

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Caractérisation microstructurale et cristallographique
de L'alliage Ti-6Al-4V ayant subi différents traitements
thermiques**

MEDDAS Hamza Sofiane

Sous la direction de :

Dr N.KHERROUBA

Dr A.KASSER

Présenté et soutenu publiquement le 06/07/2019

Composition du Jury

Président Pr M.E .DJEGHLAL

Examineur Pr M.LARIBI

Examineur Dr B.MEHDI

ENP 2019

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Centre de Recherche en Technologies Industrielles

Mémoire de projet de fin d'études
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Caractérisation microstructurale et cristallographique
de L'alliage Ti-6Al-4V ayant subi différents traitements
thermiques**

MEDDAS Hamza Sofiane

Sous la direction de :

Dr N.KHERROUBA

Dr A.KASSER

Présenté et soutenu publiquement le 06/07/2019

Composition du Jury

Président Pr M.E .DJEGHLAL

Examineur Pr M.LARIBI

Examineur Dr B.MEHDI

ENP 2019

Dédicaces

A

Mes chers parents

Ma sœur Narimane

Toute ma famille, ma tante,

mes cousines Mounira et

Sihem

Tous mes amis, surtout

Samir

Hamza

Remerciements

Tous les travaux de recherche qui ont fait l'objet de mon travail ont été réalisés au Centre de Recherche en Technologie Industrielle (CRTI).

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude en premier lieu, à mon promoteur monsieur KHERROUBA Nabil, d'avoir accepté de m'encadrer et pour son accompagnement tout au long de la période de mon stage, pour son aide, son investissement scientifique et humain et tous les efforts inestimables fournis de sa part.

Mes chaleureux remerciements vont en second lieu, à mon Co-promoteur Mr A.Kasser, pour sa disponibilité, son écoute et ses conseils, qui m'ont été toujours précieux.

Je souhaite remercier le Pr M.E. DJEGHLAL d'avoir accepté de présider ma soutenance, ainsi que le Pr M.LARIBI et le Dr B.MEHDI en qualité d'examineurs. Merci pour le temps que vous avez consacré à juger ces travaux de mémoire, à vos remarques constructives.

Mes vifs remerciements et ma sincère reconnaissance vont aux personnels, du laboratoire à savoir: pour avoir mis en notre disposition le matériel nécessaire à la réalisation de cette étude.

Je témoigne toute notre gratitude à l'ensemble de mes professeurs de l'école nationale polytechniques d'Alger qui m'ont accompagné durant toutes ces longues années d'études.

Je remercie d'une façon très particulière mes parents pour leur soutien inconditionnel et leurs encouragements ainsi que toute ma famille et mes amis(e).

Enfin, Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

ملخص:

تستخدم سبائك التيتانيوم Ti-6Al-4V ثنائية الطور ($\alpha+\beta$) على نطاق واسع في الصناعة وعلى الأخص في صناعة الطيران بفضل خصائصها. تعتمد خصائص هذه السبيكة بشدة على الهياكل الدقيقة التي تطورها خلال العلاجات الحرارية التي تخضع لها. لذلك يهدف هذا العمل إلى دراسة التطورات المجهرية التي تم الحصول عليها بعد التبريد المختلفة (في الفرن ، وفي الماء الجليدي) وتحديد الخواص الميكانيكية الدقيقة للمراحل التي تشكل هذه السبائك. الهدف الآخر من هذا العمل هو التوصيف البلوري للتحويل المارنسيطي الناتج عن التبريد بالماء المثلج. سيتم تحقيق ذلك من خلال تطبيق نظرية الخطة الثابتة (IPS).

كلمات مفتاحية : Ti-6Al-4V, تطور المارتونزيت, IPS, النمو

Abstract:

The Ti-6Al-4V two-phase ($\alpha+\beta$) titanium alloy is widely used in industry and more particularly in aeronautics thanks to its qualities. The properties of this alloy strongly depend on the microstructures that it develops during heat treatments it undergoes. This work therefore aims to study the microstructural evolutions obtained after different cooling (furnance and in icy water) and to determine the micromechanical properties of the phases constituting this alloy. Another objective of this work is the crystallographic characterization of the martensitic transformation induced during quenching with iced water. This will be achieved by applying the Invariant Plan Theory (IPS).

Key words: Ti-6Al-4V, martensitic transformation, IPS nucleation.

Résumé

L'alliage de titane biphasé ($\alpha+\beta$) Ti-6Al-4V est largement utilisé dans l'industrie et plus particulièrement l'aéronautique grâce à ses qualités. Les propriétés de cet alliage dépendent fortement des microstructures qu'il développe durant les traitements thermiques qu'il subit. Ce travail a donc pour objectifs d'étudier les évolutions microstructurales obtenues après différents refroidissement (au four et à l'eau glacée) et de déterminer les propriétés micromécaniques des phases constituant cet alliage. Un autre objectif de ce travail est la caractérisation cristallographique de la transformation martensitique induite lors de la trempe à l'eau glacée. Cela sera réalisé en appliquant la théorie du plan invariant (IPS).

Mots clés : Ti-6Al-4V, Transformation martensitique, IPS, germination

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale.....	13
Chapitre I : Généralités sur le Titane et ses alliages.....	17
I.1. Introduction.....	17
I.2 Le titane pur	17
I.2.1 Structure et formes allotropiques	17
I.3 Familles des alliages de titane.....	20
I.3.1 Eléments α -gènes	20
I.3.2 Eléments β -gènes	20
I.3.3 Eléments neutres	21
I.4 Les principales familles d'alliage de titane.....	22
I.5 L'alliage de titane Ti-6Al-4V.....	23
I.5.1 Introduction.....	23
I.5.2 Différentes phases présentes dans le Ti-6Al-4V	23
I.6 Effet des traitements thermiques sur le Ti-6Al-4V	24
I.6.1 Evolution microstructurales lors d'une mise en solution à $T > T_{\beta}$	24
I.6.2 Effet d'un refroidissement à partir de $T > T_{\beta}$	24
I.6.3 Evolution microstructurales lors d'une mise en solution à $T < T_{\beta}$	25
I.6.4 Effet d'un refroidissement à partir de $T < T_{\beta}$	27
I.7 Diagramme TRC du Ti-6Al-4V :	27
I.8 Aspect morphologique	28
Conclusion	33
Chapitre II : La transformation martensitique.....	36
II.1. Généralités sur la transformation martensitique	36
II.1.1 Définition.....	36
II.1.2 Aspect thermodynamique	38

II.2 Cristallographie de la martensite	39
II.2.1 Aspect cristallographique de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMT)	39
II.2.2 Transformation martensitique $CC \rightarrow HC$ dans les alliages de titane	42
II.3 Origine de la microstructure	45
II.3.1 Maclage.....	45
II.3.2 Equation de maclage régissant l'interface entre deux variantes de la martensite :.....	46
II.3.3 Interface austénite-martensite	47
II.4 Conclusion	49
Chapitre III : Techniques expérimentales.....	52
III.1 Introduction	52
III.2 Découpage des échantillons	52
III.3 Traitements thermiques	52
III.4 Analyse métallographique	54
III.4.1 Préparation des échantillons	54
III.4.2 Attaque chimique.....	55
III.4.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	56
III.5 Analyse EDS	56
III.6 Essai de microdureté	57
III.7 Diffraction des rayons X	57
III.8 Logiciel Maud	58
Chapitre IV : Résultats et interprétations.....	60
IV.1 Caractéristiques de l'alliage utilisé	60
IV.2 Analyse métallographique et microstructurale.....	60
IV.2.1 L'alliage à l'état reçu	60
IV.2.2 Effet d'un refroidissement au four après mise en solution.....	61
IV.2.3 Effet d'une trempe après une mise en solution	64
IV.4 Caractérisation par DRX	67
IV.3 Effet des traitements sur la micro-dureté	69
IV.3.1 Effet d'un refroidissement au four après mise en solution.....	70
IV.3.2 Effet d'une trempe après une mise en solution	70
IV.5 Caractérisation cristallographique.....	71
IV.5.1 Application du principe du plan invariant IPS	71
IV.5.2 Application de la déformation complémentaire LIS	77

IV.6 Conclusion.....	81
Conclusion générale	83
Référence bibliographique	85

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés physiques du titane pur

Tableau I.2 : les 12 variantes susceptibles de se former lors de la transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$

Tableau I.3 : Composition chimique nominale de l'alliage Ti-6Al-4V

Tableau I.4 : Mécanisme de formation des lamelles α_{WGB} dans certains alliages de titane

Tableau II.1 : correspondance entre le réseau ortho-hexagonal et le réseau cubique (${}_{\text{O}}\text{R}^{\text{C}}$ matrice de passage)

Tableau II.2 : Correspondance des matrices de Bain dans le réseau cubique

Tableau VI.1 : Composition chimique de notre alliage

Tableau IV.2 : Paramètres d'affinements

Tableau IV.2 : Tableau récapitulatif des différents plans d'habitats

Liste des figures

Figure I.1 : Cristallographie du titane pur. a) phase α de structure HC. b) phase β de structure CC.

