



ANR Altitude

Conception d'alliages haute température

Journées Technologiques Titane
Lyon, 10/10/2023

Ederm Menou, Thomas Vaubois, Jérôme Delfosse



ANR ALTITUDE – Consortium



Yvon Millet



Benoît Appolaire

Benoît Denand

Ahmadou Diallo

Elisabeth Gautier

Florimonde Lebel



Sébastien Chevalier

Luc Lavisse

Tony Montesin

Virgil Optasanu

Ioana Popa

Benjamin Vincent



Thibaut Armani

Agnès Bachelier-Locq

Cécile Davoine

Anne Denquin

Frédéric Fossard

Zhao Huvelin

Shigehisa Naka



Jérôme Delfosse

Clara Desgranges

Edern Menou

Immanuel von Thüngen

Thomas Vaubois

Plan

01

Contexte et objectifs

02

Méthodologie de conception

03

Caractérisation expérimentale (1)

04

Exploitation des résultats

05

Caractérisation expérimentale (2)

06

Conclusions

Contexte et objectifs

Deux applications principales



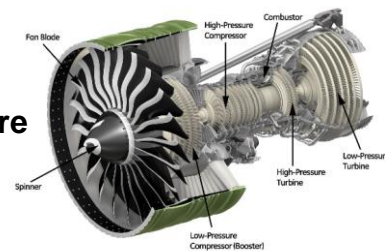
Tuyères de nacelles

Pièces soumises à **plus de 600 °C** sur de longues durées d'exposition

⇒ problématiques d'**oxydation**, de **vieillissement** et de **tenue mécanique à haute température**

Turbomachines

Pièces soumises à la **fatigue type dwell** et au **vieillissement à haute température**



Objectifs

Gagner **plusieurs dizaines de degrés par rapport à l'alliage Ti6242** (température cible ~ 600-650 °C) avec une **sensibilité moindre à l'effet dwell** ainsi qu'une bonne **tenue au vieillissement à haute température**

