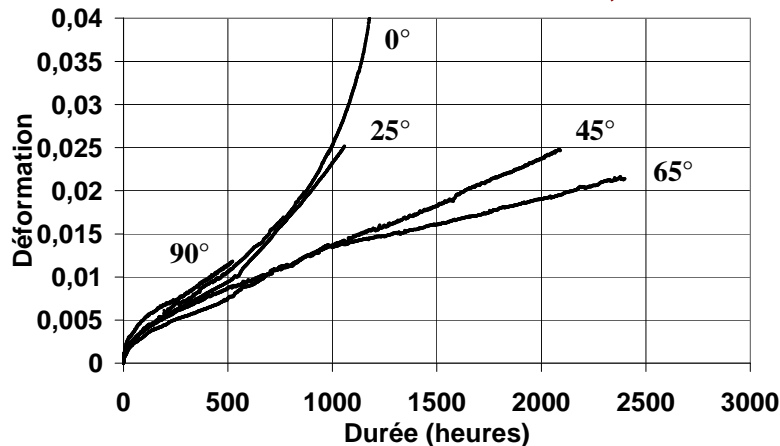
- 1° grains α allongés radialement au cours de la solidification
- 2° lamelles $\alpha_2 + \gamma$ orientées perpendiculairement au cours de la transformation solide

Caractérisation de l'anisotropie de propriétés

750°C et 150 MPa



750°C et $0,6 \times \sigma_{0,2}$

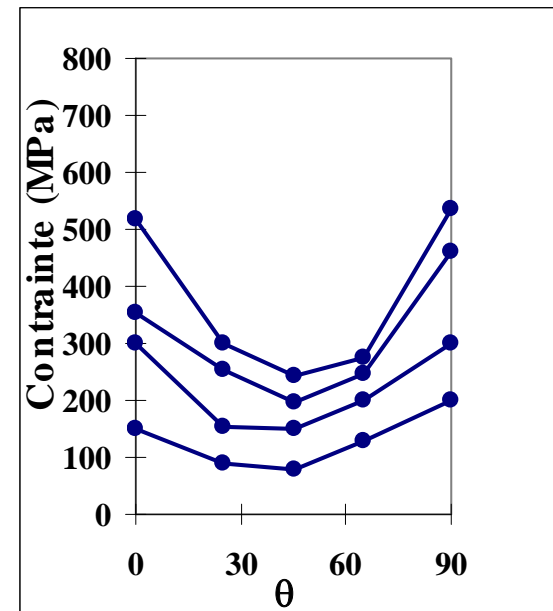


La résistance au fluage reflète la forte anisotropie de limite d'élasticité

Deux modes :

Mode « mou » :
libre parcours moyen = 13,2 μm

Mode « dur » :
libre parcours moyen = 0,77 μm



Interaction dislocations/macles/interfaces -> responsable de la forte anisotropie

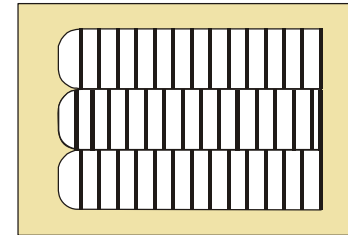
Zghal S. et al., *Phil. Mag. A*, 2001

Singh J.B. et al., *Phil. Mag. A*, 2006

Nuances TiAl

α 1^{ère} génération ($\gamma+\alpha_2$ colonnaire) 1985-1989

GE 48-2-2 (Ti-48Al-2Cr-2Nb)



α 2^{ème} génération ($\gamma+\alpha_2$ équiaxe) 1990-1996

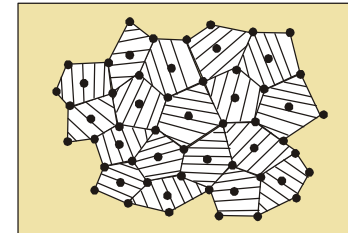
Howmet 45XD (Ti-45Al-2Nb-2Mn+0.8TiB₂)

Howmet 47XD (Ti-47Al-2Nb-2Mn+0.8TiB₂)

ABB-23 (Ti-47Al-2W-0.5Si-0.5B)

IHI (Ti-48Al-1.3Fe-1.1V-0.3B)

Plansee γ -MET (Ti-46Al-2.5Cr-1Nb-0.5Ta-0.01B)



α 3^{ème} génération ($\beta+\gamma+\alpha_2$ équiaxe) 1992-2010

K5-AF (Ti-46Al-3Nb-2Cr-0.2W-0.2B-0.2C)

Allisson 7 (Ti-46Al-5Nb-1W)

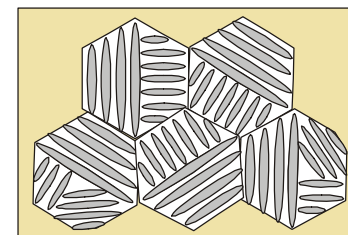
GKSS TNB (Ti-45Al-10(Nb,B,C))

ONERA G4 (Ti-47Al-1W-1Re-0.2Si)

GfE TNM (Ti-44Al-4Nb-0,7Mo-0,1B)

AMM Beijing (Ti-43Al-9V-0,3Y)

MHI (Ti-42Al-5Mn)



Nb	V	Mn	Cr	Mo
1	2,0	2,2	3,2	6,4

Pouvoir
 β -gène

Nuances TiAl

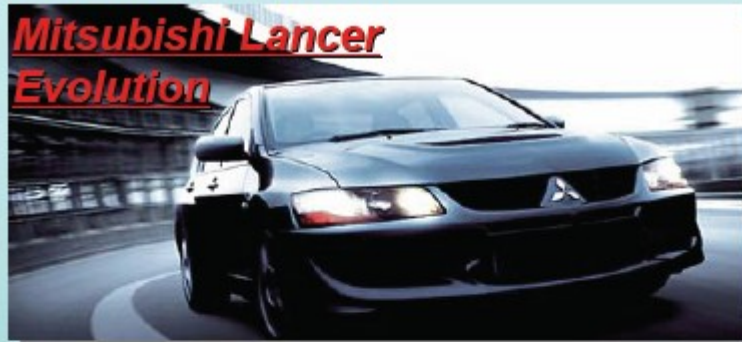
- ▣ **Tendance à une plus grande quantité d'éléments réfractaires :**
 - **pour réduire la texture (solidification β)**
 - **pour faciliter les étapes de corroyage (phase β déformable)**
 - **pour améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à l'oxydation (Nb, Ta, Cr, Mo, W, Re, Fe)**

- ▣ **Développement très poussé et encore évolutif sur les nuances « hautes températures » (800°C)**

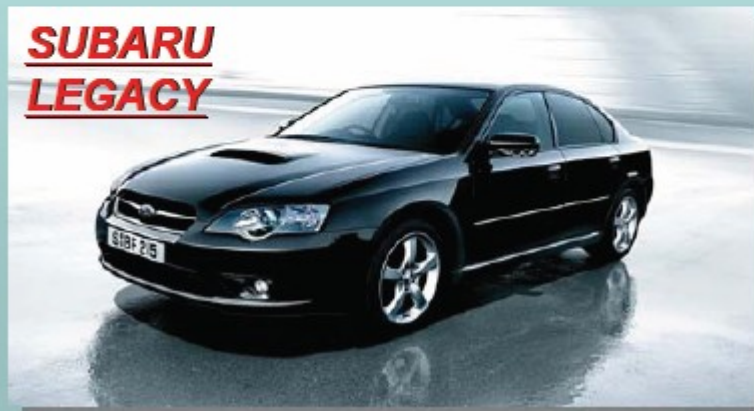
- ▣ **Base de données importante sur ces nuances et sur leurs propriétés mécaniques (traction - fluage - fatigue)**

