



Mastère Spécialisé Design des Matériaux & Structures

Vendredi 4 mars 2016 ■ ■

FAISABILITÉ DE RECONSTRUCTION DE MICROSTRUCTURE D'ALUMINURES DE TITANE PAR DES TECHNIQUES D'IMAGERIE 3D EN VUE DE RÉALISATION D'ESSAIS IN-SITU

Anouk Briane^{1,2}

Encadrement : Henry Proudhon¹, Jérôme Crépin¹, Lionel Marcin²

¹Centre des Matériaux, MINES ParisTech, UMR CNRS 7633

²SafranTech, 78117 Châteaufort



- ❖ Contexte de recherche
- ❖ Les Aluminures de Titane
 - Généralités
 - Caractéristiques cristallographiques
 - Propriétés thermomécaniques
- ❖ La caractérisation 3D des matériaux polycristallins
 - Tomographie aux rayons X
 - Tomographie par Contraste de Diffraction
- ❖ Expériences préliminaires
 - Découpe des éprouvettes
 - Analyse cristallographique
- ❖ Perspectives pour le projet
 - Planning du semestre industriel
 - Difficultés attendues lors de la reconstruction

Tomographie par Contraste de Diffraction

❖ Technique récente

→ Premier article publié en 2008 par W. Ludwig (laboratoire MATEIS, INSA-Lyon)

Journal of
Applied
Crystallography

Received 28 June 2007
Accepted 16 January 2008

X-ray diffraction contrast tomography: a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals.

❖ Développement à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) avec le laboratoire MATEIS (INSA-Lyon)

→ Installation, équipement (Reischig, 2013)

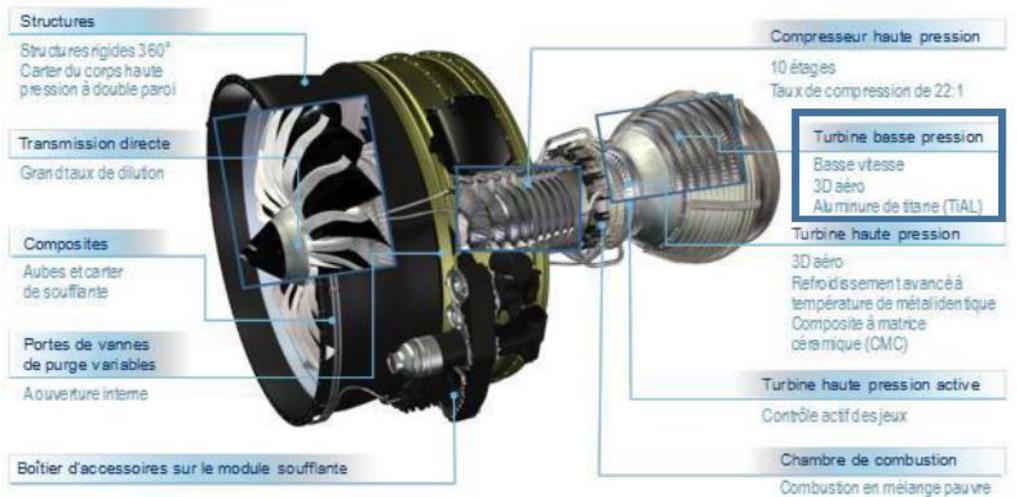
→ Algorithme de reconstruction (Vigano, 2016)

❖ Depuis 2015

→ Développé industriellement par Zeiss

Aluminures de Titane

- ❖ Découverts dans les années 1950
 - ❖ Recherches depuis une vingtaine d'années pour les industries aéronautiques et automobiles
- Aubes de turbine basse pression des moteurs LEAP de la joint-venture Snecma - General Electric

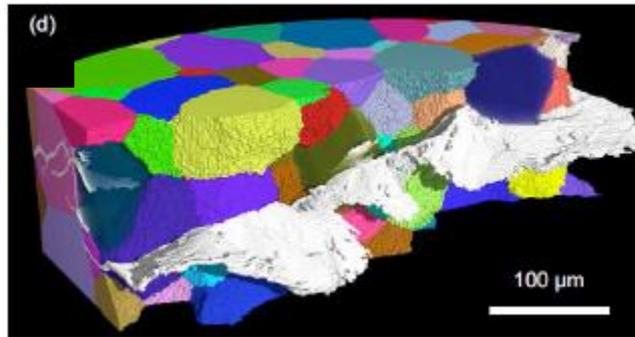


Aube de turbine TiAl

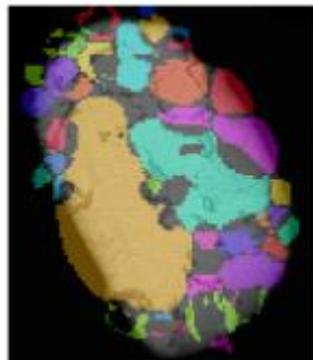
Moteur LEAP

Les Aluminures de Titane par Contraste de Diffraction

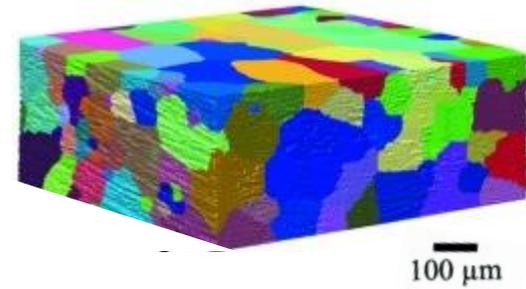
- ❖ Aucune publication sur le TiAl
- ❖ Matériaux déjà étudiés



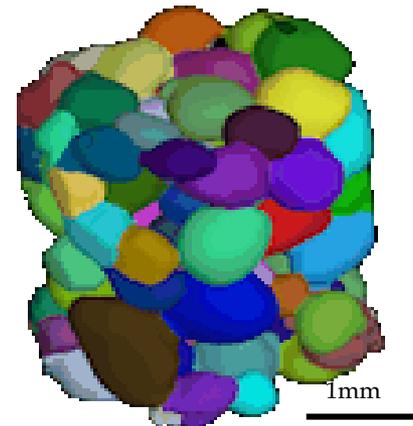
Alliage de Titane
(Ludwig, et al. 2011)



Acier
(Kostenko, et al., 2012)



Alliage d'Aluminium
(Renversade, et al. 2016)



Neige
(Rolland du Roscoat, et al. 2011)