Simulations thermodynamiques et *machine learning*

Élaboration et traitements thermomécaniques

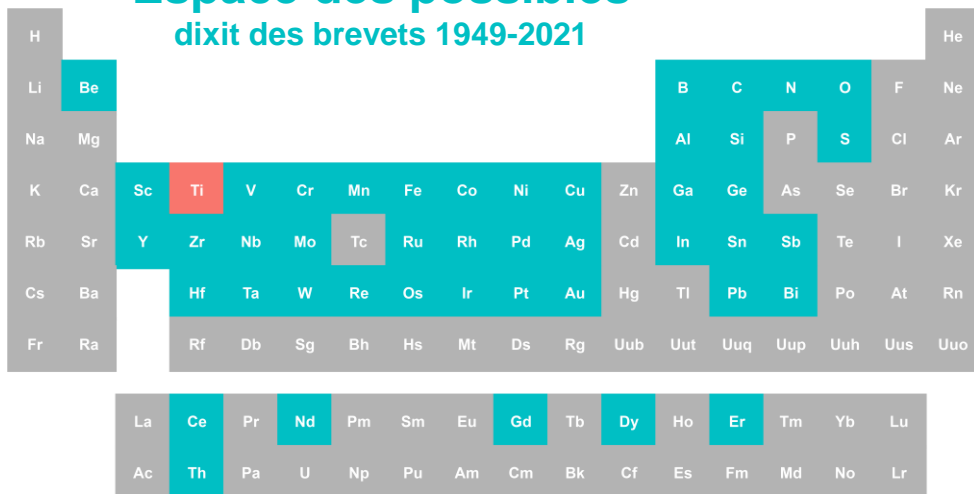
Caractérisations microstructurales

Essais mécaniques jusqu'à 650 °C

Étude de la résistance à l'oxydation

La complexité de la conception d'alliages

Espace des possibles dixit des brevets 1949-2021



Espace des possibles autour du Ti6242S + Nb

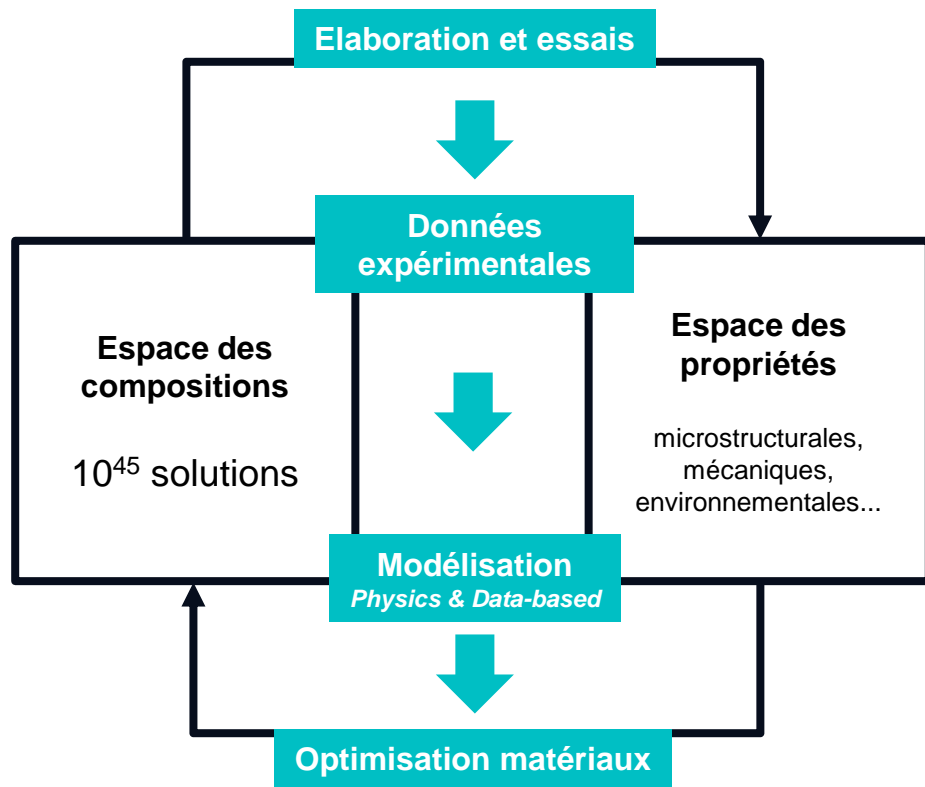
| %mass. | min. | max. | pas |
|--------|------|------|------|
| Al | 3 | 8 | 0,1 |
| Sn | 0 | 4 | 0,1 |
| Zr | 0 | 5 | 0,1 |
| Mo | 0 | 6 | 0,1 |
| Nb | 0 | 2 | 0,1 |
| Si | 0 | 0,4 | 0,05 |

45 éléments, 10 teneurs chacun ~ 10^{45} alliages

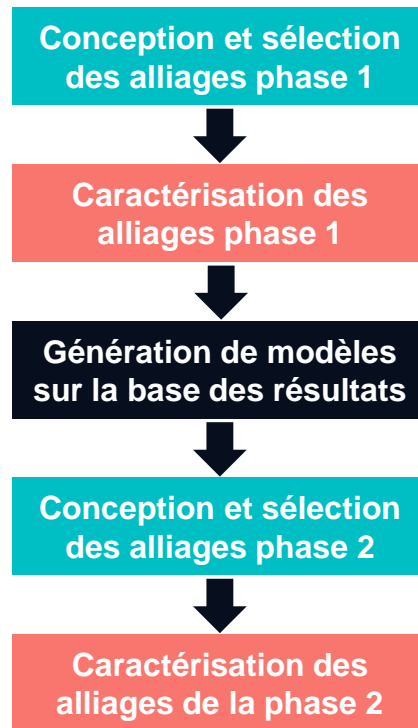
1 229 464 089 combinaisons !

Âge de l'Univers ~ 10^{32} fs ~ 10^{41} ys

Métallurgie numérique : principes



Synoptique du projet



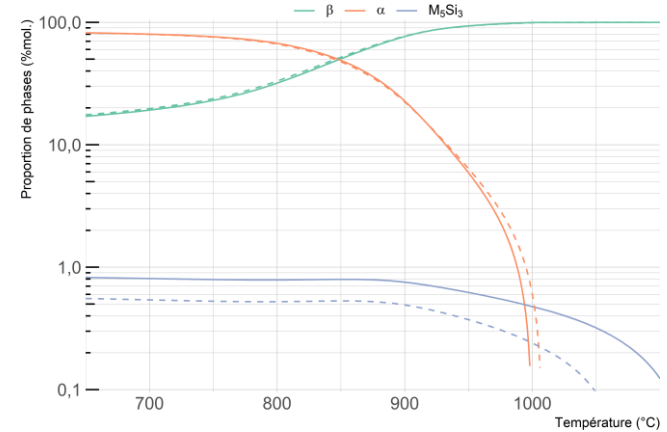
Conception des alliages de la phase 1

Criblage d'un espace de compositions

CALCulation of PHase Diagrams (CALPHAD)

33000 compositions, Thermo-Calc, 650-1100 °C, 2 semaines

| %mass. | Ti | Al | Sn | Zr | Mo | Nb | Si | O |
|--------|------|----|----|----|----|----|------|------|
| min. | | 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | |
| max. | bal. | 8 | 4 | 5 | 6 | 2 | 0,4 | 0,11 |
| pas | | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 0,05 | |



Critères thermodynamiques

Fractions de phases à 650 et 700 °C : α , β , α_2 , M_5Si_3 , M_3Si
Pentes de la fraction de phase α au transus β