Figure I.2 : Passage de la maille cubique centré à la maille hexagonal compact

Figure I.3 : Classification des éléments d'addition

Figure I.4 : Schéma récapitulatif des familles d'alliages de titane et leurs $[Al]_{eq}$ et $[Mo]_{eq}$ correspondants

Figure I.5 : Effet des traitements thermiques sur la microstructure d'un alliage Ti-6Al-4V

Figure I.6 : Diagramme TRC de l'alliage Ti-6Al-4V

Figure I.7 : a) microstructure d'un alliage Ti-6Al-4V trempé à l'eau

Figure I.8 : Relation entre la cristallographie et la morphologie d'une lamelle α dans un alliage de titane $\alpha + \beta$

Figure I.9 : Formation de α_{GB} et α_{WGB} : a) germination sympathique b) déstabilisation du front de croissance

Figure I.10 : Schéma illustratif de la séparation entre les lamelles latérales et α_{GB} .

Figure II.1 : Classification des transformations displacives

Figure II.2 : Energie libre de la phase mère (m) et de la phase martensitique (M) en fonction de la température

Figure II.3 : Transformation martensitique cubique-orthorhombique

Figure II.4 : Système de glissement et de maclage produits par la déformation complémentaire.

Figure II.5 : correspondance proposée par Burger.

Figure II.6 : Combinaisons des variantes au sein d'une macle.

Figure II.7 : Relation de macle entre deux variantes de martensite.

Figure II.8 : Interface typique entre l'austénite et un couple de martensite.

Figure III.1 : Schémas illustratifs des traitements thermiques pour : a) mise en solution suivi d'un refroidissement au four, b) chauffage à 1000°C suivi d'une trempe

Figure III.2 : Image illustrant une Enrobeuse

Figure III.3 : Image illustrant une polisseuse

Figure III.4 : Image illustrant un microscope optique

Figure III.5 : Image illustrant un microscopie électronique à Balayage

Figure III.6 : Image illustrant un microduromètre automatisé

Figure III.7 : Aperçu de l'interface du logiciel MAUD

Figure IV.1 : Diagramme pseudo binaire du Ti-6Al-4V

Figure IV.2 : Microstructure de l'échantillon non traités x500

Figure IV.3 : Microstructure en vannerie du Ti-6Al-4V pour une mise en solution à 1100 °C suivi d'un refroidissement au four.

Figure IV.4 : Triangles isocèles formés par les lamelles : a) Microscopie optique, b) Microscopie électronique.

Figure IV.5 : Analyse EDS d'une microstructure lamellaire

Figure IV.6 : Microstructure martensitique du Ti-6Al-4V pour une mise en solution à 1000 °C suivi d'une trempe à l'eau

Figure IV.7 : Apparition du liseré α_{GB} dans la microstructure martensitique

Figure IV.8 : Morphologie fractale de la martensite, a) x500, b) x1000

Figure IV.9 : Analyse EDS de la microstructure martensitique

Figure IV.10: Superposition des diffractogrammes des états reçu et trempé

Figure IV.11 : Diffractogramme de l'échantillon trempé

Figure IV.12 : empreintes laissées par l'indentation après : a) refroidissement au four, b) trempe à l'eau

Liste des abréviations

A_f : Température de fin de transformation austénitique

A_s : Température de début de transformation austénitique

B : Matrice de Bain

B_C : Matrice de Bain rapportée dans le référentiel cubique

$G^m(T)$: Energie libre de la phase mère

$G^M(T)$ Energie libre de la phase fille

$G^{m \rightarrow M}(T)$ Différence d'énergie entre la phase mère et la phase fille

IPS : Invariant plane strain

K_β : coefficient de stabilité beta

LIS : Lattice invariant shear

$l_{\alpha GB}$: longueur du liseré

M_f : Température de fin de transformation martensitique.

M_s : Température de début de transformation martensitique.

${}_O R^C$: Matrice de passage de la base ortho-hexagonale vers la base cubique

PTMT : Théorie phénoménologique de la transformation martensitique

R : Matrice de rotation

S : Cisaillement complémentaire

T : Déformation du macroscopique du réseau

T_0 : Température d'équilibre entre la phase mère et la phase fille

TRC : Transformation en refroidissement continu

T_β : Transus bêta

α : Phase alpha de réseau hexagonal compact stable à basse température

α_{GB} : liseré alpha qui se forme sur les anciens joints de grains beta

α_{WGB} : lamelles alpha Widmenstaten.

β : Phase bêta de réseau cubique centré stable à haute température.

β_s : Phase bêta stable à basse température.

δ : Dilatation induit par le cisaillement complémentaire.

K_1 : Plan de maclage.

η_2 : Direction de maclage.

Q : Matrice de rotation entre deux variantes de martensites.

Introduction générale

Etant largement utilisé dans diverses industries (particulièrement l'industrie aéronautique) et en plus de son abondance dans la croûte terrestre. Le titane et ses alliages exhibent de très bonnes propriétés (bonne résistance à la corrosion, très bonne ductilité et biocompatibilité) qui lui valent le prix d'être tant convoité.

Le titane est le siège d'une transformation allotropique puisqu'en avoisinant la température de 882°C (appelée transus) il passe d'une phase appelée α (de structure hexagonale compacte) stable à basse température vers une phase appelée β (de structure cubique centrée) stable à haute température. Le transus ainsi que les fractions des deux phases étant tributaires des taux d'éléments d'addition.

L'alliage Ti-6Al-4V est l'alliage de titane le plus utilisé, sa microstructure biphasée lui confère des propriétés très intéressantes. Ces propriétés sont étroitement liées à la morphologie, qui elle-même est liée à la cristallographie. Cependant des traitements thermomécaniques peuvent être envisagés afin d'améliorer les propriétés surtout lorsque l'on tient compte de l'aspect anisotrope que présentent les alliages de titane et d'admettre donc que les propriétés sont fortement influencés par la texture.

La compréhension des mécanismes de transformations tant pour les phases en équilibre que celles hors-équilibre peut nous renseigner par rapport à la texture attendue, plusieurs études ont été menées afin de pouvoir caractériser les alliages de titane.

Dans ce travail, on se propose dans un premier temps de caractériser microstructuralement deux états traités thermiquement, et dans un second temps, de prédire théoriquement, et en ne disposant que des paramètres de maille, les différentes caractéristiques cristallographiques de l'état trempé.

Ce travail rentre dans le cadre d'un projet de recherche initié par le Centre de Recherche en Technologies Industrielles (C.R.T.I)

Le travail se divise en deux grandes parties ; la première étant la partie bibliographique, où l'état d'art est établi dans le Chapitre I, et où les théories phénoménologiques sont expliquées dans le chapitre II.

La deuxième partie revoie à l'aspect expérimental de notre étude, ainsi après avoir expliqué les différents moyens d'investigation dans le chapitre III. Des résultats seront présentés et discutés dans le chapitre IV.

Enfin nous finirons avec une conclusion où nous récapitulerons l'ensemble des résultats obtenus

Partie I

Partie bibliographique

Chapitre I

Généralités sur le titane et ses alliages

Chapitre I : Généralités sur le Titane et ses alliages

I.1. Introduction

Découvert en 1790, le titane (neuvième élément dans l'ordre d'abondance dans l'écorce terrestre) n'a réellement connu un essor industriel que vers les années 50. Les difficultés de sa métallurgie extractive ont retardé le développement de ses applications industrielles. La recherche de caractéristiques physiques nouvelles a contraint les métallurgistes à réétudier de manière plus approfondie les métaux qui avaient été écartés du fait des difficultés de fabrication. Les différentes propriétés du titane et de ses alliages (caractéristiques mécaniques élevées, densité faible, bonne tenue de la corrosion, amagnétisme) ont rendu leur utilisation particulièrement attrayante dans des secteurs aussi divers que l'aéronautique, la chimie et le biomédical [1].

Tableau I.1 : Propriétés physiques du titane pur [2]

Propriété	Valeur
T° de fusion	1670 °C
Transformation allotropique (°C)	$\beta \xrightarrow{882} \alpha$
Densité	4510 kg/m ³
Module de Young	120 GPa
Dureté	70 à 74 HRB
Coefficient de Poisson	0.361
Coefficient de dilatation thermique linéaire	8.41 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Conductivité thermique	18 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Résistivité électrique	0.0478 μΩ .m

Afin de pouvoir interpréter les états métallurgiques résultants des différents traitements thermiques réalisés au cours de cette étude, il est intéressant de se familiariser avec les propriétés métallurgiques du titane et de ses alliages. Dans la suite de ce chapitre nous verrons les différentes modifications structurales ainsi que les différentes phases susceptibles d'exister.