Utilisation de TiAl dans l'automobile

Turbochargeurs MHI sur le marché depuis 1998

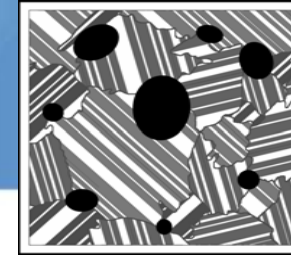
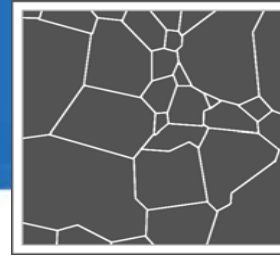


Moteur : **2,0L essence, 280PS**
Début de production : **1998**
Production totale : **55 000 pièces**
Modèle Turbo : **TD05HR (Φ56)**
Alliage : **TiAl « high niobium » (MHI)**

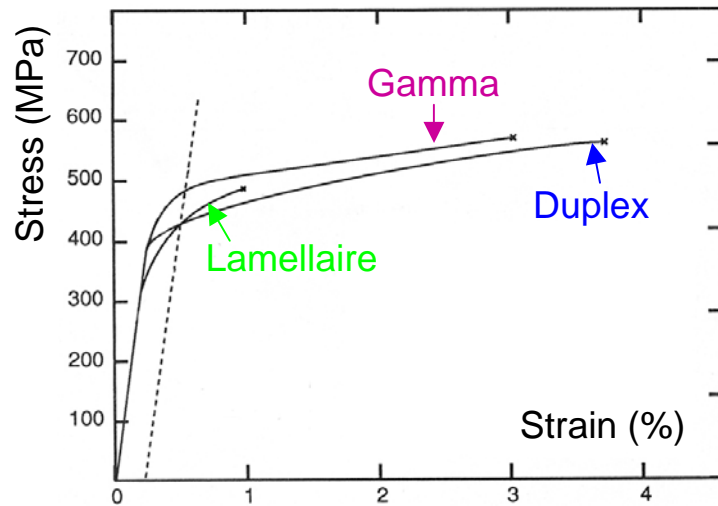


Moteur : **2,0L essence, 280PS**
Début de production : **2003**
Production totale : **30 000 pièces**
Modèle Turbo : **TD04HL (Φ52)**
Alliage : **TiAl « high niobium » (MHI)**

Microstructures TiAl



Traction Ti-44Al-1Cr-1V-2,5Nb



Kim Y.W et al., Acta Metall. Mater., 1992

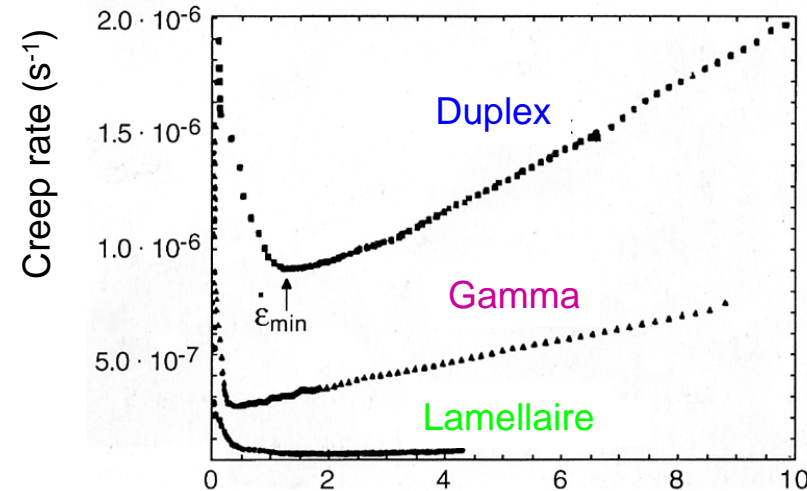
Gamma et Duplex :
plus résistantes et plus ductiles

Stratégie de développement :



- 1° Microstructure pour l'optimisation des propriétés de traction
- 2° Composition pour l'optimisation des propriétés de fluage

Fluage Ti-47Al-2Cr-2Nb 815°C – 150 MPa

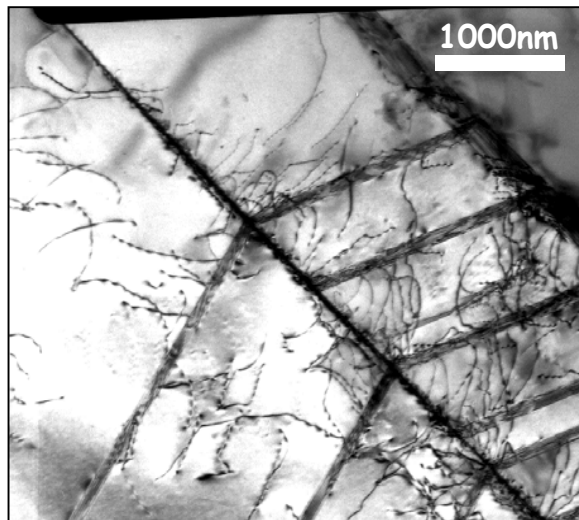


Oikawa H.. et al.,
TMS, 1995

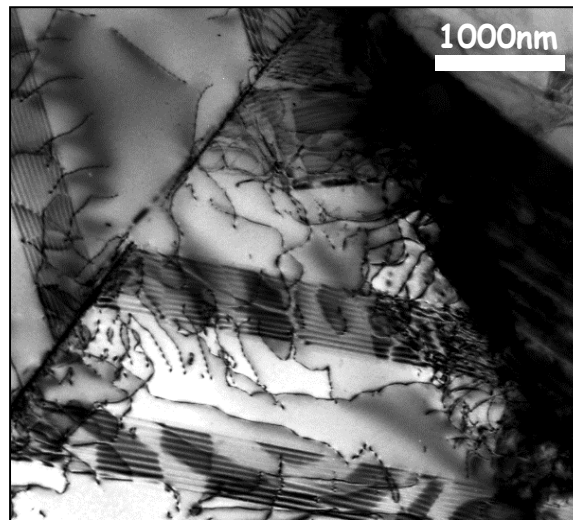
Lamellaire :
plus résistante

Microstructures TiAl

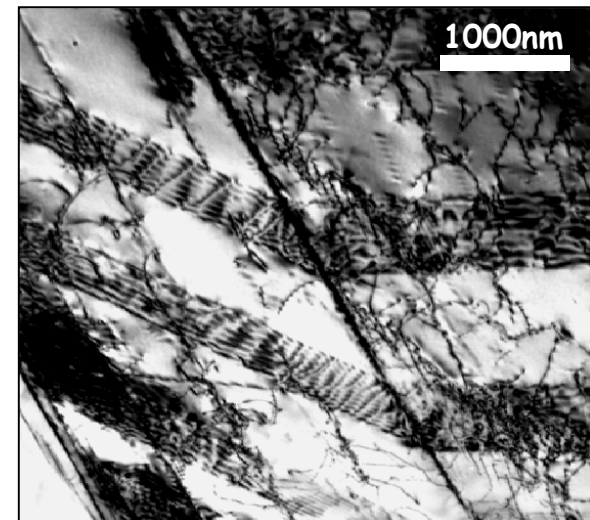
Taux d'écroutissage en fonction de la microstructure