Critères microstructuraux

Germination ou croissance de colonies de phase α envahissant entièrement des grains β

Critères empiriques

~~Ductilité [1], limite d'élasticité [2], gain de masse en oxydation [3]~~

Aluminium et molybdène équivalents

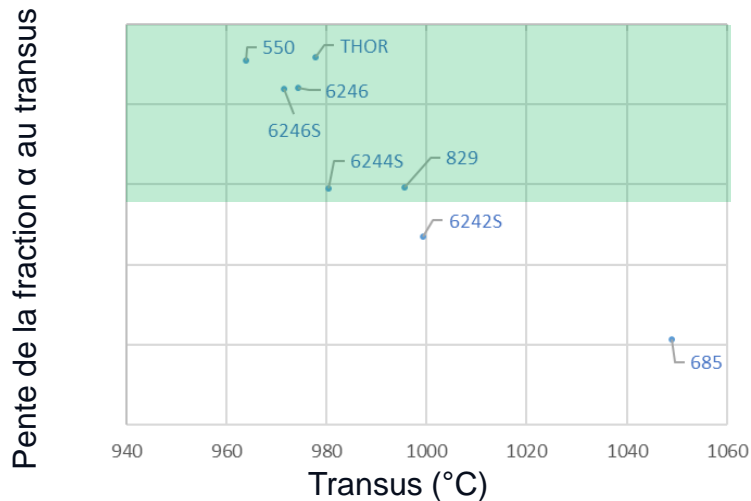
Masse volumique

Hors domaines de validité

Critères dérivés de CALPHAD

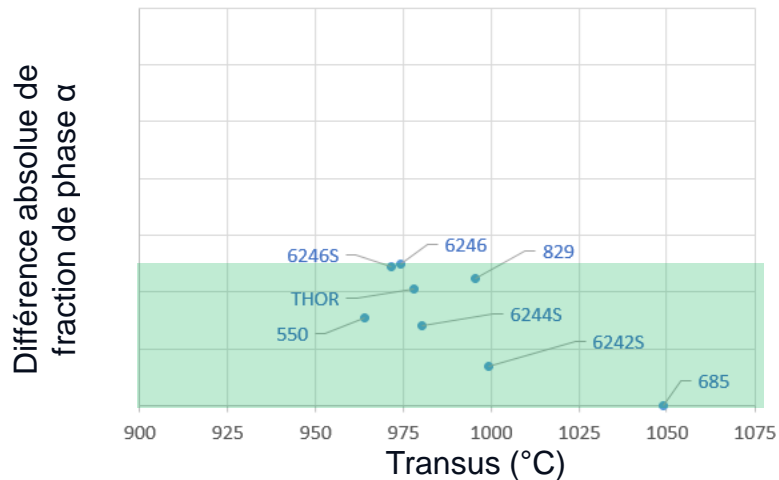
Pente de fraction de la phase α au transus

Minimisation de la taille des colonies (critère « cinétique »)



Variation de la fraction de phase α

Stabilité de la phase entre 650 et 700 °C



Sélection des alliages de la phase 1

33 000 alliages
initiaux



| Critère | Seuil | Nombres d'alliages restants |
|--|-------|-----------------------------|
| Pente de la fraction de phase α à la température de transus β | | 24675 / 32990 |
| Différence absolue de fraction de phase α entre 700 et 650 °C | | 13106 / 32990 |
| Fraction de phase α_2 à 650 °C | | 10946 / 32990 |
| Fraction de phase M_5Si_3 à 650 °C | | 1099 / 32990 |
| Fraction de phase M_3Si à 650 °C | | 1033 / 32990 |



Critères
microstructuraux

=



Élaboration sous forme de boutons de 300 g
Laminage en rond de diamètre 12 mm
TTh « type » : 1015 °C/30 min/RA + 8 h @ 650 °C

Caractérisation des alliages de la phase 1



Comportement en traction

$R_{p0,2}$ à 20 °C

R_m à 20 °C

A% à 20 °C

$R_{p0,2}$ à 20 °C après 120 h à 650 °C

R_m à 20 °C après 120 h à 650 °C

A% à 20 °C après 120 h à 650 °C

$R_{p0,2}$ à 650 °C

R_m à 650 °C

A% à 650 °C

$R_{p0,2}$ à 650 °C après 120 h à 650 °C

R_m à 650 °C après 120 h à 650 °C

A% à 650 °C après 120 h à 650 °C

Tenue à l'oxydation

k_p (prise de masse) à 560 °C

Épaisseur d'oxyde après 300 h à 560 °C

k_p (prise de masse) à 600 °C

Épaisseur d'oxyde après 500 h à 600 °C

Épaisseur d'alpha-case après 500 h à 560 °C

k_p (prise de masse) à 650 °C (k_p)