I.2 Le titane pur

I.2.1 Structure et formes allotropiques

Le titane pur est un métal de la colonne IVB de la classification périodique des éléments et possède la configuration électronique suivante : [Ar] 4s² 3d². Il présente deux structures cristallographiques différentes stables respectivement à basse et à haute température : la phase α et la phase β

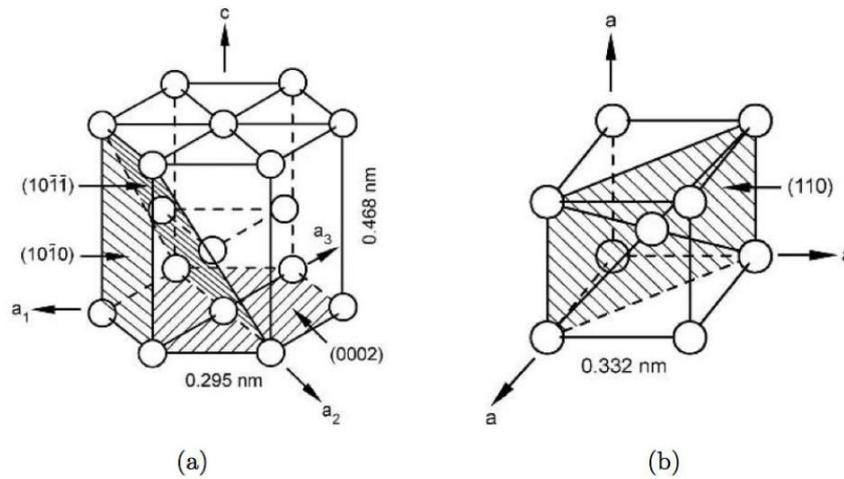


Figure I.1 : Cristallographie du titane pur. a) phase α de structure h.c. b) phase β de structure [2].

A température ambiante et sous pression atmosphérique, le titane pur présente une structure cristalline de type hexagonale compacte appelée phase α , de paramètre de maille a et c valant respectivement 0.295nm et 0.4682nm [3]. Ces valeurs conduisent à un rapport c/a égale à 1.587 qui est sensiblement inférieur au rapport de compacité idéal ($\frac{\sqrt{8}}{3} = 1.633$). La phase α est qualifiée de ce fait d'hexagonal pseudo-compact.

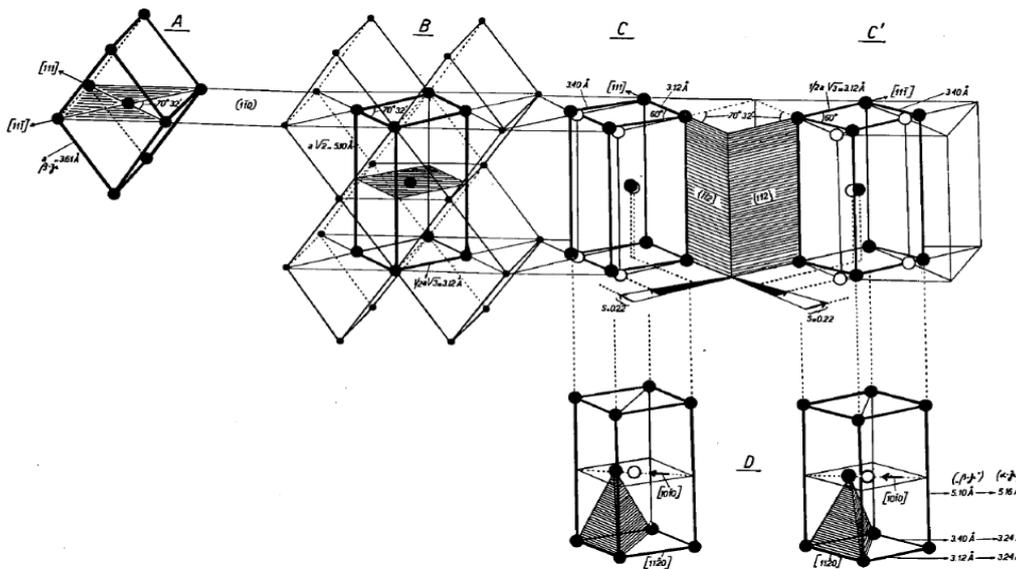


Figure I.2 : Passage de la maille cubique centré à la maille hexagonal compact [4]

Cristallographiquement parlant, la transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ s'accompagne d'une relation d'orientation dite relation d'orientation de Burgers [4]. Selon laquelle la maille primitive du réseau hexagonal pseudo-compact peut être obtenue par un cisaillement le long d'un plan de la famille $\{112\}_\beta$ perpendiculaire au plan $(110)_\beta$ et dans la direction parallèle à l'une des deux directions $[1\bar{1}1]_\beta$ (figure I.2). Compte tenu de cette relation d'orientation, la transformation de phase permet dans un même grain β d'obtenir six variantes α différentes

Ce mécanisme schématisé sur la figure I.2 montre qu'une direction compacte $\langle 111 \rangle$ peut alors devenir une des trois directions compactes hexagonales $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Il est démontré que ce mécanisme n'implique pas de manière directe de mécanisme de diffusion [5]. Néanmoins, certaines études [5] ont montré que les relations d'orientations étaient conservées même lorsque les vitesses de transformation étaient lentes. Ceci implique donc la présence de mécanismes diffusionnels avec apparition de la nouvelle phase activée par un mécanisme de germination et croissance plus classique mettant en jeu des déplacements atomiques sur des plus longues distances. Aussi peut-on généralement considérer que la transformation $CC \rightarrow HC$ dans le titane se produit par une germination de nature athermique (via un mécanisme de cisaillement impliquant des déplacements atomiques à courte distance) suivie d'une croissance de type isotherme contrôlée par un processus diffusionnel. [6]

Tableau I.2 : les 12 variantes susceptibles de se former lors de la transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$

Variantes	Relation d'épitaxie	
	Plan	Direction
1	$(110)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
2	$(110)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
3	$(1\bar{1}0)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
4	$(1\bar{1}0)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
5	$(101)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
6	$(101)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
7	$(\bar{1}10)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
8	$(\bar{1}10)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
9	$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
10	$(011)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
11	$(0\bar{1}1)_\beta // (0001)_\alpha$	$[111]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$
12	$(0\bar{1}1)_\beta // (0001)_\alpha$	$[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$

En conclusion, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ peut être de type martensitique ou peut se produire par un processus de nucléation et de croissance contrôlé par la diffusion dépendant de la vitesse de refroidissement et de la composition de l'alliage. Cette relation de Burgers obéit donc à la fois à la transformation martensitique et au processus conventionnel de germination et de croissance

I.3 Familles des alliages de titane

Le titane est souvent utilisé sous forme d'alliages. Les éléments d'alliage ont une influence particulière sur le domaine de stabilité des phases α et β en diminuant ou en augmentant la température de transformation (figure I.3). En effet, les éléments stabilisant la phase α dits éléments α -gènes augmentent la valeur de T_β et les éléments β -gènes diminuent la valeur de T_β . Ces éléments d'alliages (ainsi que les traitements thermomécaniques) confèrent donc aux alliages de titane des propriétés extrêmement modulable liées à la quantité ainsi qu'à la morphologie respective des phases α et β . On distingue trois catégories d'éléments suivant leur tendance à augmenter la stabilité de l'une des phases et par conséquent à favoriser un certain type de microstructure :

I.3.1 Eléments α -gènes

Les éléments alphaséens stabilisent la phase α et $\alpha+\beta$ en augmentant T_β (figure I.3). Leurs effets sont additifs et on estime le caractère α -gène en calculant la teneur équivalente en Al par la formule [7] (% massiques) :

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{1}{6}[Zr] + \frac{1}{3}[Sn] + 10([O] + [C] + 2[N]) \quad (I.1)$$

I.3.2 Eléments β -gènes

Les éléments bétagènes accroissent le domaine de stabilité de la phase β et diminuent T_β . On distingue les éléments bétagènes isomorphes, miscibles en toutes proportions dans la phase β et conduisant donc à une solution solide continue et les éléments bétagènes eutectoïdes qui favorisent la précipitation de composés intermétalliques, de même que pour les éléments α -gènes, le caractère β -gènes peut être déterminé selon la formule suivante [7] (% massiques) :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{1}{5}[Ta] + \frac{1}{3.6}[Nb] + \frac{1}{2.5}[W] + \frac{1}{1.5}[V] \quad (I.2)$$

I.3.3 Eléments neutres

Les éléments neutres modifient très peu la température T_β mais permettent de varier les caractéristiques des alliages (augmentation de la résistance au fluage par addition de zirconium). Toutefois, comme rapporté par Le Biavant – Guerrier [7], bien qu'ils n'aient pas d'effets sur la stabilisation de la phase α , les éléments Zr et Sn figurent dans l'expression de l'équivalent en Al dans l'expression (I.1).