Généralités

❖ Alliage intermétallique

→ TiAl, Ti₃Al

→ Propriétés différentes des métaux purs

❖ Fabrication

→ Métallurgie des poudres

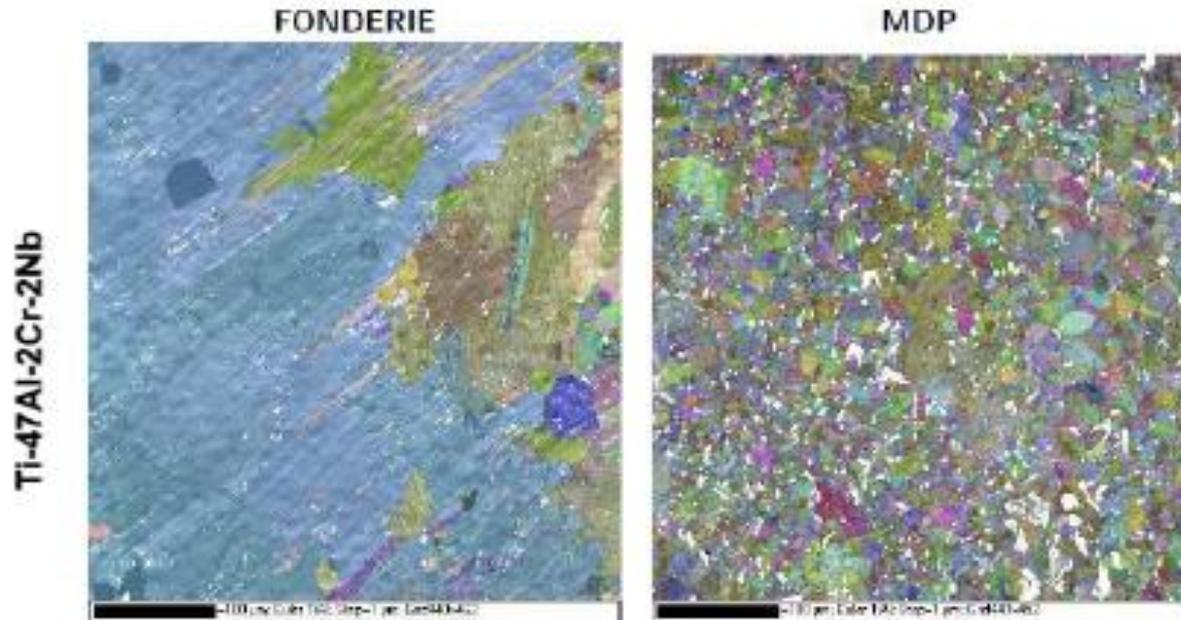
→ Déformation à chaud : extrusion, forgeage

→ Voie fonderie à partir de lingots

→ Usinage direct

} Snecma

Généralités



Comparaison de microstructures d'un même alliage TiAl obtenu par fonderie et métallurgie des poudres (Héripré, 2006)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Diagramme de phases

→ Quatre phases en présence

- β -TiAl : cubique centrée – désordonnée ou cubique simple – ordonnée
- α -Ti₃Al : hexagonale compacte - désordonnée
- α_2 -Ti₃Al : hexagonale compacte - ordonnée
- γ -TiAl : quadratique base C

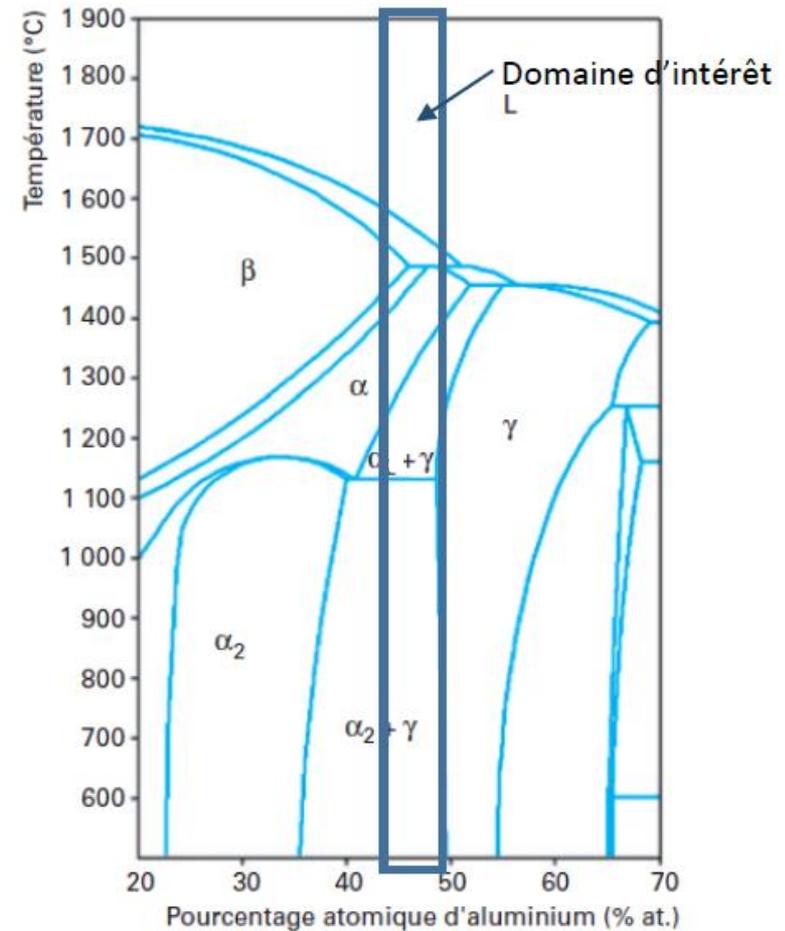
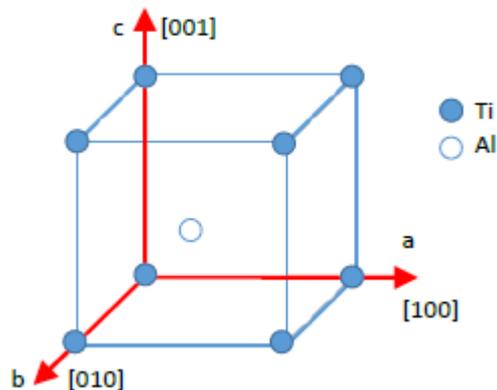


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Diagramme de phases

→ Quatre phases en présence

- β -TiAl : cubique centrée – désordonnée ou cubique simple – ordonnée
- α -Ti₃Al : hexagonale compacte - désordonnée
- α_2 -Ti₃Al : hexagonale compacte - ordonnée
- γ -TiAl : quadratique base C centrée - ordonnée