Gamma



Duplex



Lamellaire

Fraction vol. lamellaire ↗

Espacement lamellaire ↘

Taille de grains γ ↘



Réduction du libre
parcours moyen des
dislocations
(+ densité du maillage ↗)

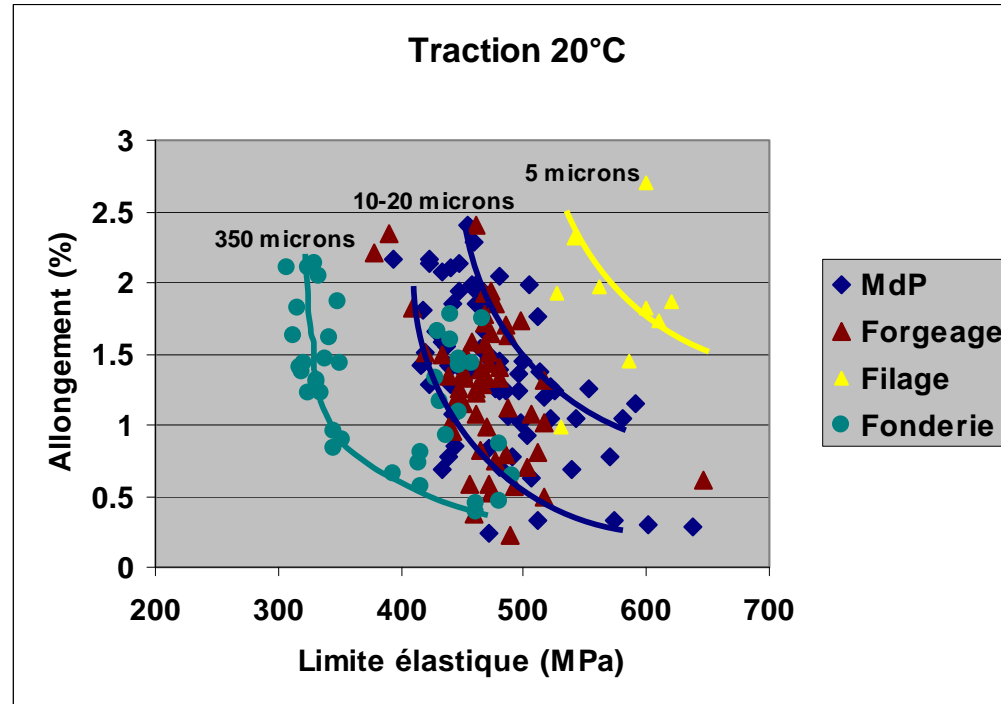
➔ **n** ↗

$$(\sigma = k \cdot \varepsilon^n)$$

➔ **Augmentation des enchevêtrements de dislocations**

Microstructures TiAl

Forte influence de la filière de mise en oeuvre



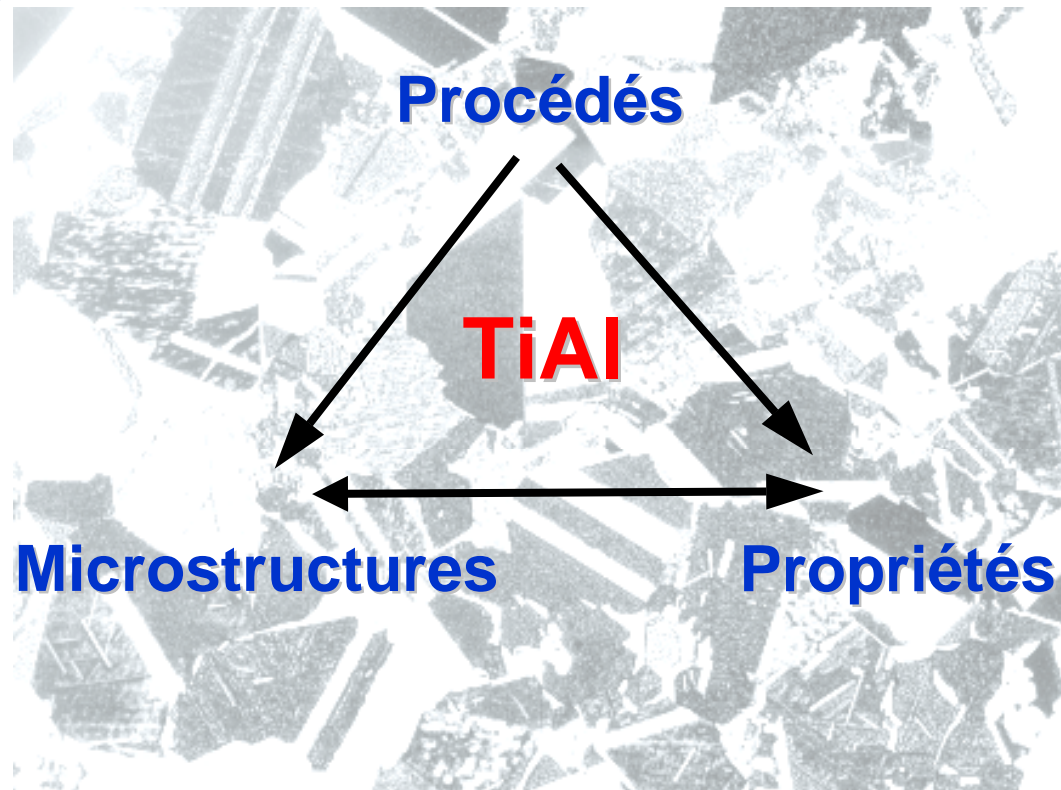
Ti-(47-48Al)-2Cr-2Nb

Stratégie de développement :



- Microstructures fines pour améliorer les propriétés
- Microstructures homogènes pour réduire la dispersion

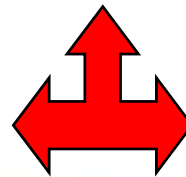
Optimisation du triptyque



TEXTURE

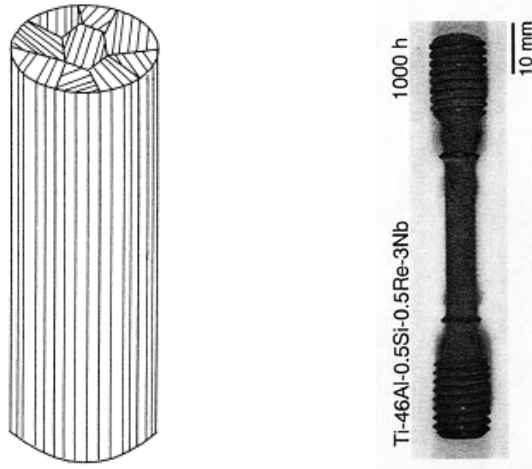
Deux approches

1° on exacerbe la
texture :

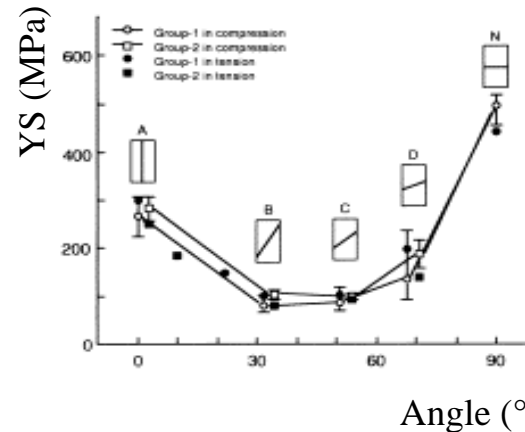


2° on atténue la
texture :