Éléments	Diagramme d'équilibre	Éléments en insertion	Éléments en substitution
Alphagènes		O, N, B, C	Al
Bêtagènes			Mo, V Nb, Ta
Eutectoïdes		H	Mn, Fe, Cr W, Ni, Cu, Ag, Si, Co Au
Neutres			Sn, Zr

Figure I.3 : Classification des éléments d'addition [1]

I.4 Les principales familles d'alliage de titane

Il est possible de classer les différents alliages de titane en trois grandes familles selon leur proportion de phases α et β retenues à température ambiante, en supposant les effets des éléments alphasènes et betagènes additifs :

- Les alliages α : constitués exclusivement de phase α , ces alliages contiennent essentiellement des éléments d'addition de type α -gènes. Ainsi, leur composition chimique ne permet pas de retenir la phase β à température ambiante.
- Les alliages $\alpha + \beta$: la classe de ces alliages étant extrêmement large, il est possible de distinguer trois sous-classes selon la proportion :
 - Les alliages quasi- α ; proches des alliages α , ils possèdent de la phase β à une teneur inférieure à 5% [1].
 - Les alliages $\alpha + \beta$: Ces alliages contiennent à la fois des éléments alphasènes et le plus souvent, 5 à 6% d'éléments bétagènes [8]. Ces alliages sont biphasés, ils présentent à température ambiante les deux phases α et β . Ce sont les plus utilisés, notamment dans le domaine aéronautique.
 - Les alliages quasi- β ; alliages possédant peu de phase α .
- Les alliages β constitués de phase β uniquement, la concentration des éléments β -gènes permet dans ce cas, de stabiliser la phase β à la température ambiante qui ne se décomposera pas même si un traitement thermique y est appliqué ultérieurement.

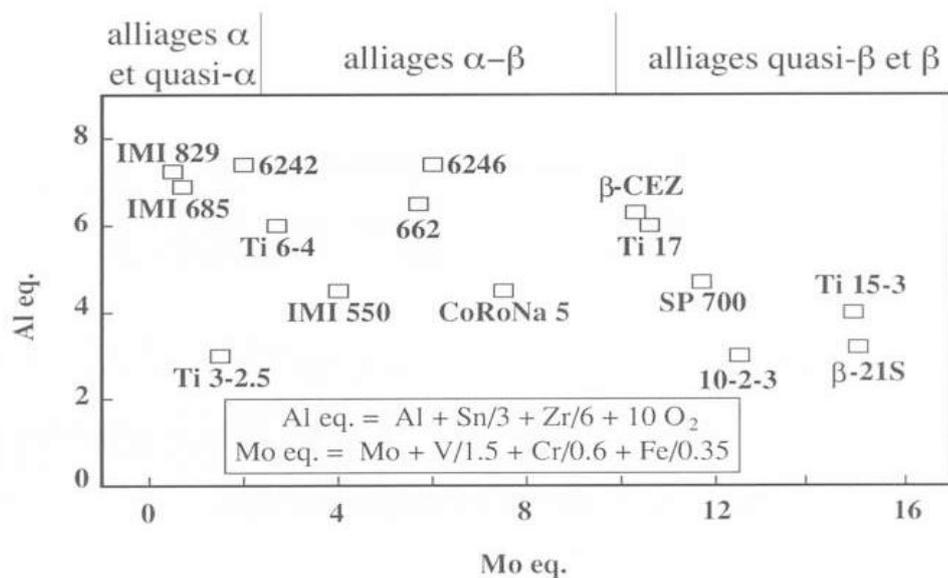


Figure I.4 : Schéma récapitulatif des familles d'alliages de titane et leurs $[Al]_{eq}$ et $[Mo]_{eq}$ correspondants [9]

I.5 L'alliage de titane Ti-6Al-4V

I.5.1 Introduction

L'alliage de titane TA6V (norme française) ou Ti-6Al-4V (norme américaine) est l'alliage le plus couramment utilisé. Il représente à lui seul environ 50% du marché. De composition pondérale, 6% d'aluminium et 4 % de vanadium, le TA6V est un alliage biphasé à température ambiante, il présente un bon compromis entre résistance mécanique et ténacité en plus de son excellente résistance à la corrosion [10].

Tableau I.3 : Composition chimique nominale de l'alliage Ti-6Al-4V [11]

Elément	Al	V	Fe	O	C	N	H	Ti
Wt.%	5.5-6.75	3.5-4.5	<0.3	<0.2	<0.08	<0.05	<0.015	Balance

I.5.2 Différentes phases présentes dans le Ti-6Al-4V

Etant un alliage biphasé, l'alliage Ti-6Al-4V présente une grande variété en termes de microstructures selon les traitements thermiques et thermomécaniques qui lui sont appliqués. Plusieurs paramètres dont la température du traitement, la vitesse de chauffage/ refroidissement ou encore le taux de déformation régissent la nature, le taux et la morphologie des phases formées [12].

Ainsi, les phases d'équilibre et hors-équilibre susceptibles de se former à l'issu d'un traitement thermique dans l'alliage Ti-6Al-4V sont dénommées habituellement comme suit :

- Phase β stable (β_s) : phase β maintenue à l'ambiante, stabilisée et impossible à transformer par traitement thermique.
- Phase β transformée (β_t) : décomposition de β par refroidissement lent en structure lamellaire $\alpha+\beta$.
- Phase β métastable (β_m) : phase β retenue à l'ambiante ayant une composition chimique haute température susceptible de se transformer par traitement thermique ultérieure.
- Phase α primaire (α_I) : phase α présente à l'équilibre à haute température pendant le traitement thermique.
- Phase α secondaire (α_{II}) : phase α résultant de la décomposition de β_m ou β_t au cours de traitements thermiques.

- Phase α prime (α') : phase hexagonale semblable à la phase α , mais ayant la même composition chimique que la phase β ; phase martensitique obtenue par trempe rapide de la phase β .

Les différentes phases sont illustrés dans la figure I.5

I.6 Effet des traitements thermiques sur le Ti-6Al-4V

Les traitements thermiques ayant des objectifs variés en fonction des applications visées, différentes catégories peuvent être considérées [6] :

- Traitements de durcissement, pour accroître la résistance et la tenue au fluage des alliages de titane et donc augmenter l'éventail de leurs applications, principalement aéronautiques ;
- Traitements d'adoucissement, pour faciliter la mise en forme et améliorer la stabilité dimensionnelle

I.6.1 Evolution microstructurales lors d'une mise en solution à $T > T_{\beta}$

Il est d'abord nécessaire de rappeler que la microstructure initiale à la température ambiante est composée de grains de phase β globulaire dans une matrice de phase α qui est obtenue après un traitement thermique (appelé mill annealing) qui consiste à chauffer l'alliage jusqu'à 730 °C, suivi d'un maintien à cette température pendant 4 heures et finalement le refroidir au four jusqu'à 25 [2]. Pendant la mise en solution au-dessus de T_{β} ultérieure à ce traitement, la phase α est complètement dissoute cédant la place à une microstructure entièrement β , dont la taille évolue au fur et mesure que la température de mise en solution soit élevée d'après Gil et al[13].

I.6.2 Effet d'un refroidissement à partir de $T > T_{\beta}$

L'alliage Ti-6Al-4V, et à l'instar de l'ensemble des alliages de titane présentant deux phases, est caractérisé par une transformation martensitique qui peut être obtenue par un refroidissement très rapide (trempe à l'eau) au-dessus du point M_s (figure I.5.a). Selon Ahmed et al [14] la vitesse de refroidissement doit être supérieure à 410 °C/s afin que la microstructure finale soit exclusivement martensitique α' . La martensite ainsi créée se présentera sous forme d'aiguilles très fines pouvant parfois être durcissante et maclée en raison de l'augmentation de la densité de dislocation [6]. Il est à noter également que les alliages comportant des éléments β -gènes isomorphes

peuvent former une autre phase métastable (la martensite α'') résultant de la perte de symétrie suite à la torsion du réseau hexagonal qui se transforme en réseau orthorhombique [4]. Toutefois il a été rapporté par Donachi [2] qu'une structure entièrement martensitique ne pouvait être obtenue et qu'on retenait donc peu de phase β_S (résiduelle) à température ambiante et ce quelle que soit la vitesse de refroidissement.

Un refroidissement à l'air (vitesse de refroidissement plus faible) conduit à une microstructure composée de la phase β_S et de la phase α_{II} qui se présentera sous forme de lamelles fines (figure I.5.e) dont la largeur est en fonction de la température [15]

Si par contre la vitesse de refroidissement est encore plus faible (refroidissement au four), les lamelles s'élargissent plus (figure I.5.i). Au vu du manque parfois de l'homogénéité quant à la terminologie utilisée pour définir les microstructures lamellaires pour les alliages de titane, il nous paraît utile de détailler de façon plus explicite plus loin dans ce document les différents aspects morphologiques rapportés dans la littérature.

I.6.3 Evolution microstructurales lors d'une mise en solution à $T < T_{\beta}$

Une homogénéisation de la microstructure peut être obtenue après mise en solution dans le domaine biphasé, on aura ainsi la phase α_I équiaxe et la phase β . Une élévation de la température de mise en solution n'engendre pas de façon notable le grossissement des grains de la phase α_I . Il a été rapporté par Semiatin et al. [16] qu'un maintien à 950°C pendant 64 heures était nécessaires pour augmenter la taille du grain de la phase α_I de 50%.