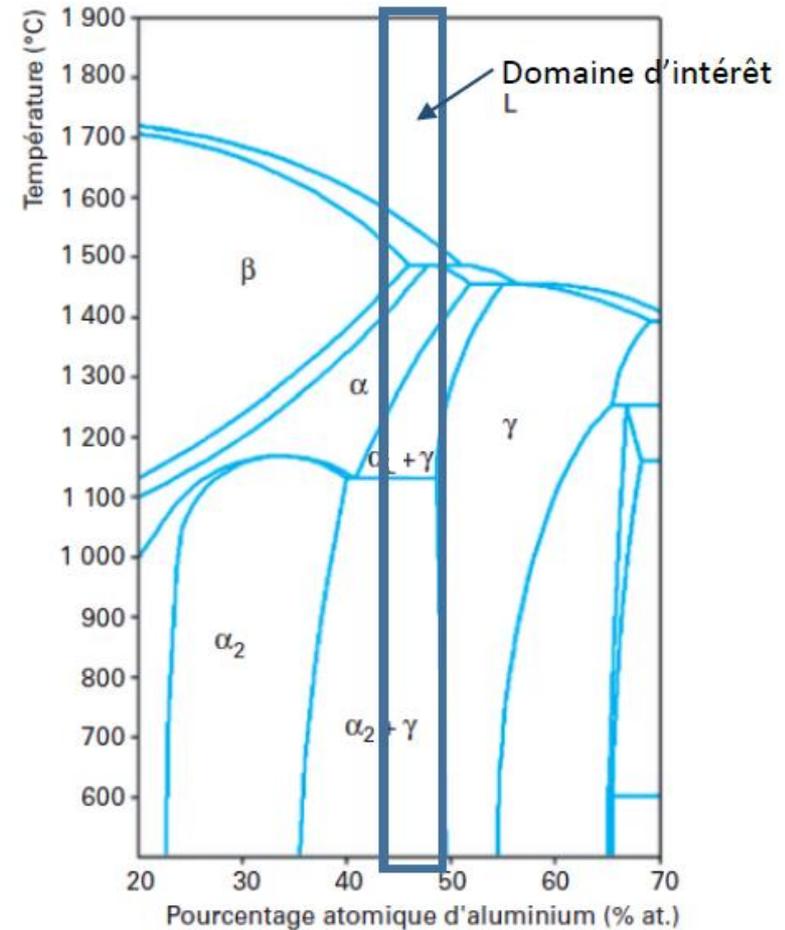


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Diagramme de phases

→ Quatre phases en présence

- β -TiAl : cubique centrée – désordonnée ou cubique simple – ordonnée
- α -Ti₃Al : hexagonale compacte – désordonnée
- α_2 -Ti₃Al : hexagonale compacte – ordonnée
- γ -TiAl : quadratique base C centrée – ordonnée

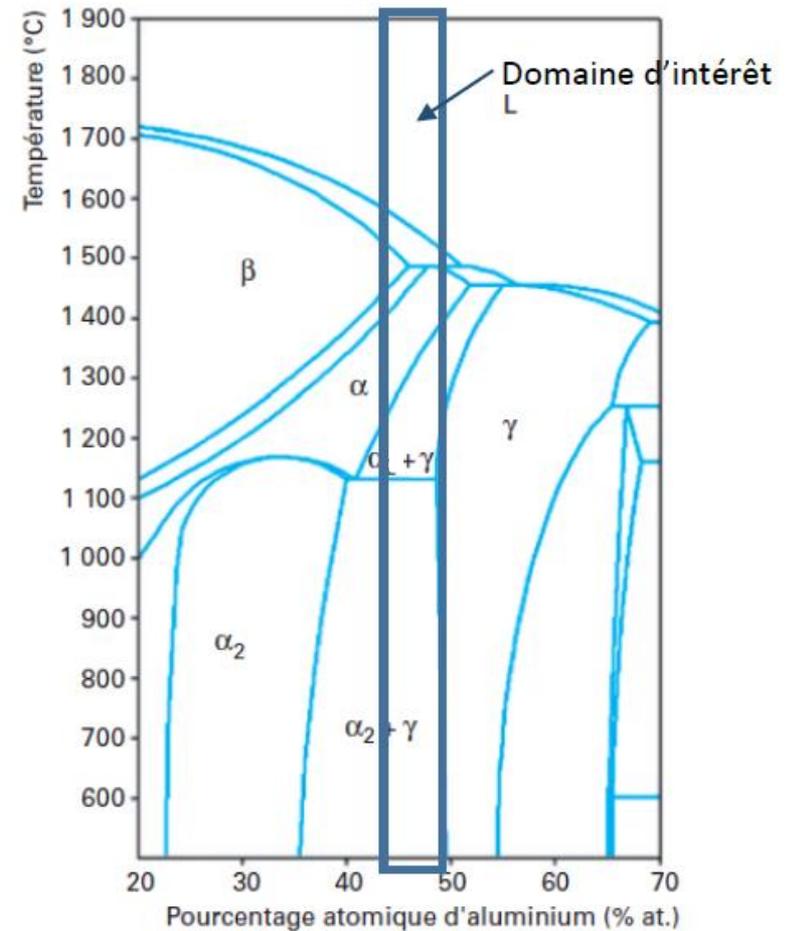
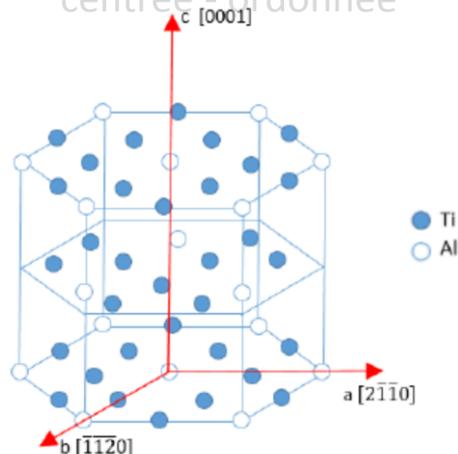


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Diagramme de phases

→ Quatre phases en présence

- β -TiAl : cubique centrée – désordonnée ou cubique simple – ordonnée
- α -Ti₃Al : hexagonale compacte – désordonnée
- α_2 -Ti₃Al : hexagonale compacte – ordonnée
- γ -TiAl : quadratique base C centrée ($c/a=1,02$) – ordonnée