Épaisseur d'oxyde après 1500 h à 650 °C

Épaisseur d'alpha-case après 1500 h à 650 °C

Longueur de diffusion O (dureté) après 304 h à 650 °C

Longueur de diffusion O (dureté) après 509 h à 650 °C

Longueur de diffusion O (dureté) après 1500 h à 650 °C

Longueur de diffusion O (dureté) après 3000 h à 650 °C

k_p (dureté) à 650 °C

Microstructure

Taille de grains

Épaisseur des lamelles

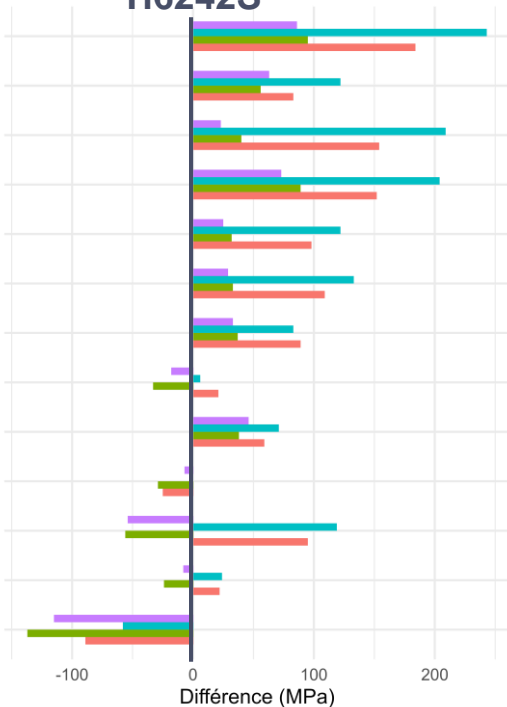
Température à mi-transformation allotropique ($T_{50_{\beta \rightarrow \alpha}}$)

Caractérisation (phase 1) – Traction à 20 et 650 °C

État de réception

R_m 20 °C R_m 650 °C R_{p02} 20 °C R_{p02} 650 °C

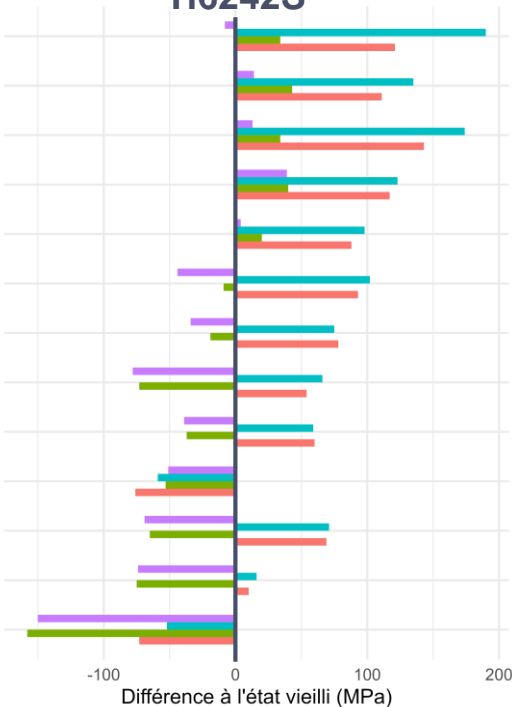
Ti6242S



État vieilli (120 h / 650 °C)

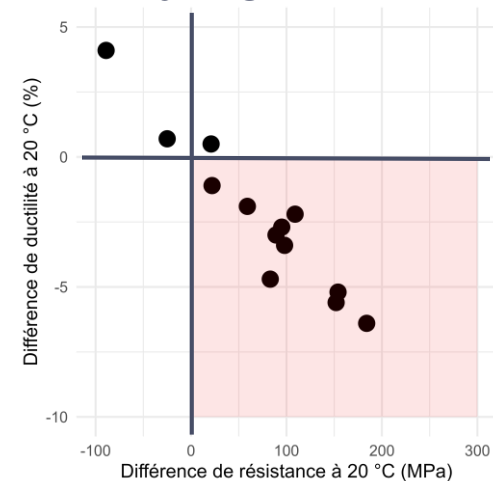
R_m 20 °C R_m 650 °C R_{p02} 20 °C R_{p02} 650 °C