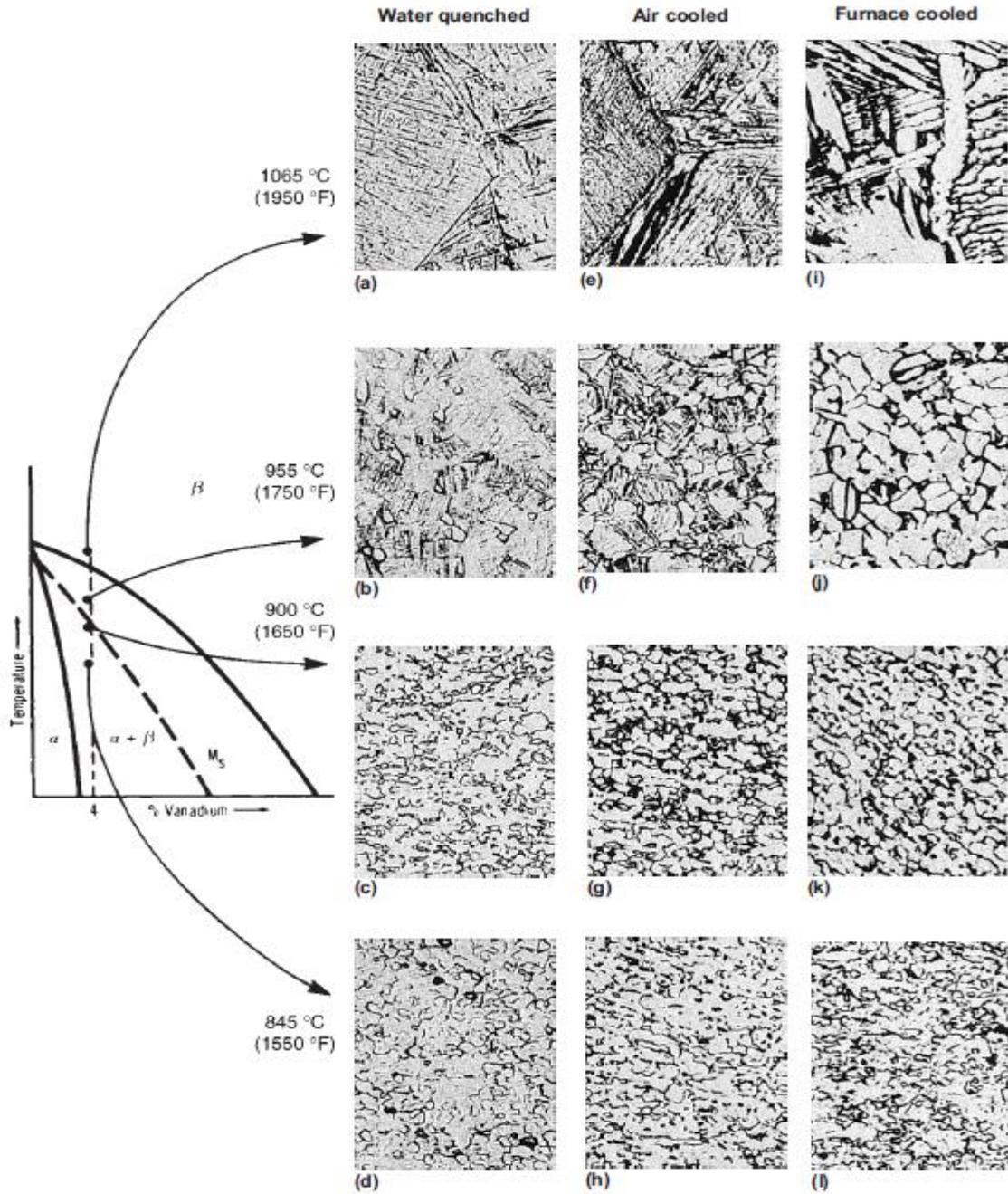


Figure I.5 : Effet d'un traitement thermique sur la microstructure du Ti-6Al-4V : a) $\alpha' + \beta$, b) $\alpha_I + \alpha' + \beta$, c) $\alpha_I + \alpha' + \beta$, d) $\alpha_I + \beta_m$, e) α_{II} aciculaire + β , f) $\alpha_I + \alpha_{II}$ aciculaire + β , g) $\alpha_I + \alpha_{II}$ aciculaire + β , h) $\alpha_I + \beta$, i) α_{II} lamellaire + β , j) α equiaxe + β intergranulaire, k) α equiaxe + β intergranulaire, l) α equiaxe + β intergranulaire [2]

I.6.4 Effet d'un refroidissement à partir de $T < T_\beta$

Le refroidissement à partir du domaine biphasé peut conduire à plusieurs microstructures selon que la température de mise en solution soit supérieure ou inférieure à M_s :

- $T > M_s$
Une trempe à l'eau dans ce domaine entrainera l'apparition d'une microstructure composée, d'aiguilles martensitiques α' , de grains equiaxes α_1 et de la phase β résiduelle.
- $T < M_s$
Pour une telle température de mise en solution, il n'y a pas de transformation martensitique. Une trempe rapide ne fera que figer la microstructure à haute température $\alpha_1 + \beta_M$ (Figure I.5.d).

I.7 Diagramme TRC du Ti-6Al-4V :

Le domaine d'existence des phases présentées précédemment peuvent être représentées sur le diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu).

Le diagramme TRC d'un alliage Ti-6Al-4V est présenté en Figure I.6 [17]. Ce diagramme a été réalisé en utilisant plusieurs vitesses de refroidissement après mise en solution à 1020°C (domaine monophasé β). Deux transformations se distinguent selon la vitesse de refroidissement ; une transformation martensitique lorsque la vitesse de refroidissement est élevée et une transformation diffusive pour les faibles vitesses de refroidissement. Pour des vitesses de refroidissement intermédiaires, la phase β donne, après transformation, un mélange de phases α_{II} , β_s et α' . On remarque aussi que les points M_s et M_f sont élevés (M_s est légèrement supérieur à 800 °C et M_f est quant à lui légèrement supérieur à 700 °C). Notons, de plus, que la température T_s correspondant au début de la transformation de la phase β demeure relativement constante pour les vitesses de refroidissement très faibles [15].

Cette température commence ensuite à diminuer au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement augmente. Notons par ailleurs, d'après ce diagramme TRC, que des vitesses de refroidissement comprises entre 500 et 800 °C/s permettent d'obtenir une microstructure entièrement martensitique [15].

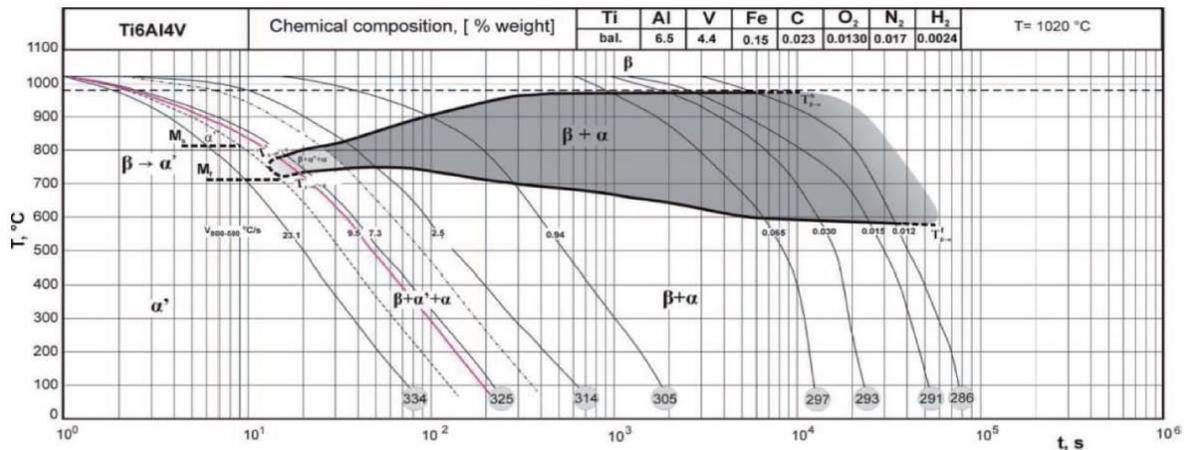


Figure I.6 : Diagramme TRC de l'alliage Ti-6Al-4V [17]

I.8 Aspect morphologique

L'étude bibliographique du sujet, tant pour l'alliage de titane que pour d'autres éléments présentant des similitudes microstructurales (à l'instar du zirconium), montre que la terminologie employée manque parfois d'homogénéité. Il nous paraît donc utile de procéder à une clarification des termes utilisés dans ce mémoire. Nous distinguons en premier lieu la microstructure *martensitique* de la microstructure *bainitique*. La première est souvent qualifiée d'aculaire en raison de l'aspect aiguillé des plaquettes coupées par le plan d'observation. La deuxième est dite de *Widmanstätten* en hommage au minéralurgiste allemand qui la découvrit dans une météorite ferreuse [26]. Selon l'importance des colonies et la complexité de leur enchevêtrement, la microstructure est dite en platelets parallèles (colonies larges, peu d'enchevêtrements), ou en vannerie (colonies fines, enchevêtrements nombreux), la plupart des cas étant intermédiaires.