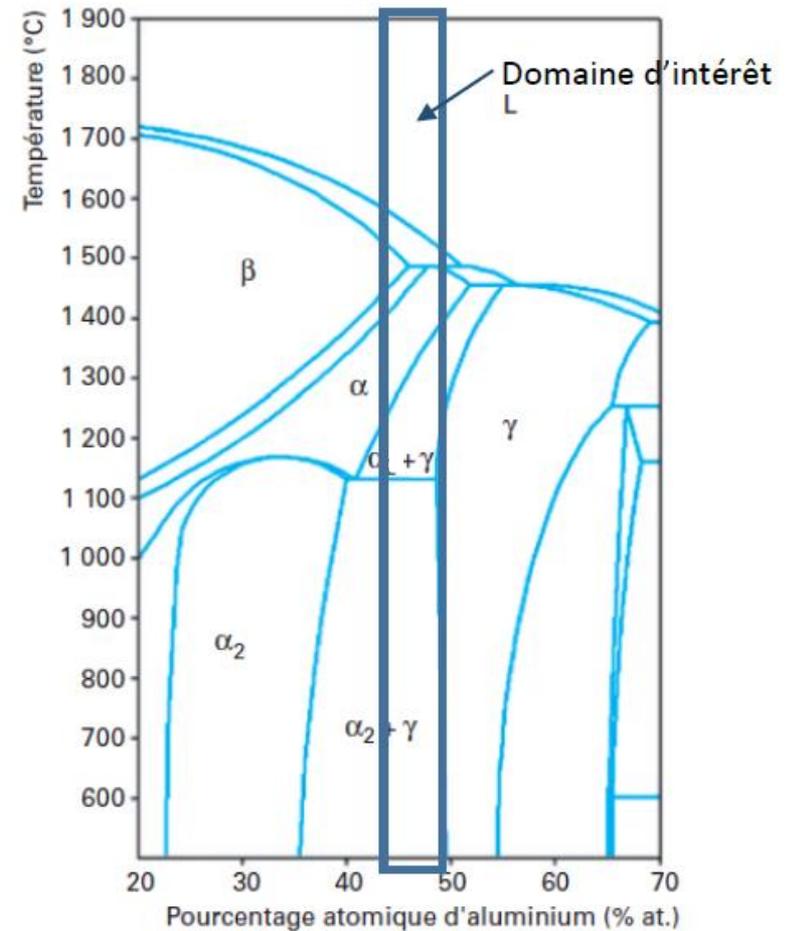
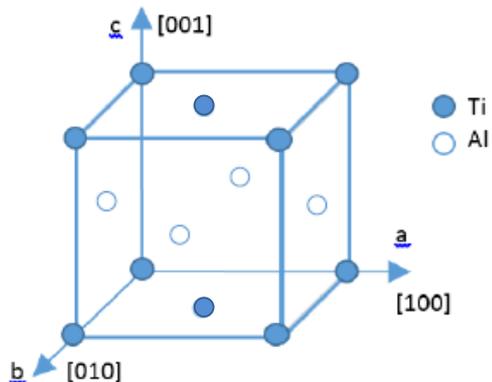
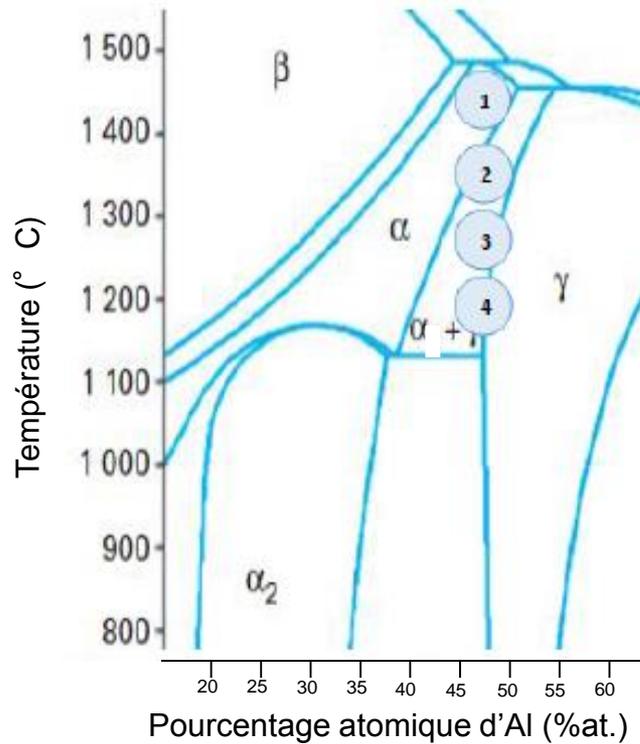


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine

→ Dépend du procédé d'élaboration et des traitements thermiques



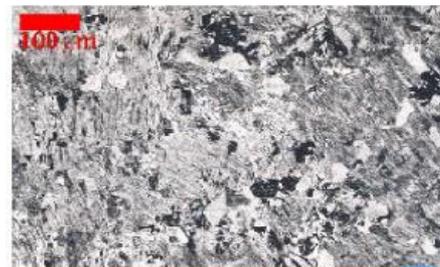
Totalement Lamellaire

1



Presque lamellaire

2



Duplex

3



Monophasée γ

4

Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)

Microstructures des TiAl, ONERA (Héripré, 2006)

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine

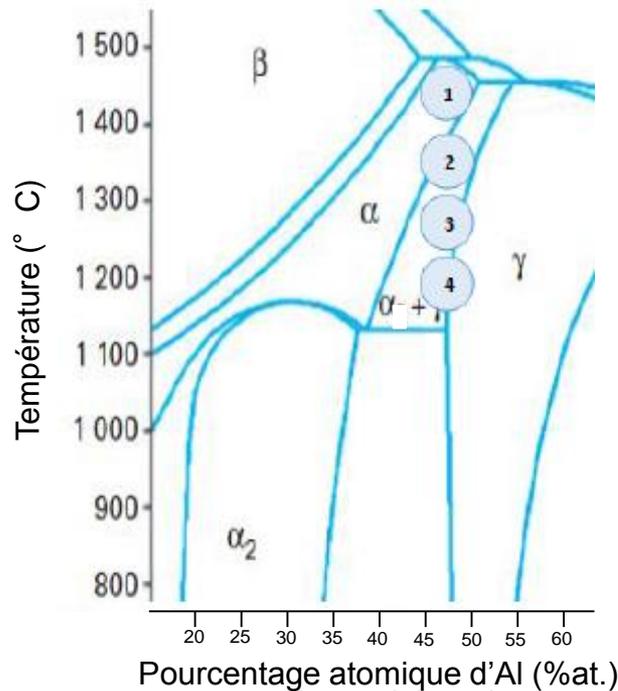


Diagramme d'équilibre binaire TiAl

(Thomas, 2011)

Microstructures des TiAl, ONERA (Héripré, 2006)