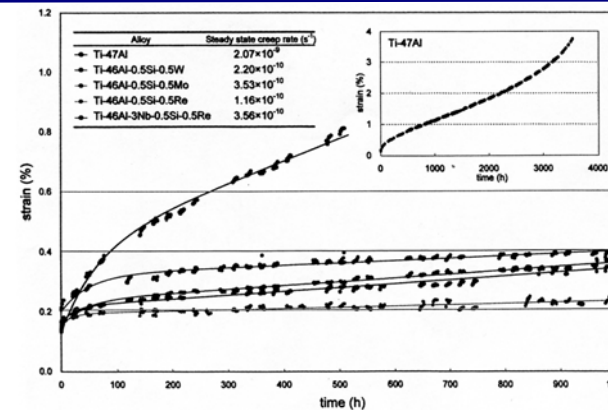
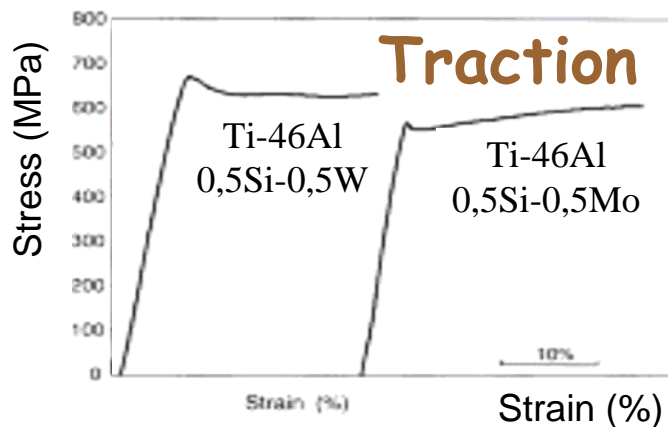
Procédé de solidification dirigée



Forte anisotropie d'orientation



Inui, H. et al., Acta Metall. Mater., 1992



Fluage

750°C- 240 MPa
 $V \sim 10^{-10} s^{-1}$

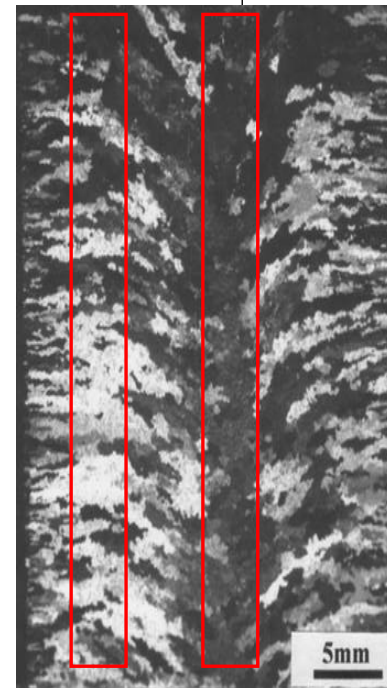
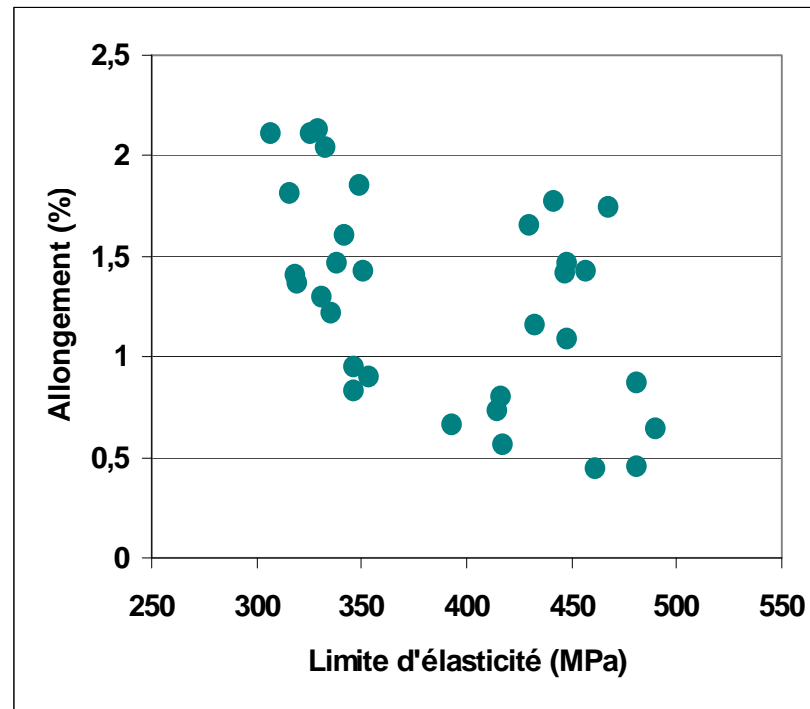
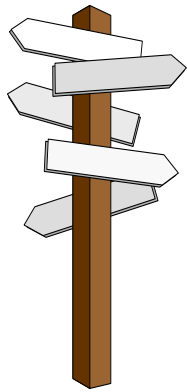
Muto S. et al., Advanced Engineering Materials, 2001

Propriétés exceptionnelles

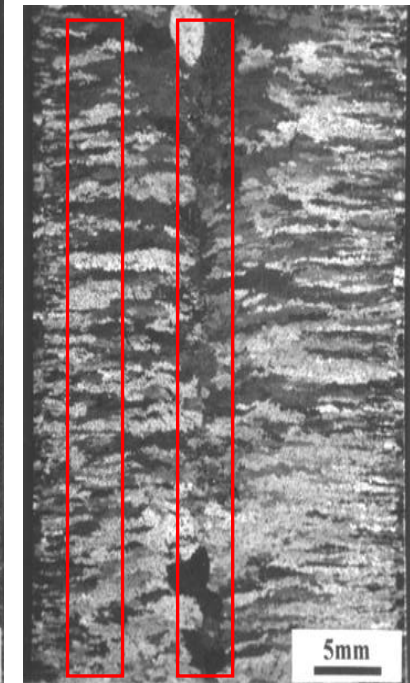
MAIS: Cahier des charges très contraignant pour des aubes

Procédé de fonderie : Alliage TiAl-2Cr-2Nb

Traction à 20°C



47%Al

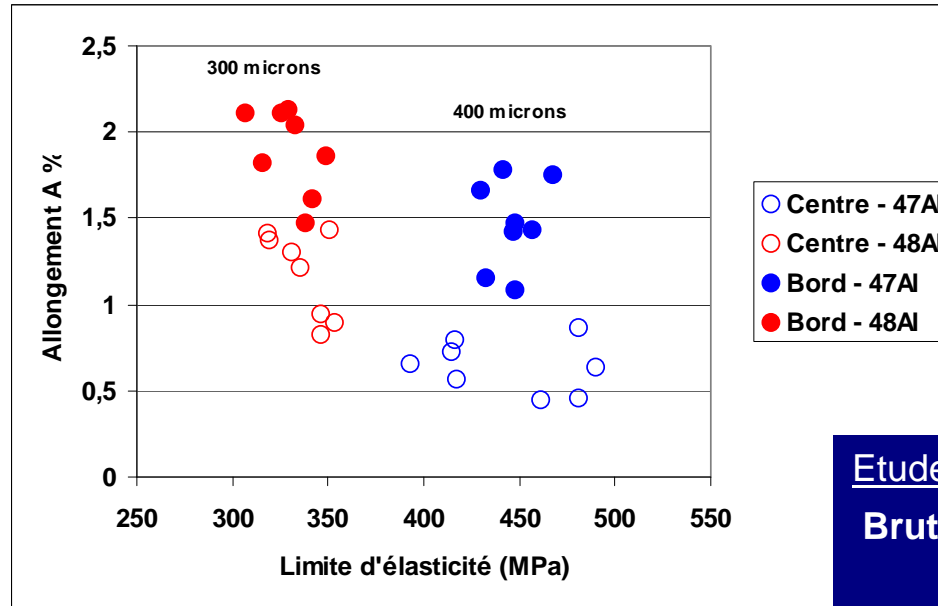
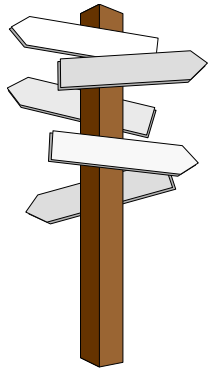