En fonction des auteurs la qualification de *Widmanstätten* diffère. Okvist et al. [18], Osadchuk et al. [19] et Massih et al [20] considèrent que cette microstructure peut être mixte. Flower et al. [21] et Semiatin et al. [22] L'assimilent quant à eux à une microstructure en vannerie uniquement. Tandis que d'autres auteurs [23,24] ne préfèrent l'attribuer à aucune des deux. Notons toutefois que la microstructure observée par Alois von Wimanstätten était de type vannerie (figure I.7).

Dans la suite du mémoire, l'expression microstructure lamellaire sera synonyme de microstructure de *Widmanstätten*, qu'elle soit de type platelets parallèles, vannerie ou

mixte. Il reste sous-entendu qu'une telle microstructure est le produit d'une transformation displacive-diffusive, c'est-à-dire bainitique [25].

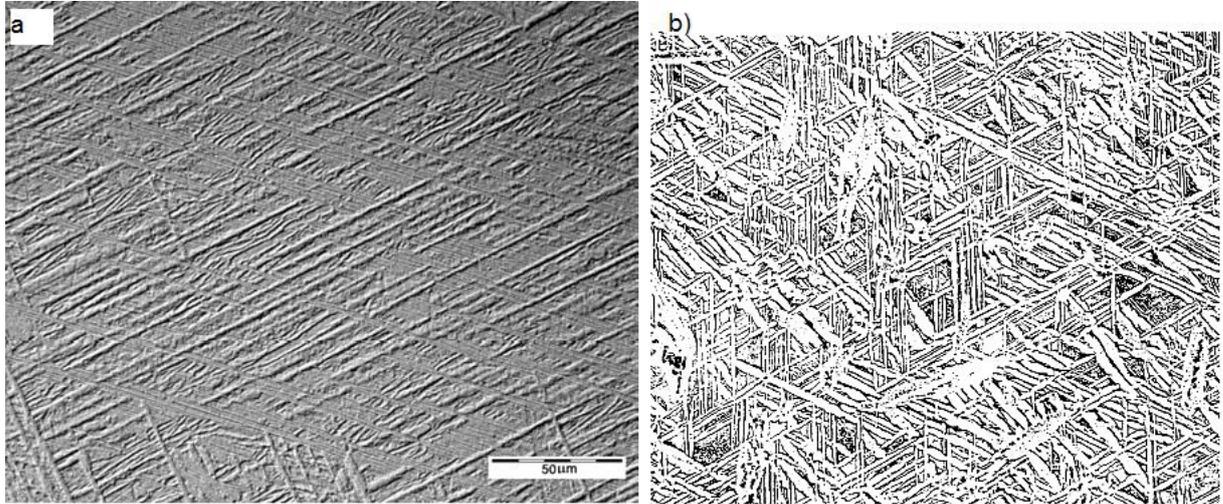


Figure I.7 : a) microstructure d'un alliage Ti-6Al-4V trempé à l'eau [25]
 b) microstructure observée par von Wimanstätten, micrographie avec échelle
 indisponible fournie par Smith [26].

La morphologie des lamelles est étroitement liée à la cristallographie, il a été établi par Suri et al. [23] que l'axe $\langle c \rangle$ est contenu dans le plan des lamelles et que celles-ci croissent selon une direction $[\bar{3}35]_{\beta}$ qui est une ligne invariante des réseaux α et β (figure I.9).

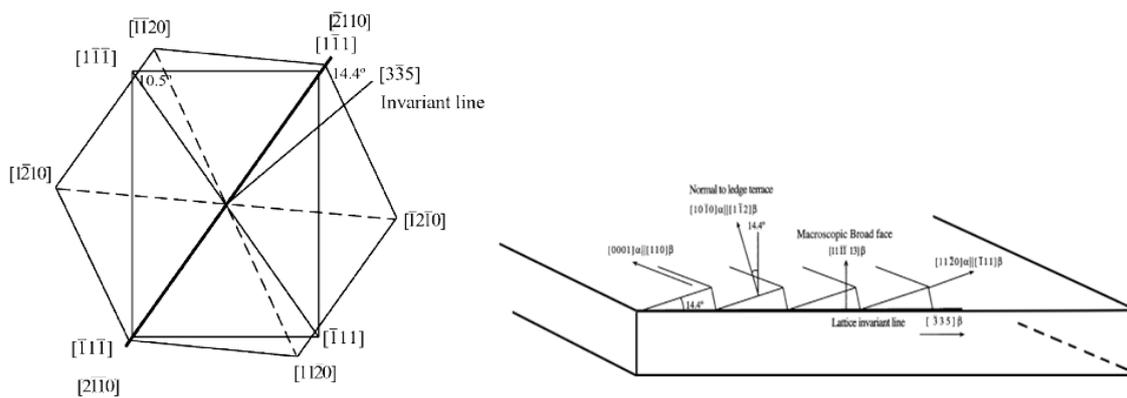


Figure I.8 : Relation entre la cristallographie et la morphologie d'une lamelle α dans un alliage de titane $\alpha + \beta$ [29]

Dans les alliages de titane $\alpha + \beta$, la microstructure lamellaire consiste principalement en la contribution de trois types de phase α . Qui sont respectivement, α_{GB} (un liseré continu le long des joints de grains β/β), α_{WGB} (germination de α Widmanstätten à partir des interfaces α_{GB}/β et qui se développent dans les grains β) et α_{WI} (α Widmanstätten intra-granulaire dont la croissance des colonies se fait à l'intérieur du grain β sous forme de plaquettes). Fan et al. [27] ont relevé que les propriétés mécaniques dans un alliage quasi- β dépendent essentiellement de la taille et de la morphologie et de l'orientation des colonies de α_{WGB} . Par conséquent il est important de comprendre le mécanisme de formation de ces lamelles.

La germination de la phase α débute en général aux joints de grains β , la phase formée est ainsi désignée par le terme α_{GB} (*Grain Boundary*). Van Bohemen et al. [28] ont rapporté que le mécanisme dominant était diffusif. Son orientation résulte d'un compromis entre les orientations des grains β séparés par les joints [29] et sa forme ne présente pas de relations évidentes avec la symétrie cristalline de la phase α ; il s'agit d'une phase dite allotriomorphe. Cette phase est d'autant plus présente que la vitesse de refroidissement est faible, ceci en raison du caractère diffusif de sa formation [30]. Indépendamment, Menon et Aaronson [31] ont proposé une loi parabolique pour décrire la vitesse décroissante du liseré α_{GB} dans le cas des alliages Ti-3.2Co et Ti6.6Cr telle que la largeur du liseré $l_{\alpha_{GB}}$ est fonction de la racine carré du temps et d'une constante b tenant compte du coefficient de diffusion volumique tel que :

$$l_{\alpha_{GB}} = b\sqrt{t} \quad (I.4)$$

Au fur et à mesure que la température diminue, la deuxième morphologie α_{WGB} (Widmanstätten Grain Boundary) apparaît sous forme de lamelles. Bien que de nombreuses études aient été effectuées sur le mécanisme de formation des lamelles α_{WGB} , il n'en est pas pour autant que le mécanisme soit bien assimilé. C'est pour ça qu'il est considéré comme étant encore sujet de controverse entre les différents auteurs. Un modèle de formation a été proposé par Appolaire et al. [32] postulant que l'apparition des lamelles se faisait par *germination sympathique*¹ et que la croissance se faisait vers l'intérieur du grain β (figure I.9.a). Toutefois Salib et al [33] ont trouvé par analyse EBSD (Electron Backscatter diffraction) de l'alliage Ti-17, que les lamelles héritaient

¹ Germination sympathique : apparition d'un précipité à l'interface d'un grain, les deux ayant la même composition qui diffère de la composition de la matrice [36]

des orientations du liseré α_{GB} . Sun et al [34] ont trouvé des résultats similaires et ont expliqué que les orientations étaient conservées en raison de la déstabilisation du front de croissance et ont proposé un modèle modifié (Figure I.9.b) pour expliquer le mécanisme. D'autre part, Fujii [35] et dans ses travaux sur le Ti-6Al-4V et le Ti-6Al-6v-2Sn ayant été mis en solution et refroidis lentement à partir des domaines β et $\alpha+\beta$ explique que la phase β se stabilise par le rejet des éléments β -gènes, et plus précisément du vanadium, au front du liseré de la phase α_{GB} .