→ Refroidissement rapide de grains α

→ Accolement de lamelles de phases α_2 et γ

→ Taille des grains lamellaires de 0,5 à 1,5 mm, taille des lamelles de l'ordre de 1 μm

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine

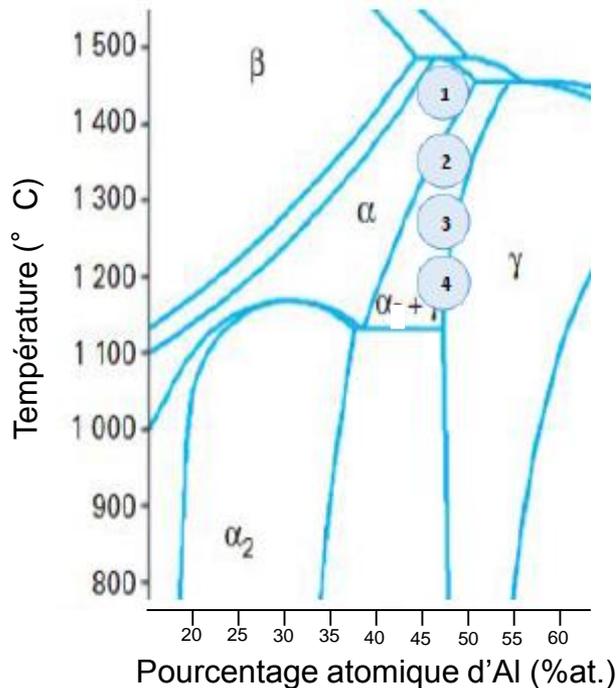


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)



Microstructures des TiAl, ONERA (Héripré, 2006)

- **Maintien isotherme** au-dessus de la température de transus de α
- **Grains monophasés γ** aux joints de grains lamellaires
- Taille des grains de l'ordre de **100 μm**

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine

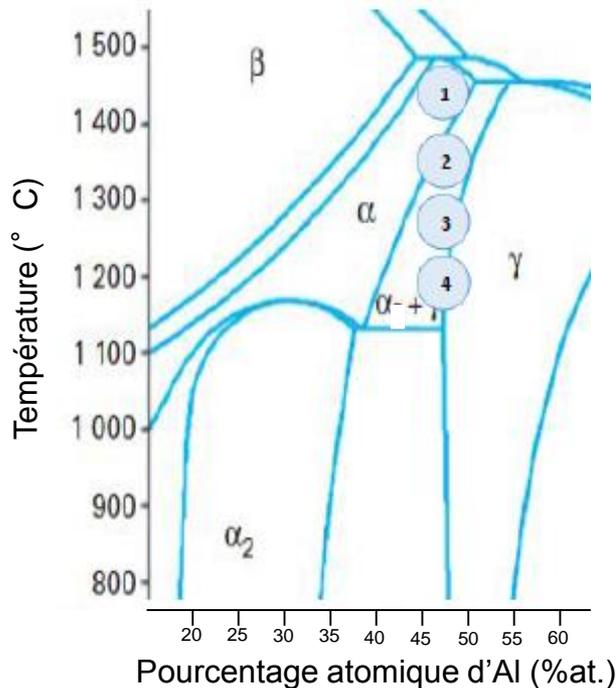


Diagramme d'équilibre binaire TiAl
(Thomas, 2011)



Microstructures des TiAl, ONERA (Héripré, 2006)

- **Recuit** dans le domaine $\alpha+\gamma$
- Grains **lamellaires α_2 et γ** , grains **monophasés γ**
- Taille des grains de **10 à 20 μm**

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine

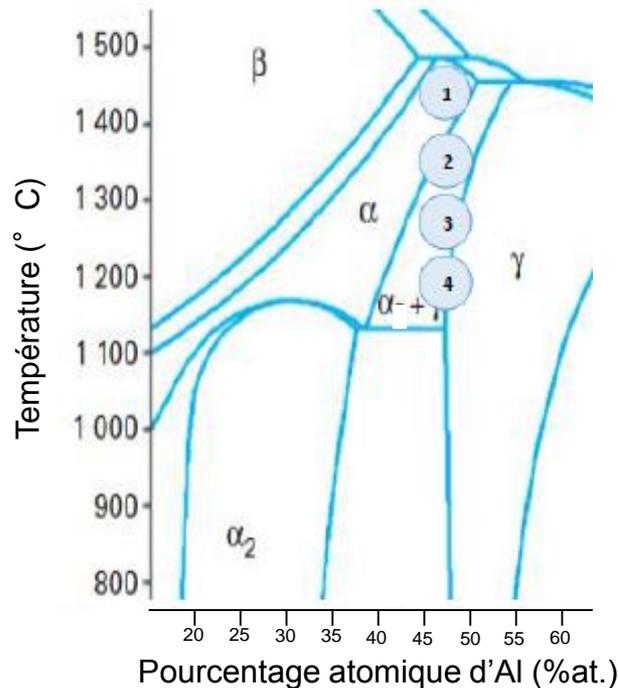


Diagramme d'équilibre binaire TiAl

(Thomas, 2011)

Microstructures des TiAl, ONERA (Héripré, 2006)

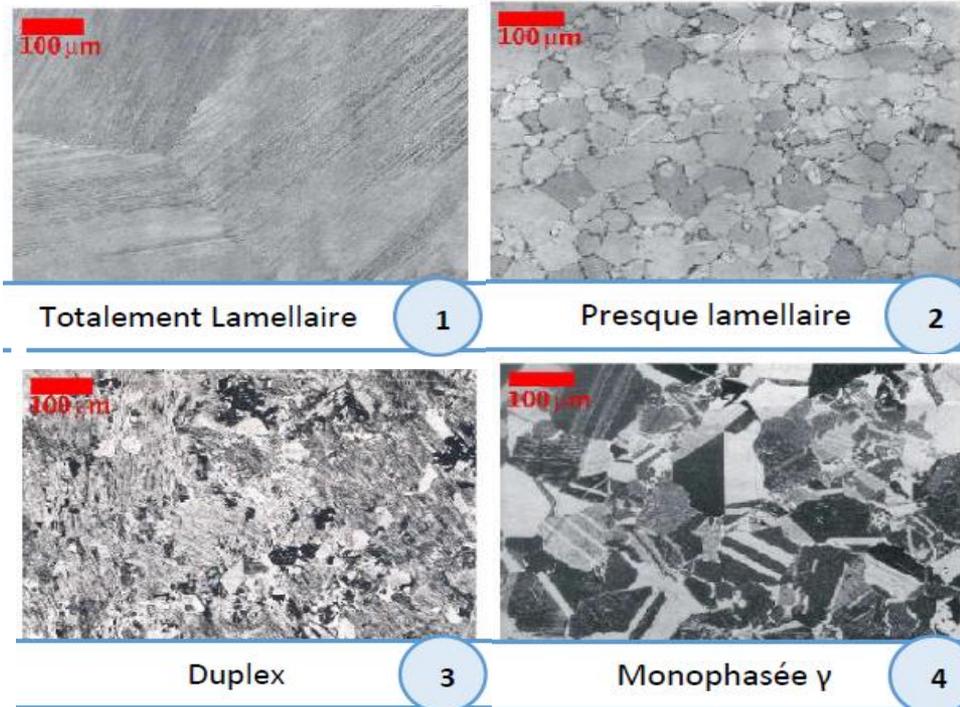
→ **Maintien isotherme** au-dessus de 1130°C