48%Al

Paramètres influants : %Al - bord/centre - TT (T, t, dT/dt)

Procédé de fonderie : Alliage TiAl-2Cr-2Nb

Traction 20°C



Fraction volumique moyenne de grains γ

○ Centre - 47Al → 53%
 ○ Centre - 48Al
 ● Bord - 47Al → 57%
 ● Bord - 48Al

Etude Univ. Rouen – Mines Nancy

Brut : Cr dans les zones interdendritiques

TT ($\alpha+\gamma$) : Cr diffuse vers α (α -phile)

TT ($\alpha_2+\gamma$) : Cr faible solubilité dans α_2

-> précipitation de B2

Effets prépondérants :

%Al -> fraction volumique grains lamellaires -> $\Delta YS=111MPa$
 Prélèvement -> inhomogénéités structurales -> $\Delta el.=0.78\%$

Effets des TT :

Modification de la microstructure



Evolution divergente entre les paramètres microstructuraux de traitements thermiques et les paramètres structuraux de coulée (« mémoire » de la solidification)

Procédé fonderie centrifuge

Intérêt:

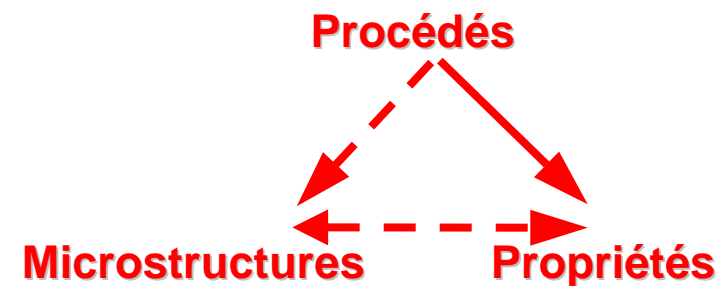
Industriellement le procédé le plus mature
Fabrication possible de pièces complexes
Fabrication possible en grandes séries
Taux de rebut faible avec aubes
Turboméca

Facteurs limitatifs:

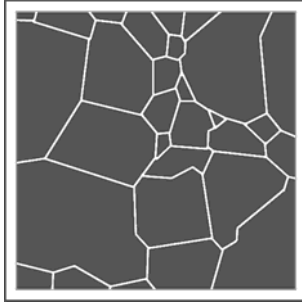
Présence de texture de solidification
Maîtrise délicate du procédé avec le
faible intervalle de solidification
Possibilité de contamination par le
creuset et les carapaces
Conservation d'inhomogénéités chimiques
et d'une microstructure relativement
grossière
Traitements thermiques complexes pour
affiner la microstructure



Aubes Turboméca moulées par la société TARMM

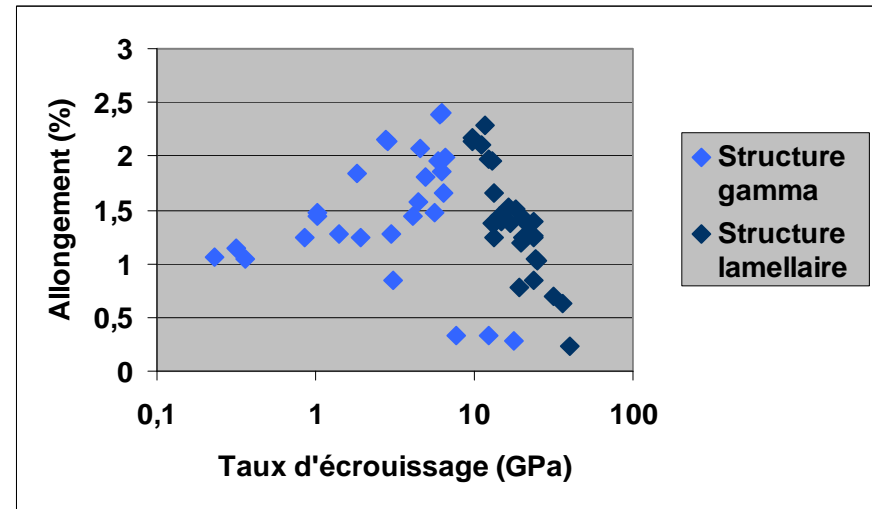
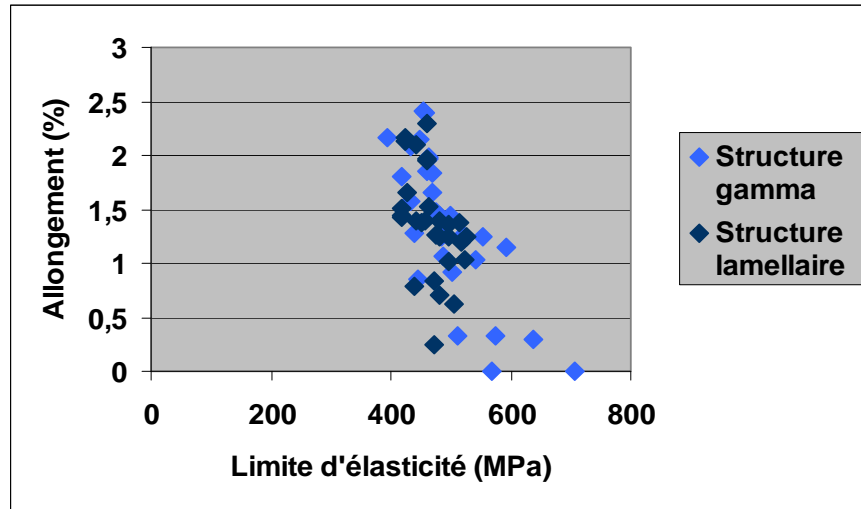
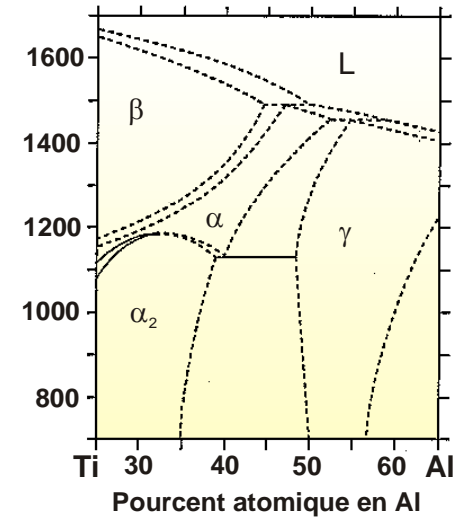