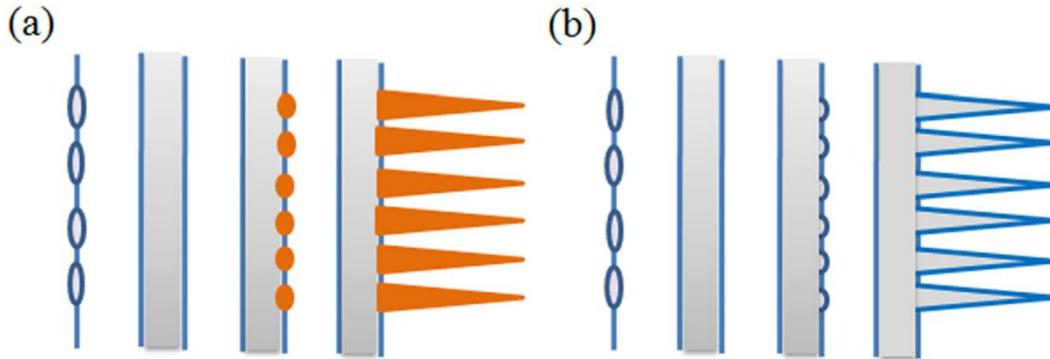


Figure I.9 : Formation de α_{GB} et α_{WGB} : a) germination sympathique [32] b) déstabilisation du front de croissance [34]

Ce qui crée des protubérances à l'interface, ainsi des zones riches et des zones riches en vanadium font l'apparition, et des lamelles commencent à croître dans les zones convexes (pauvre en vanadium). L'équilibre des énergies interfaciales comme montré sur la figure I.10 favorise la séparation entre les deux zones (lamelle latérale formée et α_{GB}).

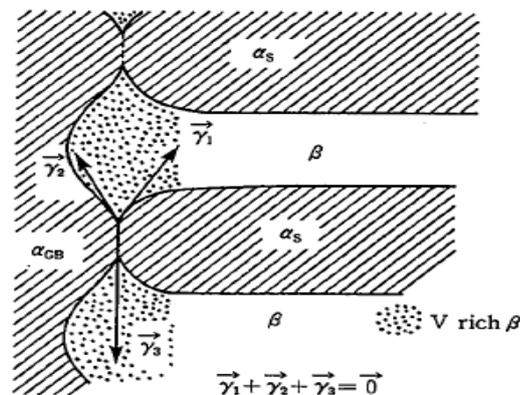


Figure I.10 : Schéma illustratif de la séparation entre les lamelles latérales et α_{GB} [35].

Tang et al [37] ont constaté quant à eux, que dans un alliage quasi- β , α_{WGB} se formait suivant les deux mécanismes, à savoir par germination sympathique et par déstabilisation du front de croissance, et que α_{GB} , dont la germination se fait aux joints de grains β/β respectait les relation de Burger avec l'un des grains β adjacents. Se basant sur plusieurs travaux, ils ont constaté qu'il y'avait une relation entre le mécanisme dominant l'apparition des lamelles α_{WGB} et le coefficient de stabilité de la phase β (K_{β}) donné par [38]:

$$K_{\beta} = C / C_{\text{cr}} \quad (\text{I.5})$$

Avec :

C : pourcentage massique (%m) de l'élément β -gène dans l'alliage.

C_{cr} : limite de solubilité de l'élément β -gène dans l'alliage.

Il a été constaté que pour des valeurs élevées de K_{β} , la germination sympathique était dominante et que plus la valeur baissait, plus la déstabilisation du front de croissance dominait la formation des lamelles α_{WGB} . Le tableau I.4 récapitule de manière brève quelques investigations qui ont été menées sur différentes nuances d'alliages de titane.

Tableau I.4 : Mécanisme de formation des lamelles α_{WGB} dans certains alliages de titane

Alliage	Type d'alliage	K_{β}	Mécanisme de formation	Référence
Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al	β -méta	1.43	Germination sympathique	[39]
Ti-7Mo-3Nb-3Cr-3Al	Quasi β	1.21	Germination sympathique + Déstabilisation du front de croissance	[37]
Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr	$\alpha+\beta$	0.97	Déstabilisation du front de croissance	[33]
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	$\alpha+\beta$	0.60	Déstabilisation du front de croissance	[40]
Ti-6Al-4V	$\alpha+\beta$	0.27	Déstabilisation du front de croissance	[41]
Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V	Quasi α	0.17	Déstabilisation du front de croissance	[34]

Conclusion

Etant un alliage biphasé, nous avons vu que le Ti-6Al-4V est susceptible de former plusieurs microstructures et que les différentes propriétés découlaient de la disposition de ces dernières. La formation des lamelles est toujours un sujet de controverse entre les différents auteurs, bien que beaucoup affirment que la formation est dirigée par la déstabilisation du front de croissance en raison de l'orientation respectée entre les lamelles et le liséré et donc de la satisfaction des relations d'orientation de Burger, que certains ont néanmoins attribué cela à la germination sympathique. Toutefois il n'en est pas impossible que les deux mécanismes coexistent. Aussi, nous avons vu que la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ passait continûment d'un type martensitique à un type bainitique pour des vitesses décroissantes, en effet la transformation est d'abord de type athermal

puis croit par diffusion. Il est donc important de souligner le caractère displacif de la transformation. C'est pourquoi le chapitre suivant sera consacré à la transformation martensitique et à sa caractérisation cristallographique dans les alliages de titane.

Chapitre II

La transformation martensitique

Chapitre II : La transformation martensitique

II.1. Généralités sur la transformation martensitique

II.1.1 Définition

Les transformations de phases à l'état solide peuvent être divisées en deux catégories : les transformations de phases diffusives et celles qui ne le sont pas, souvent appelées displacives.

Les transformations diffusives sont caractérisées par le déplacement d'atomes (ou de lacunes)[42] par des mécanisme de diffusion à plus ou moins longue distances. Leur cinétique est dans un premier temps gouvernée par la vitesse de germination d'une ou plusieurs nouvelles phases. C'est ensuite la vitesse de croissance qui domine. Ces deux étapes sont régies par la diffusion de divers éléments constituant l'alliage et par la nature de l'interface. Il en résulte donc une dépendance du taux transformation en fonction du temps et de la température.

Si la distance de diffusion des atomes est inférieure aux distances interatomiques, la transformation se propage par un flux limité à l'interface mère/fille. Les réarrangements d'atomes localisés à l'interface impliquent une invariance de composition entre les deux phases. Le changement de structure cristallographique s'effectue par la construction progressive d'un nouveau réseau répondant aux mécanismes classique de germination – croissance thermiquement activés. Ce type de transformation concerne principalement les transformations allotropiques des métaux purs, certaines transformations massives et la plupart des transformations ordre-désordre [43].

Les transformations displacives ou paramorphiques sont caractérisées par des déplacements coopératifs d'atomes à des distances inférieurs aux distances interatomiques conduisant à la nouvelle structure cristalline. Ces déplacements conservent des relations d'orientation entre les phases mère et fille, ce qui mène ainsi à une hérédité d'orientation cristalline entre elles. Plusieurs catégories de transformation displacives peuvent être différenciées à partir d'approche cinématique et d'observation macroscopiques permettant d'appréhender les différents mécanismes microscopiques. La première distinction concerne le type de déplacements atomique menant à la

transformation cristalline. En effet, peuvent être recensés, d'une part, les déplacements atomiques par shuffles qui ne produisent pas une déformation pure et, d'autre part, les déplacements atomiques qui produisent une déformation homogène du réseau (figure II.1). En général, les deux types de déplacements coexistent lors d'une transformation non diffusive. Les transformations à déformation homogène de réseau sont souvent qualifiées de transformation martensitique. Elles peuvent présenter une dominante de dilatation ou de cisaillement (lorsqu'un plan invariant, ou plan d'accrolement, résulte de la transformation).