→ Grains γ **équiaxes**, possibilité de **précipités α_2** aux joints de grains et de grains γ **maclés**

→ Taille des grains de **10 à 50 μm**

Caractéristiques cristallographiques

❖ Microstructures observables au sein d'une aube de turbine



Microstructures des TiAl, ONERA (*Hériprié, 2006*)

➔ **Nécessité de développer des techniques pour connaître la microstructure au cœur du matériau**

Propriétés Thermomécaniques

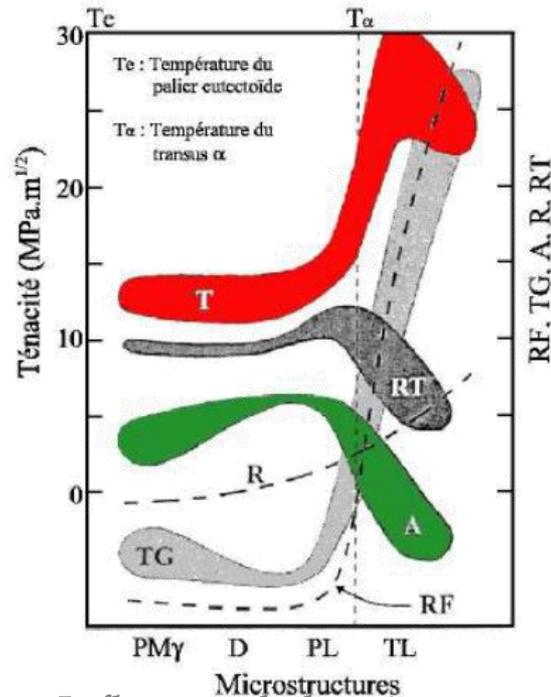
❖ Comparaison d'alliages utilisés dans l'aéronautique

Propriétés	Alliages TiAl		Alliages Ti	Superalliages Ni
	Ti ₃ Al-α ₂	TiAl-γ		
Densité	4,1 – 4,7	3,7 – 3,9	4,5	7,9 – 8,5
Module de Young (GPa)	110 – 145	160 – 180	95 – 115	200
Limite d'élasticité (MPa)	700-990	350 – 600	380 – 1150	800 – 1200
Ductilité (%)	2-10	1 – 4	10 – 25	3 – 25
Ductilité HT (%/°C)	10 – 20 @660	10 – 60 @870	12 – 50 @600	20 – 80 @870
Ténacité (MPa√m)	13-30	12 – 35	12 – 50	30 – 100
T max d'utilisation (°C)	870	870	600	850

- T ambiante : Propriétés mécaniques du **même ordre de grandeur** que les autres alliages **sauf ductilité**
- T > 600°C : **Bonne ductilité**
- **Faible densité**
- **T max d'utilisation élevée**

Propriétés Thermomécaniques

❖ Influence de la microstructure



Propriétés :

RF : Résistance au Fluage
TG : Taille de Grains
A : Allongement
R : Résilience
RT : Résistance à la Traction
T : Ténacité

Phases :

PM γ : Monophasée γ
D : Duplex
PL : Presque Lamellaire
TL : Totalement Lamellaire

Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages TiAl (Kim, et al., 1991)

- Microstructure lamellaire : **ténacité élevée**, faible résistance à la traction
- Microstructure monophasée : **ténacité faible**, **résistance à la traction élevée**
- ➔ **Connaissance de la microstructure nécessaire**

Tomographie aux rayons X

- ❖ Tomographie : du grec tomos « couper » et grapho « écrire»
 - Technique basée sur la **reconstruction d'un objet en 3D** par des coupes
 - Destructive : coupes sériées EBSD
 - **Non-destructive** : utilisation de rayons X

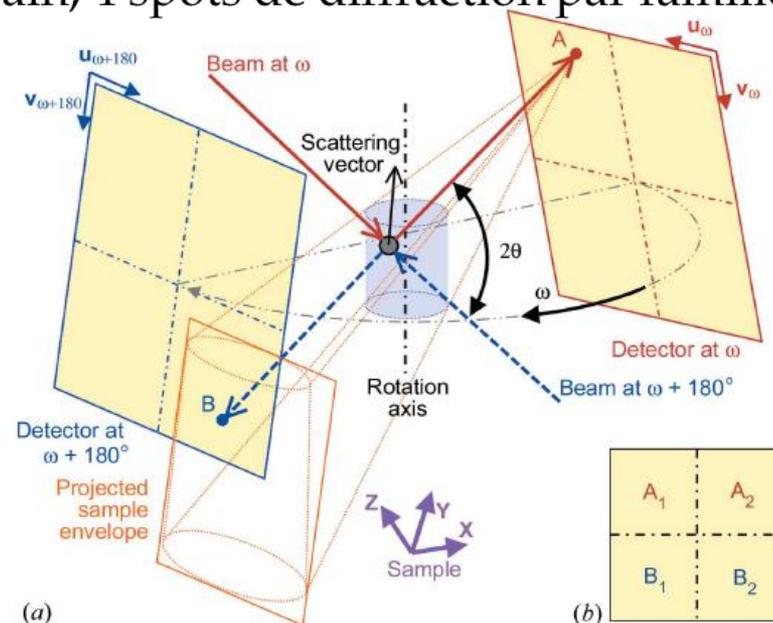
- ❖ Tomographie aux rayons X
 - Interaction entre le faisceau de rayons X et l'objet
 - Détection des rayonnements diffractés, transmis, ...
 - Reconstruction 3D à l'aide d'algorithmes à partir des images détectées

- ❖ En science des matériaux, plusieurs techniques
 - Différences de **composition de phases** (tomographie par **contraste d'absorption**)
 - Détection des **contours** (tomographie par **contraste de phase**)
 - **Orientation cristallographique** des grains (tomographie par **contraste de diffraction**)