Procédé MdP

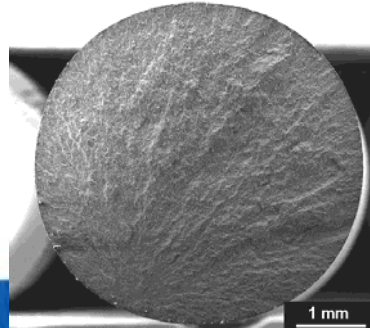


Microstructures γ et lamellaires

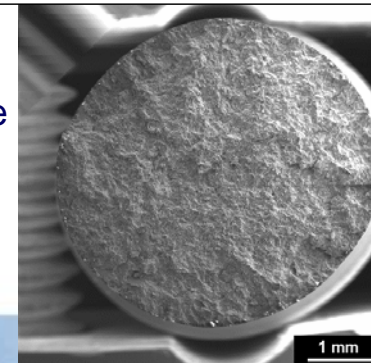
Ti-(47-48Al)-2Cr-2Nb



Structure gamma
-> déformation non homogène



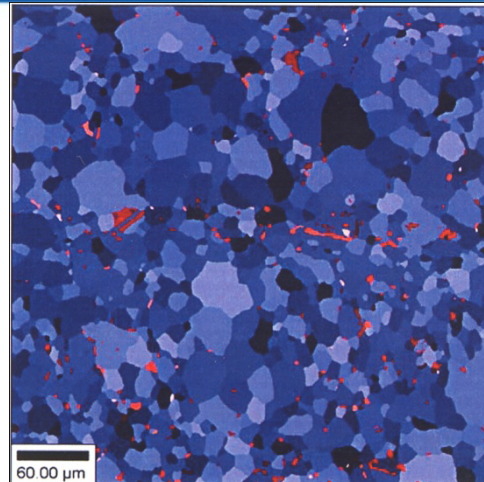
Structure lamellaire
-> déformation homogène



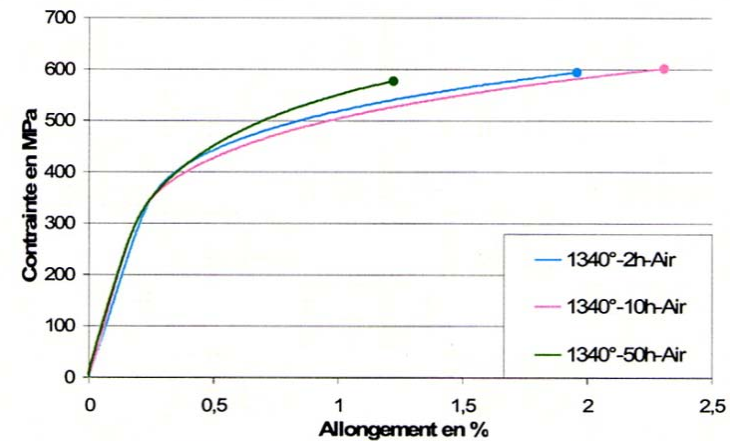
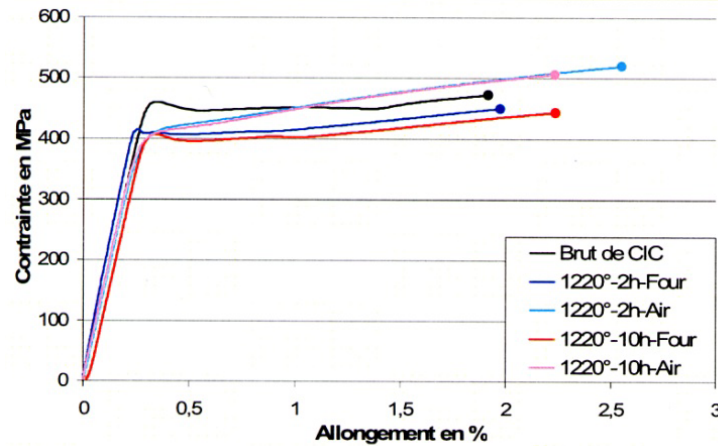
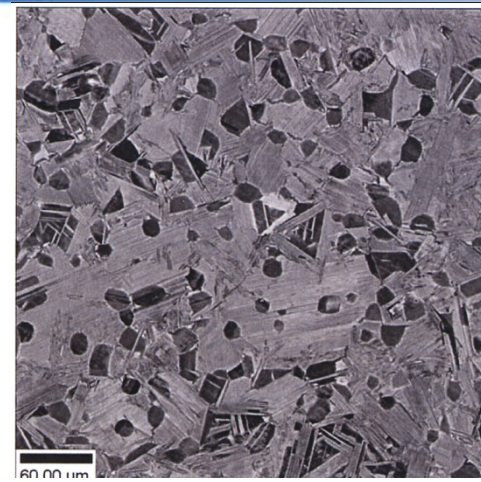
Procédé MdP

Berteaux O. et al. , Met. Mat. TransA, 2008

Gamma
1220°C



Duplex
1340°C



Optimisation possible de la microstructure via les paramètres procédés pour répondre aux spécifications (traction, fluage, fatigue) et pour améliorer la reproductibilité

Procédé MdP ISOPREC (ISOstatic PRECision)

Intérêt:

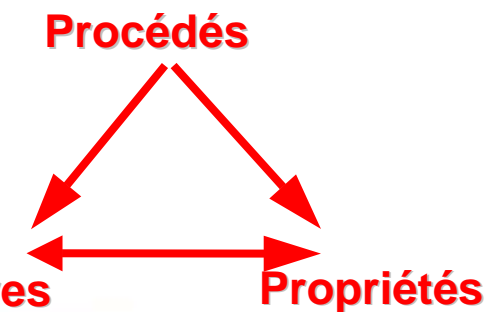
- Absence de texture de solidification
- Fort affinement de la microstructure
- Tolérant pour la teneur en aluminium
- Possibilité de mélanges (poudres élémentaires, poudres pré-alliées)

Facteurs limitatifs:

- Grand nombre d'étapes d'élaboration et de transformation
- Nécessité d'un contrôle strict des caractéristiques de la poudre (+ inclusions)
- Introduction de gaz neutre lors de l'atomisation par gaz
- Contamination possible en oxygène
- Rendement faible dû à un nécessaire tamisage
- Fabrication délicate pour les formes complexes
- Réactivité à l'interface gaine/TiAl (perte en Al)
- TT post-compactage délicat (bulles de gaz, tolérances dimensionnelles)

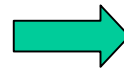
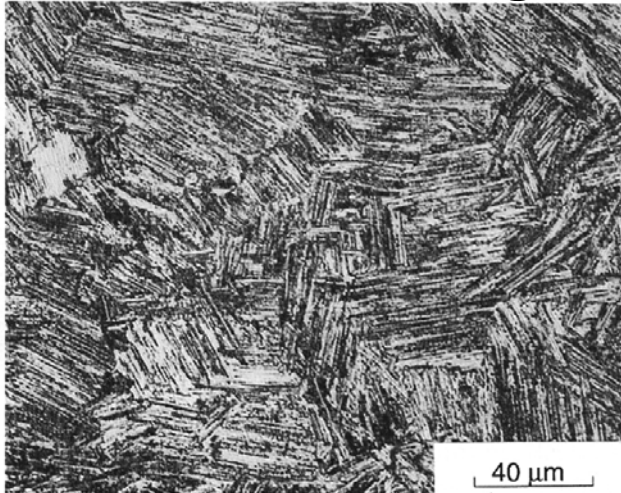