Ti6242S



État de réception

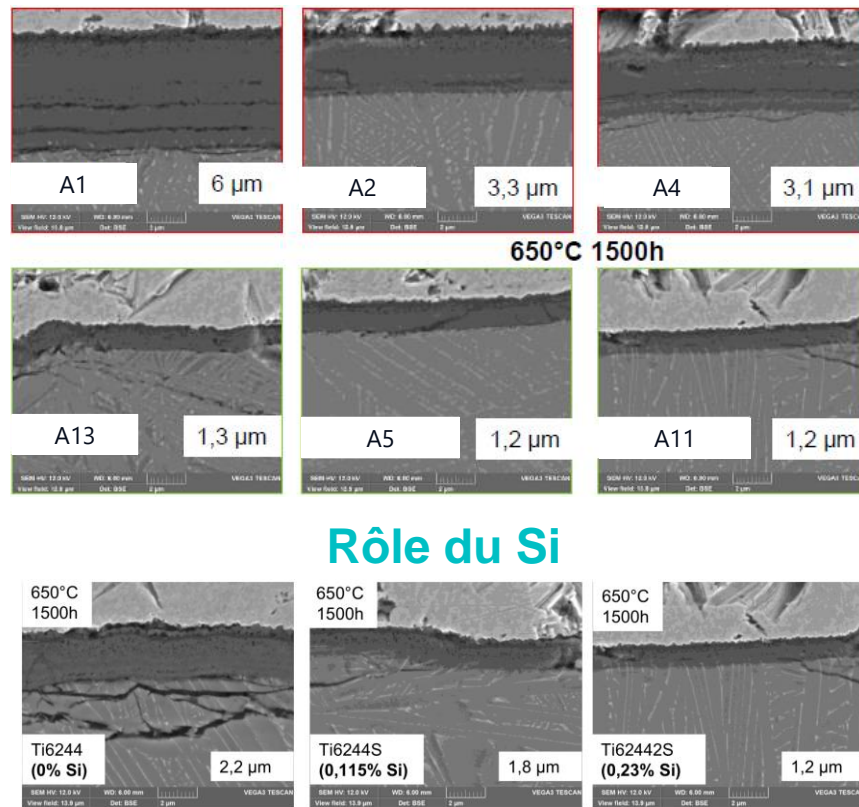
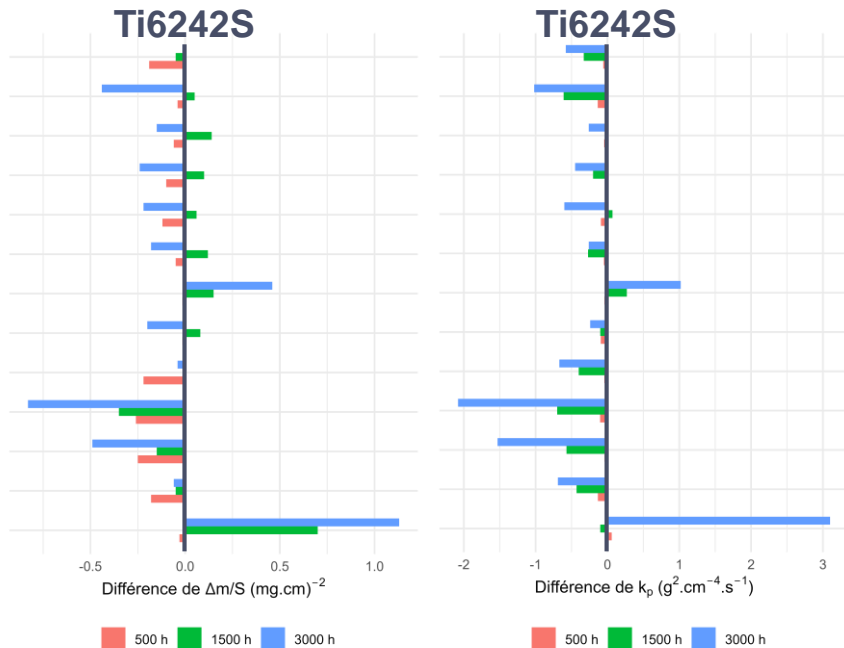
Ti6242S



Caractérisation (phase 1) – Oxydation isotherme à 650 °C

Prise de masse et constante parabolique d'oxydation

Dépendance à la composition



Modèles empiriques

10 caractéristiques pour lesquelles un modèle de capacité de généralisation correcte est trouvé sur la base de 14 points

Comportement en traction

$R_{p0,2}$ à 20 °C
 R_m à 20 °C
A% à 20 °C
 $R_{p0,2}$ à 20 °C après 120 h à 650 °C
 R_m à 20 °C après 120 h à 650 °C
A% à 20 °C après 120 h à 650 °C
 $R_{p0,2}$ à 650 °C
 R_m à 650 °C
A% à 650 °C
 $R_{p0,2}$ à 650 °C après 120 h à 650 °C
 R_m à 650 °C après 120 h à 650 °C
A% à 650 °C après 120 h à 650 °C