Tomographie par contraste de diffraction

❖ Principe et montage expérimental

- Mode d'imagerie en champ plein
- Echantillon sur une platine tournante, scan sur 360° , pas de $0,05^\circ$
- Condition de Bragg respectée : diffraction pour ω et $\omega+180^\circ$ correspondant à la diffraction des plans (hkl) et $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$
- Pour un grain, 4 spots de diffraction par famille de plan (A1-B1, A2-B2)

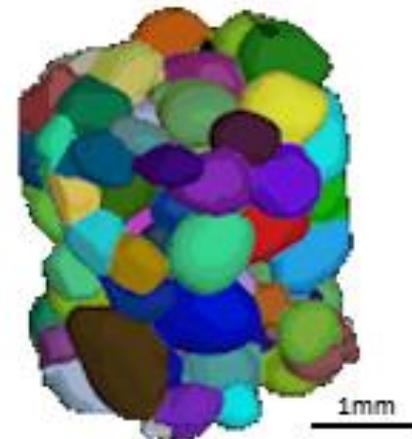
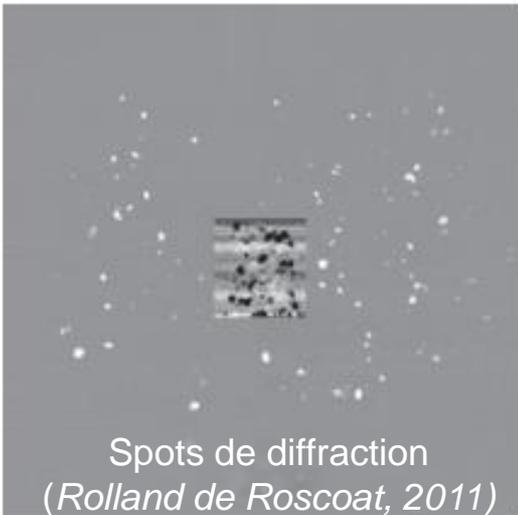


Principe et montage expérimental (Reischig, et al., 2013)

Tomographie par contraste de diffraction

❖ Traitement des données pour la reconstruction 3D à l'aide du code MATLAB DCT

- Prétraitement des images par segmentation des spots
- Correspondance des paires de Friedel à l'aide de la symétrie axiale
- Indexation des grains
- Reconstruction individuelle de la forme des grains par un algorithme de reconstruction algébrique
- Assemblage des grains dans le volume 3D

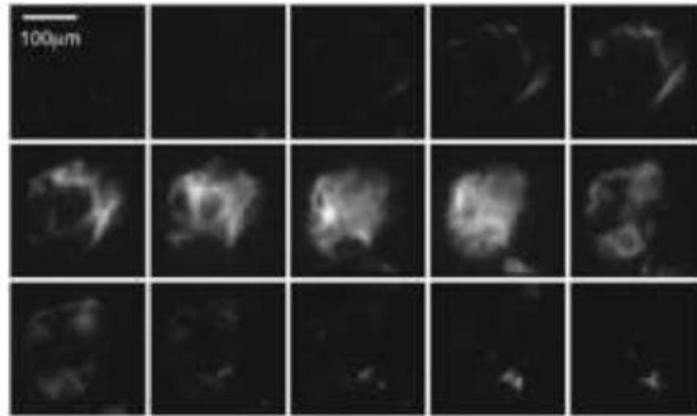


Reconstruction d'image 3D d'un polycristal
(neige), (*Rolland de Roscoat, 2011*)

Limites de la méthode

❖ Difficultés de reconstruction

- Géométrie et taille des grains
- Gradients d'orientation ou de déformation élastique



Variation de l'apparence d'un spot de diffraction pour des intervalles de rotation de $0,05^\circ$ (Ludwig, 2010)

❖ Améliorations à venir

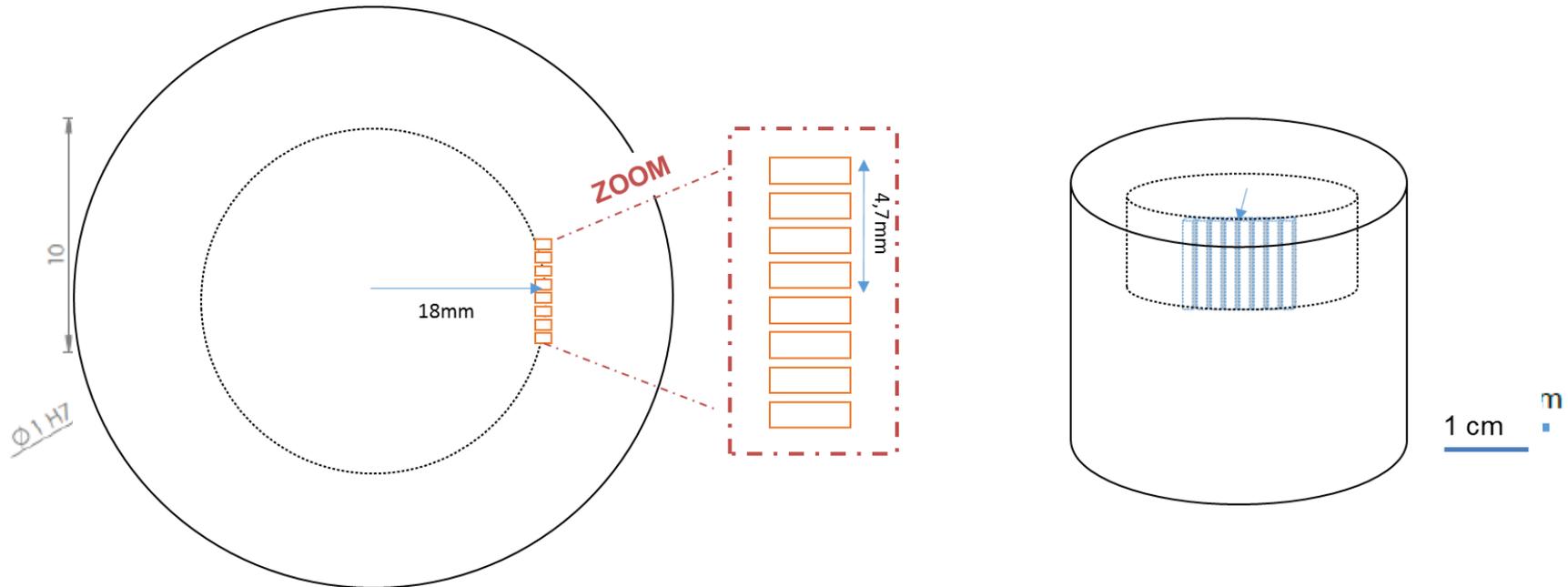
- Algorithmes de reconstruction
- Moyens techniques (augmentation du nombre de pixels des détecteurs)