Diffuseur Turboméca compacté par TECPHY



Procédé de filage

Extrusion d'un alliage fonderie + traitement thermique



R_{0,2} : 811 MPa
R_m : 1010 MPa
Ductilité : 4,7%

Propriétés exceptionnelles

Ti-46Al-2Cr-2Nb-0,15B

Liu C.T. et al., Intermetallics, 1996

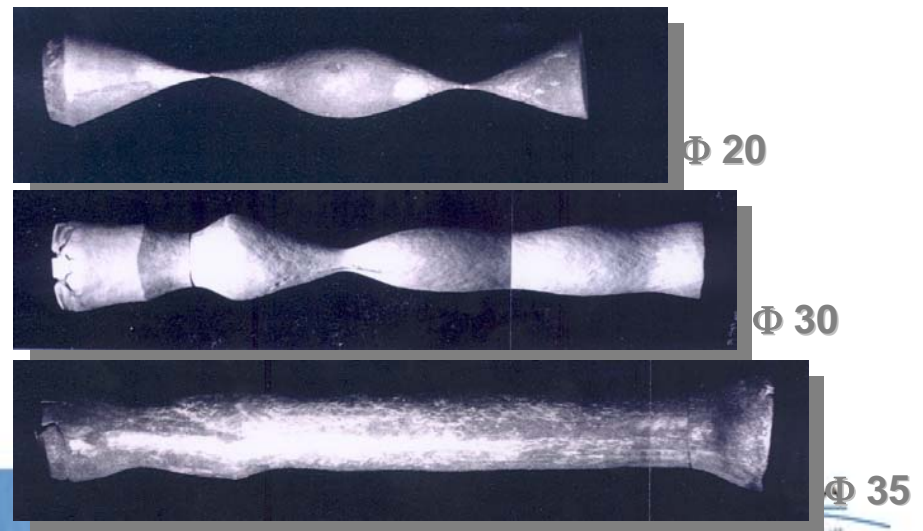
Facteurs limitatifs:

Adaptation des conditions de filage

Température de mise en forme élevée

Nécessité d'une ductilité intrinsèque

Niveau de contrainte suivant la presse



Procédé de filage-forgeage

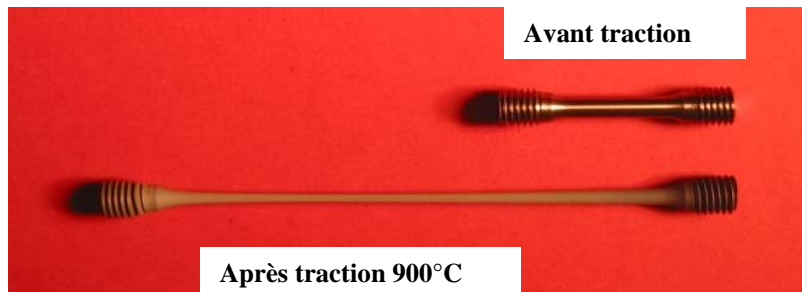
Intérêt:

Fragmentation de la structure de solidification

Fort affinement de la microstructure

Possibilité de propriétés superplastiques

Bonnes propriétés mécaniques



Facteurs limitatifs:

Température de mise en forme élevée (outillage dédié)

Forgeabilité différente suivant les alliages et les microstructures

Maîtrise des phénomènes d'écrouissage et de recristallisation

Contrôle de l'homogénéité structurale des pièces

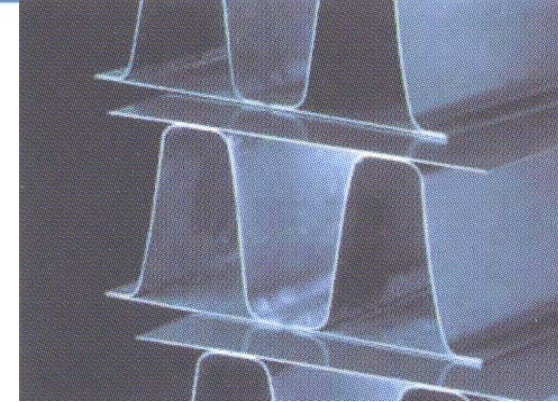
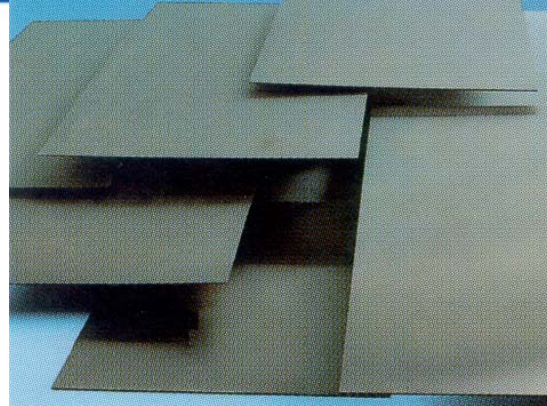
Rendement faible par forgeage isotherme

Fabrication délicate pour les formes complexes



Aubes de compresseur HP Rolls-Royce
Deutschland fabriquées par Thyssen

Procédé de laminage

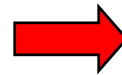


Intérêt:

Fort affinement de la microstructure

Bonnes propriétés mécaniques

Possibilité de fabriquer des pièces à haute rigidité spécifique



Facteurs limitatifs:

Coût élevé d'un laminage à chaud en multi-steps

Nécessité de propriétés superplastiques

Mise en sandwich pour éviter les pertes en Al

Conservation d'une texture de laminage

Fabrication délicate pour les formes complexes

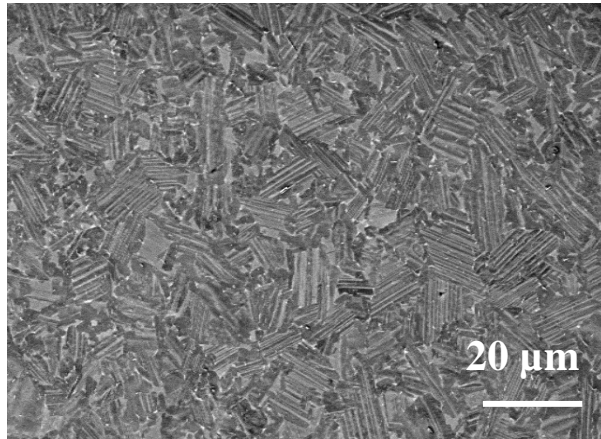
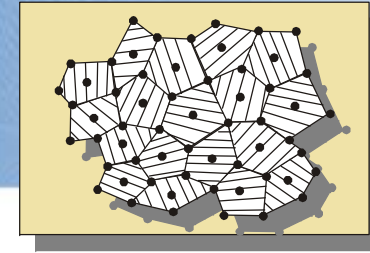
Tôles minces réalisées par la société PLANSEE