Tenue à l'oxydation

k_p (prise de masse) à 560 °C
Épaisseur d'oxyde après 300 h à 560 °C
 k_p (prise de masse) à 600 °C
Épaisseur d'oxyde après 500 h à 600 °C
Épaisseur d'alpha-case après 500 h à 600 °C
 k_p (prise de masse) à 650 °C (k_p)
Épaisseur d'oxyde après 1500 h à 650 °C
Épaisseur d'alpha-case après 1500 h à 650 °C
Longueur de diffusion O (dureté) après 304 h à 650 °C
Longueur de diffusion O (dureté) après 509 h à 650 °C
Longueur de diffusion O (dureté) après 1500 h à 650 °C
Longueur de diffusion O (dureté) après 3000 h à 650 °C
 k_p (dureté) à 650 °C

Microstructure

Taille de grains
Épaisseur des lamelles
Température à mi-transformation allotropique ($T_{50\%}$)

8 propriétés mécaniques | 1 caractéristique d'oxydation isotherme | 1 caractéristique microstructurale

Optimisation des alliages de la phase 2

Espace de recherche

Enveloppe des compositions expérimentales

| %mass. | Al | Sn | Zr | Mo | Nb | Si | O |
|--------|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|
| min. | 4,6 | 1,0 | 0 | 1,0 | 0 | 0,02 | 0,10 |
| max. | 6,7 | 4,1 | 4,1 | 4,5 | 1,9 | 0,23 | 0,14 |



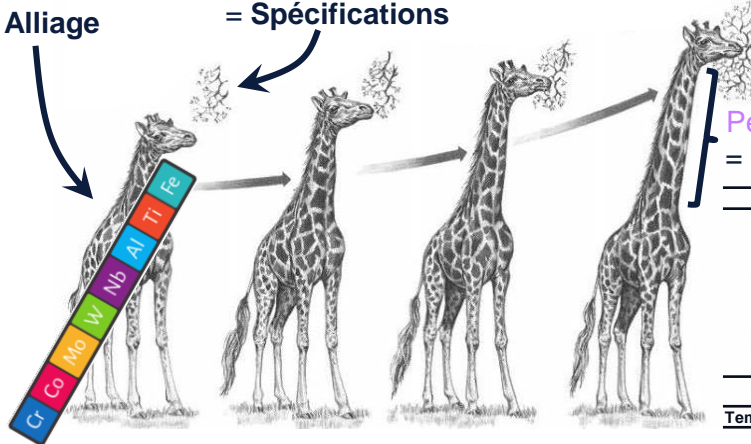
2 alliages
pour élaboration 20 kg



Optimisation par algorithmes génétiques

Individu
= Alliage

Hautes branches
= Spécifications



Performance
= Propriétés

| Caractéristique |
|--|
| R_m à 20 °C |
| A% à 20 °C |
| $R_{p0,2}$ à 20 °C après 120 h à 650 °C |
| R_m à 20 °C après 120 h à 650 °C |
| A% à 20 °C après 120 h à 650 °C |
| $R_{p0,2}$ à 650 °C après 120 h à 650 °C |
| R_m à 650 °C après 120 h à 650 °C |
| A% à 650 °C après 120 h à 650 °C |
| kp 650 °C |

Température à mi-transformation allotropique ($T_{50\alpha-\beta}$)

Reproduction



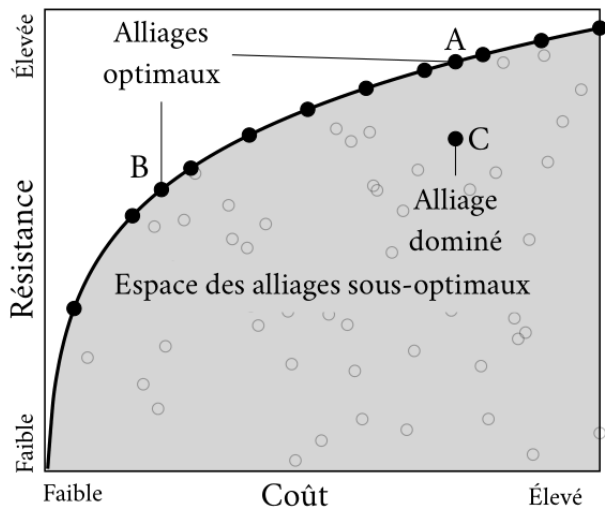
Mutation



25 × 500 générations
de 200 individus

Sélection des alliages de la phase 2

Tri de non-dominance (au sens de Pareto)



Indifférence entre deux alliages

Fonction seuil inspirée d'une méthode d'aide à la décision

A PREFERENCE RANKING ORGANISATION METHOD†
(The PROMETHEE Method for Multiple Criteria Decision-Making)