Découpe des éprouvettes

❖ Matériaux envoyés par Snecma

→ Trois microstructures différentes : presque lamellaire, duplex et complètement γ

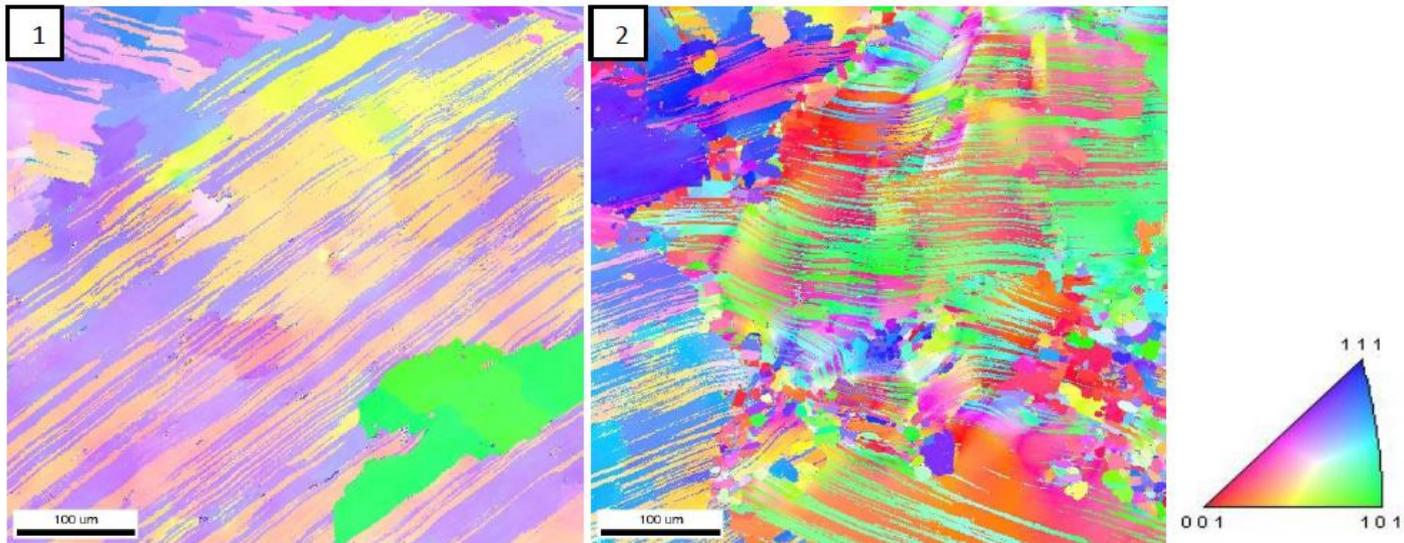
→ $\text{Ti}_{48}\text{Al}_{48}\text{Cr}_2\text{Nb}_2$



Plan de découpe des éprouvettes dans les cylindres

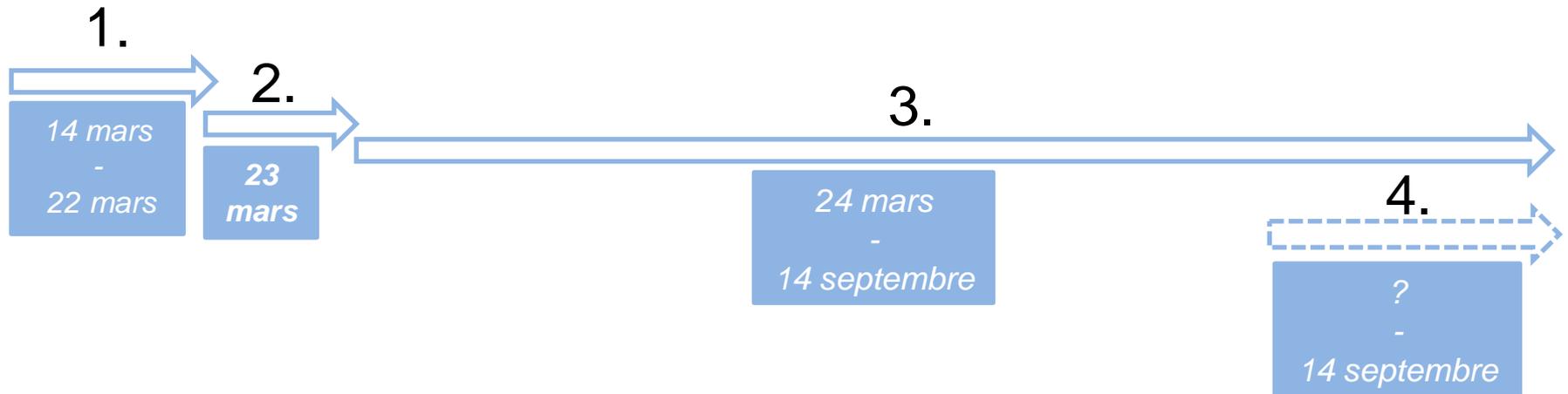
Analyse cristallographique

- ❖ Effectuées par Electron Back Scatter Diffraction (EBSD)
 - Reconstruction de l'orientation cristallographique des grains d'une microstructure en 2D
- ❖ Préparation de l'échantillon
 - Microstructure complètement lamellaire
 - Polissage mécanique et électrolytique
 - 2 zones d'analyse



Cartographies EBSD

Planning du semestre industriel



1. Préparation des éprouvettes pour la tomographie
→ Polissage et analyses EBSD
2. Campagne d'expériences à l'ESRF (24 heures)
→ Collecte des données
3. Reconstruction des microstructures à l'aide du code DCT
4. Génération de maillage à partir du polycristal reconstruit pour des simulations numériques

Difficultés attendues lors de la reconstruction

- ❖ Technique de tomographie adaptée pour des grains modèles
 - Taille de grain : 20 à 200 μm
 - Géométrie du grain : convexe, simple
 - Joint de grain : bien défini
 - Pas ou peu de défaut

- ❖ Reconstruction des microstructures lamellaires
 - Taille de grain trop grande pour la technique ($>$ à 500 μm)
 - **Aide de la tomographie par contraste de phase**

- ❖ Reconstruction des défauts
 - Grains maclés : défaut d'empilement non intégré au code
 - **Intégration de la cristallographie des macles au code MATLAB**

Merci de votre attention !