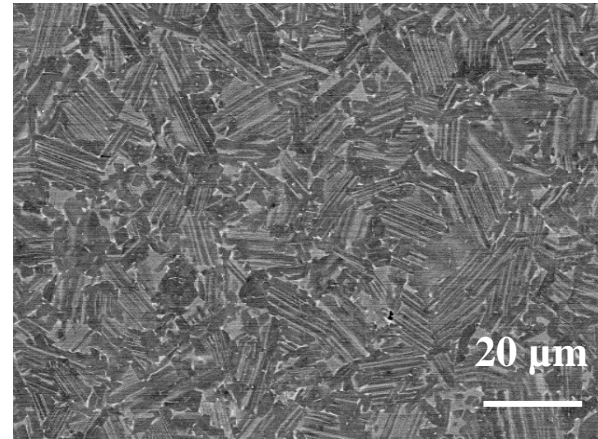
Cône d'échappement BRR715

Procédé de frittage-flash

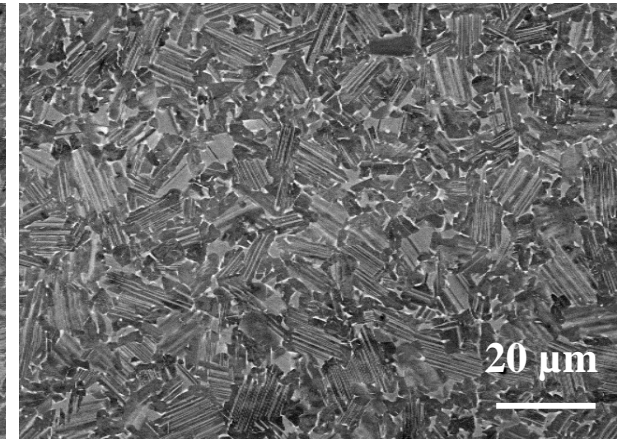
$Ti_{51}Al_{44}Cr_2Nb_2B$ (SPS à 1190°C -1250°C)



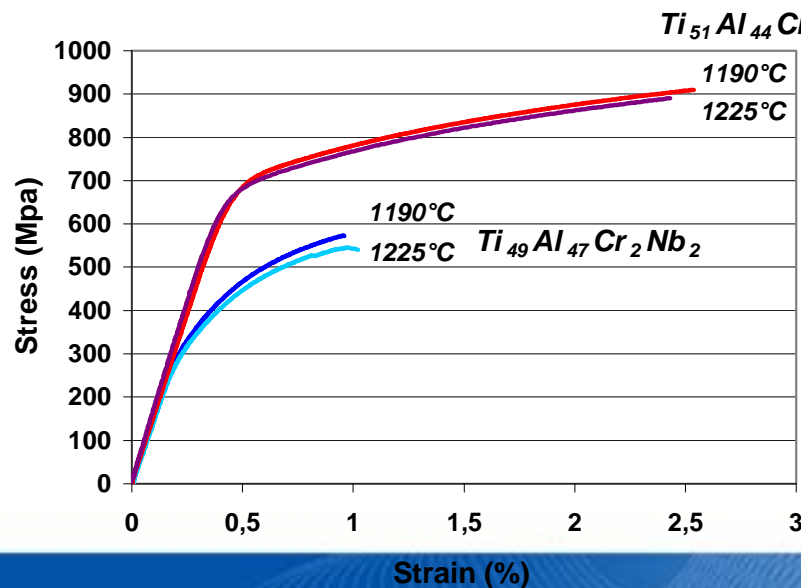
1190°C



1225°C



1250°C



- ✕ Homogénéité radiale
- ✕ Structure homogène avec ΔT très large (positif pour l'up-scaling et les formes complexes)
- ✕ Excellentes propriétés en traction et très bonne reproductibilité

PROCEDES

Avancées spectaculaires sur les procédés :

- α Développement d'une usine pilote pour de la fonderie de précision adaptée aux moyennes séries -> Access
- α Possibilité de laminier le TiAl jusqu'à des épaisseurs très fines (quelques centaines de microns) -> Plansee
- α Contrôle du forgeage en matrice chaudes (anisotherme) -> Böhler, Forges de Bologne
- α Possibilité d'obtenir des matériaux superplastiques
- α Obtention de structures texturées par solidification dirigée aux propriétés exceptionnelles (ductilité de 20%, tenue au fluage supérieur d'un ordre de grandeur) -> Université de Kyoto
- α Maîtrise de l'assemblage de pièces en TiAl et superalliage base Ni par brasage-diffusion
- α Mise au point de traitements de surface permettant de protéger le TiAl jusqu'à plus de 1000°C -> Dechema

Oxydation 1200h à 1050°C

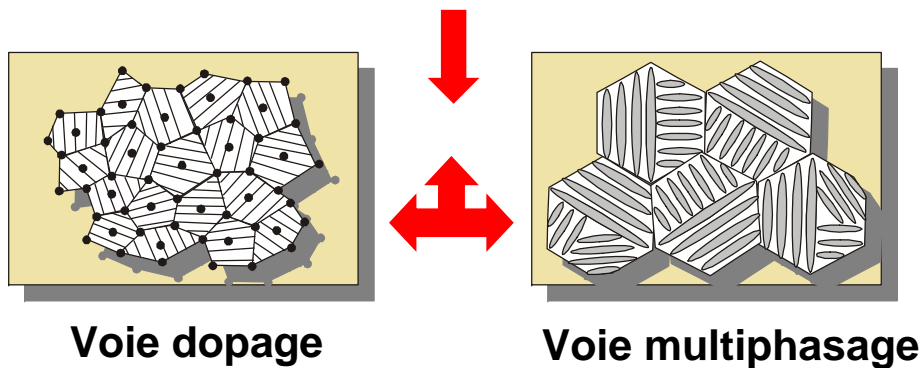


avec traitement-fluorine

sans traitement

Conclusions

- ⌘ Paramètres influants en fonderie : homogénéité structurale - texture - teneur en Al
- ⌘ Paramètres influants en MdP: inclusions - porosités - homogénéité structurale
- ⌘ Réduction de la texture, affinement et homogénéité de la microstructure :
 - par métallurgie des poudres ou par corroyage
 - par optimisation des compositions



Pour le développement d'alliages TiAl : l'optimisation des microstructures passe avant l'optimisation des compositions

Fonderie : technologie mature pour pièces complexes
MdP: technologie robuste et bonne performance dépendant de la propreté et de la qualité de la poudre

La communauté française sur TiAl (contacts)

- **Industriels de l'aéronautique**

- Snecma moteurs avion : *J-Y. Guédou, P.Y. Théry, J-M. de Monicault*
- Turboméca : *P. Belaygue, T. Larrouy*

- **Producteurs/Transformateurs**

- Taramm : *L. Dardenne*
- Céfival : *Y. Delaunay*
- Forges de Bologne : *N. Rizzi*

- **Labo Universitaires**

- CEMES Toulouse : *A. Couret*
- ENSMA-LMPM Poitiers : *G. Hénaff*
- Mines-LS2GM Nancy : *D. Daloz*
- Univ. Metz : *A. Hazotte*
- Mines Paris : *J. Crépin*
- Univ. Rouen : *W. Lefebvre*
- ENSAM Paris : *V. Ji*
- Univ. La Rochelle : *G. Bonnet*

Littérature :

International Symposiums on
Gamma Titanium Aluminides –
ISGTA'1999, 2002 TMS (Seattle),
ISGTA'2003 TMS (San Diego),
2006 TMS (San Antonio), 2008
TMS (Nouvelle-Orleans),

International Conference on
Structural Intermetallics – ISSI3
2002 (Jackson Hole),

International TiAl workshops 2004
(Birmingham), 2005 (Shenyang),
2006 (Bamberg),

Euromat 1999 (Munich), 2001
(Rimini), 2003 (Lausanne), 2005
(Prague), 2007 (Nüremberg),

Thermec 2003 (Madrid), 2009
(Berlin).