J. P. BRANS AND PH. VINCKE

V. U. B. University of Brussels, Brussels B 1050, Belgium

Free University of Brussels, Boulevard du Triomphe, Brussels, B 1050, Belgium

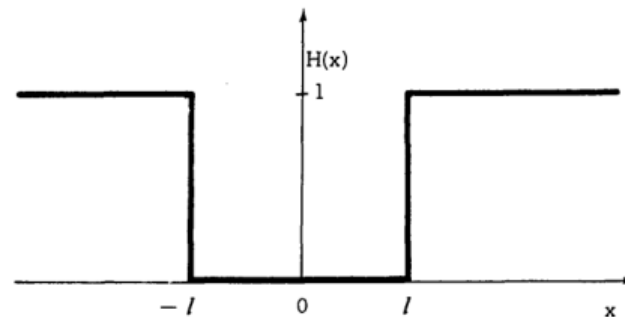
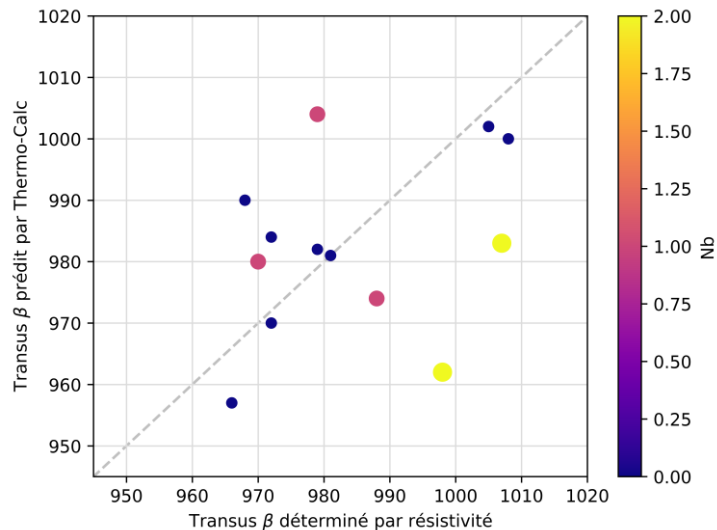
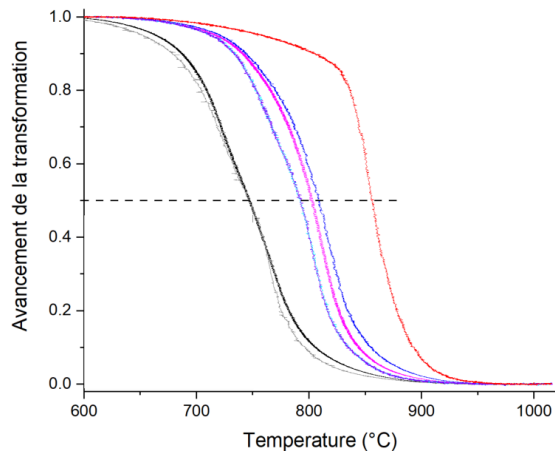


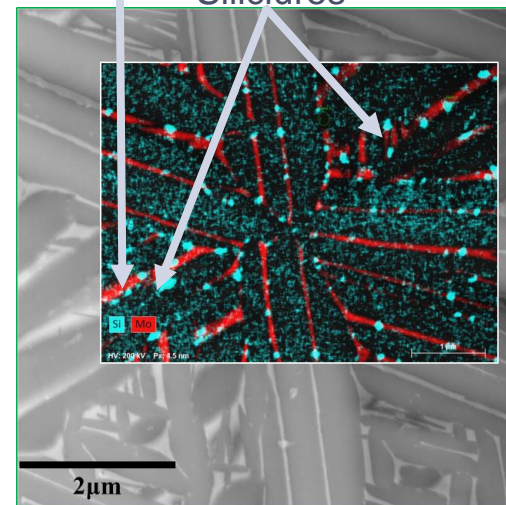
FIGURE 2. Criterion of Type II.

E. Menou, Conception d'alliages par optimisation combinatoire multiobjectifs : thermodynamique prédictive, fouille de données, algorithmes génétiques et analyse décisionnelle, thèse univ. Nantes, 2016

Caractérisation (phase 2) – Microstructure

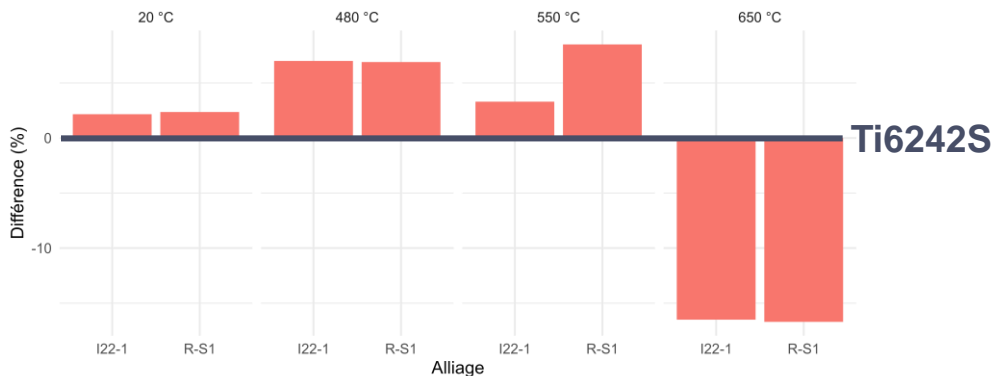
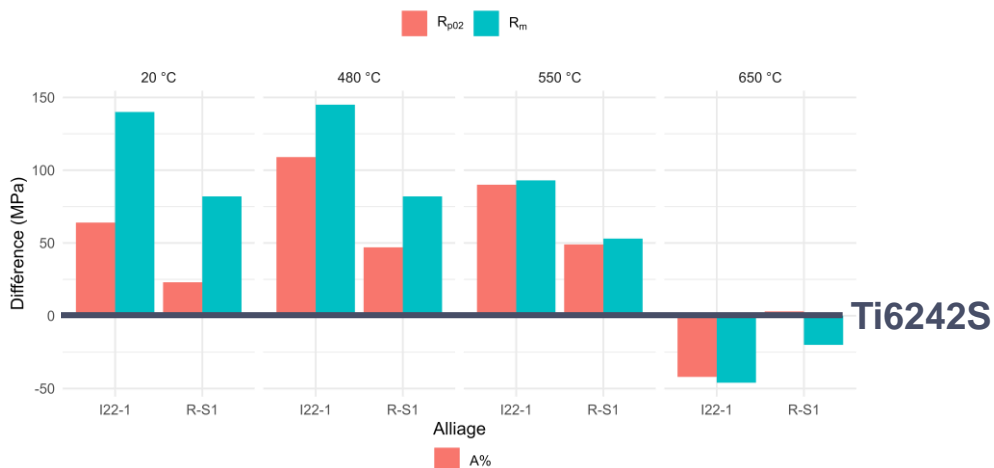


Liserés de phase β
Siliciures

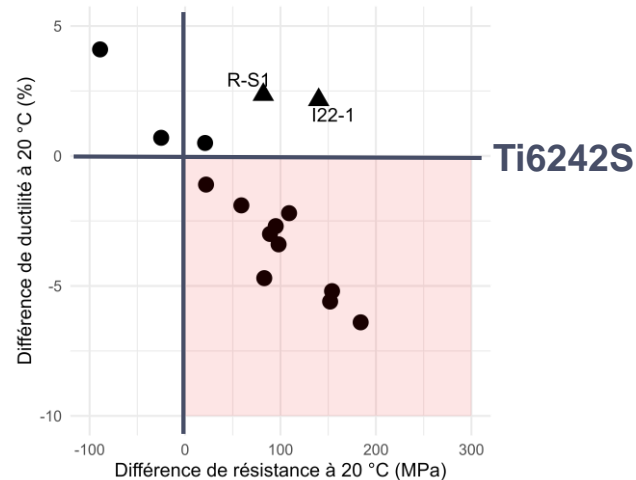


Micrographie MET en mode STEM d'un alliage contenant 0,23%wt. de Si

Caractérisation (phase 2) – Traction 20-650 °C



Propriétés compétitives jusqu'à 550 °C



Conclusions

Démarche de conception numérique d'alliages

Criblage d'un large espace dans le domaine $\alpha+\beta$ par la thermodynamique prédictive

Sélection de 14 alliages (phase 1)

Apprentissage supervisé pour la conception et la sélection de deux alliages optimisés (phase 2)

Validation expérimentale de la méthode



Tenue à l'oxydation

Essais à 560 °C, 600 °C et 650 °C
jusqu'à 3000 h
(Thèse de B. Vincent)



Comportement mécanique

Vieillessement à 650 °C / 120 h
Essais de traction à 20 °C et 650 °C
Caractérisation microstructurale
(Thèse de T. Armani)

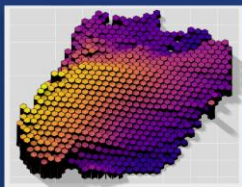


Caractérisation microstructurale

Détermination des transus β
Étude des cinétiques de transformation
Taux et morphologie des phases

Les modèles ont **correctement guidé l'optimisation** des compositions pour l'obtention d'un **meilleur compromis** entre résistance mécanique, ductilité et résistance environnementale

Les modèles peuvent être performants si les **données sont disponibles** : quid des « trous dans la raquette » ?



La métallurgie numérique à Safran Tech depuis 2018

appliquée aux alliages base Ni, Ti et Al

18 brevets déposés

12 projets & **8** partenaires

220 kg de matière élaborée

58 nouveaux alliages évalués

edern.menou@safrangroup.com

Merci de votre attention !