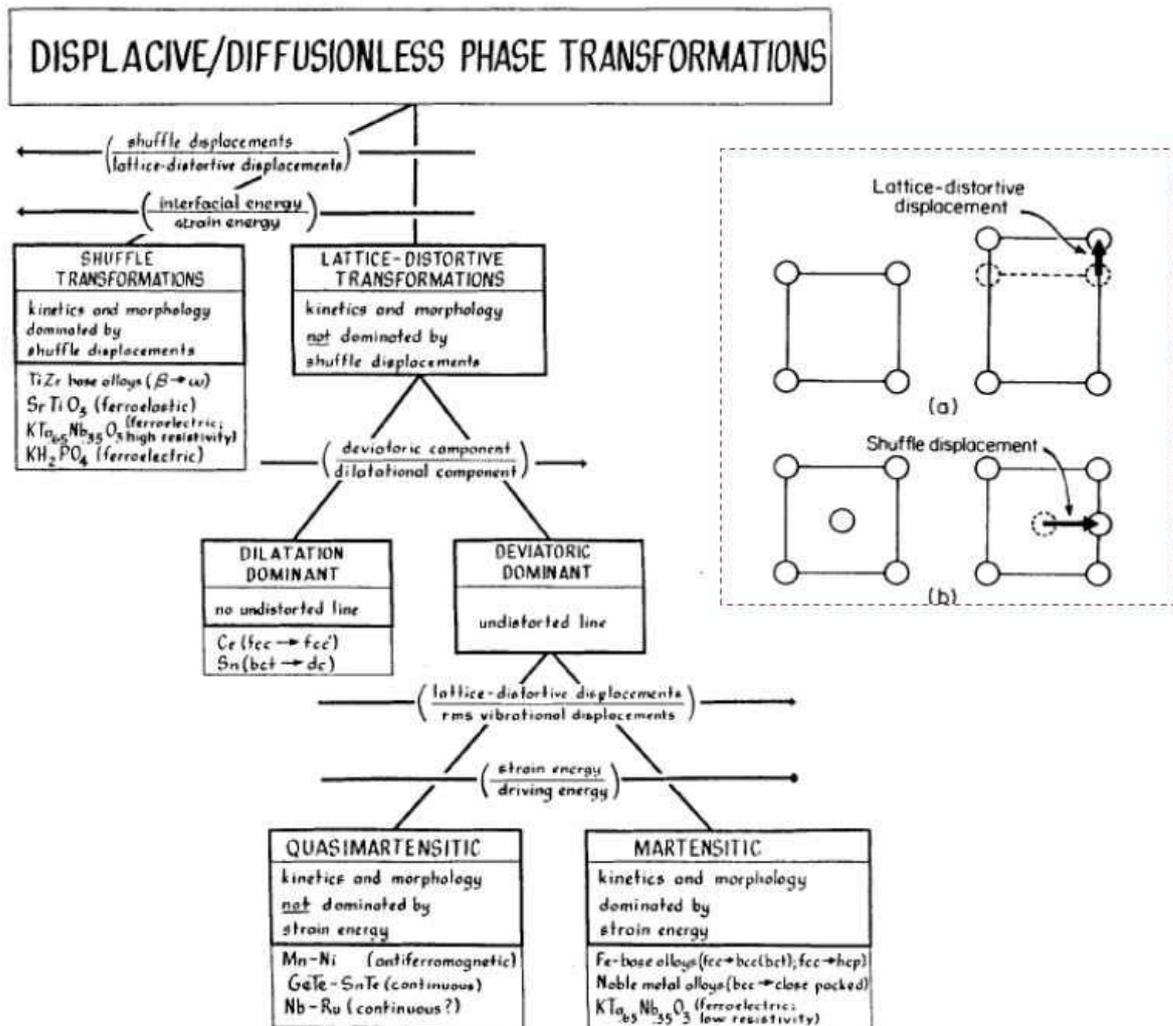


Figure II.1 : Classification des transformations displacives [44]

Bien qu'à l'origine la martensite en tant que phase ait été observée pour la première fois par Adolf Martens dans un acier trempé, il n'en est pas pour autant que l'appellation se restreigne aux alliages ferreux. Il a été proposé donc, afin d'honorer le métallurgiste allemand, d'associer toutes les transformations se produisant par déformation du réseau aux transformations martensitiques. En résumé et en règle générale la transformation est définie comme « une transformation dominée par une composante de cisaillement obtenue par distension du réseau, sans diffusion et se produisant par germination et croissance d'une nouvelle phase totalement ou partiellement cohérente avec la phase mère » [45].

II.1.2 Aspect thermodynamique

La transformation martensitique étant sans diffusion, il n'y a pas de variation de composition chimique de l'alliage lors de sa formation ; le système est donc constitué de deux phases solides de structures cristallographiques différentes. Le système thermodynamique de la transformation martensitique peut être représenté par l'énergie libre de Gibbs des phases mère $G_m(T)$ et martensitique $G_M(T)$ comme présenté Figure II.2 ; La phase stable est celle qui possède la plus basse énergie libre à une température T donnée. Une transformation de phase est donc accompagnée d'une diminution de l'énergie. Ainsi, la différence entre les énergies libres de chaque phase $G_m(T) \rightarrow G_M(T)$ ($G^M(T) - G^m(T)$) constitue la force motrice (dite chimique) de la transformation. Cette quantité est négative lorsque la martensite est la phase thermodynamiquement la plus stable.

On définit la température T_0 comme étant la température pour laquelle $G^{m \rightarrow M}(T_0) = 0$. Elle correspond à « l'équilibre thermodynamique » [43] entre les deux phases de même composition. Pour que la transformation martensitique ait lieu, il est cependant nécessaire que la variation d'enthalpie libre (également appelée énergie de Gibbs) $G^{m \rightarrow M}(T)$ atteigne une valeur négative suffisante pour former et faire croître un embryon. Cette condition est atteinte à la température dite M_s inférieure à T_0 . La transformation martensitique s'achève à une température M_f , inférieure à M_s , généralement associée à la température atteinte lorsque le taux de phase formée est proche de 90% [43]. Lorsque la transformation martensitique est réversible, il est possible de caractériser les températures A_s et A_f correspondant au début et à la fin de la transformation.

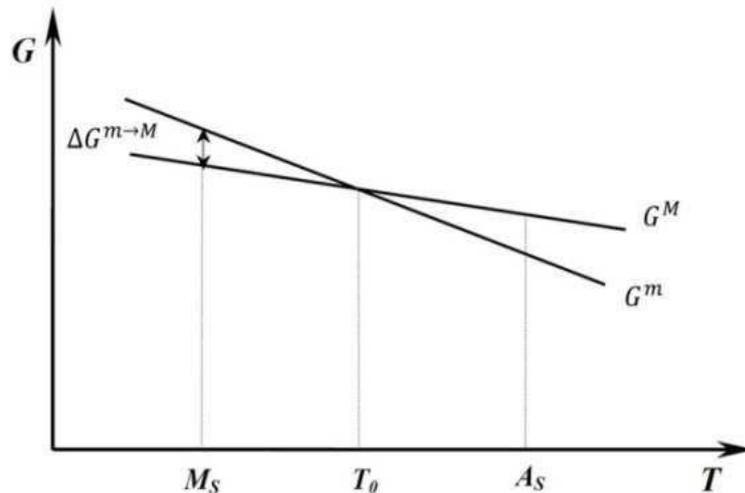


Figure II.2 : Energie libre de la phase mère (m) et de la phase martensitique (M) en fonction de la température

II.2 Cristallographie de la martensite

La géométrie cristallographique associée aux transformations martensitiques dans divers systèmes s'est avérée être gouvernée par la considération de l'existence d'un plan invariant IPS (*invariant plane strain*). La validité du critère de l'IPS dans la prédiction de la géométrie de la transformation est tellement significative que parfois une transformation est identifiée comme martensitique uniquement sur la base de ce critère. Cependant, cette approche a été remise en question car il a également été démontré que certaines transformations par diffusion respectaient ce critère géométrique. Dans cette section, les points essentiels concernant la théorie phénoménologique de la transformation martensitique seront discutés [46].

II.2.1 Aspect cristallographique de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMT)

Plusieurs études analytiques de la transformation martensitique ont été réalisées par Bowles et al. [47] et par Wechsler et al. [48]. Les théories proposées sont toutes basées sur l'existence d'une interface austénite-martensite invariante, appelée plan d'habitat, ne subissant ni distorsion ni rotation durant le changement de phase. Les aspects cristallographiques associés aux mécanismes de transformation martensitique visent, d'une part, à respecter les relations d'orientations entre les phases mère et fille, et d'autre part, à décrire la déformation macroscopique engendrée à la surface de l'échantillon.

La déformation du réseau peut être décrite par trois opérations géométriques :

- La première est une déformation homogène de réseau B ; elle a initialement été proposée par Bain [49] et traduit les déplacements atomiques permettant de passer d'une structure cristallographique à l'autre tout en conservant des relations d'orientations. La déformation est déterminée à partir de la structure cristallographique et des paramètres de maille de chaque phase comme montré dans la Figure II.6 caractérisant le passage de la structure cubique à faces centrées à la structure orthorhombique centrée. Cette déformation de Bain engendre une énergie élastique élevée et des contraintes internes. On peut cependant noter, du fait des symétries cristallographiques, que trois variantes de Bain peuvent ainsi être formées.

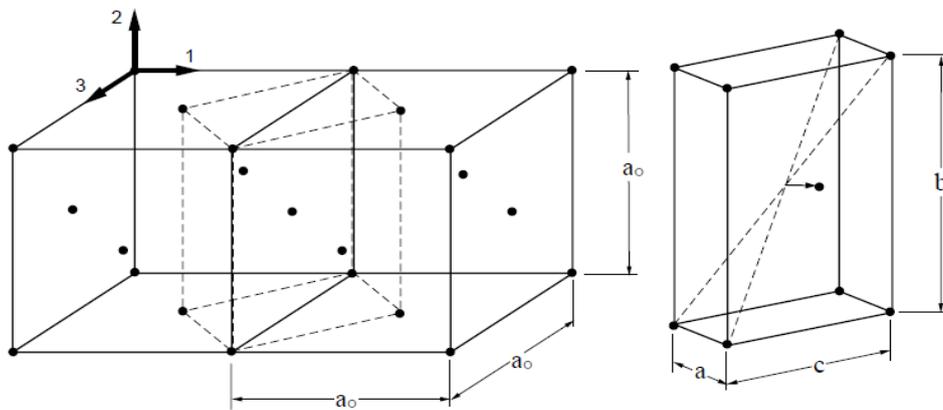


Figure II.3 : Transformation martensitique cubique-orthorhombique [50]

- La deuxième opération est une déformation complémentaire appelée déformation à réseau invariant S ou LIS (*Lattice invariant shear*) ; elle ne modifie aucunement le réseau et assure la compatibilité de l'interface austénite-martensite (Figure II.4). Cette déformation est réalisée par glissement de dislocations (Figure II.4.c). ou par micromaclage (Figure II.4.d).

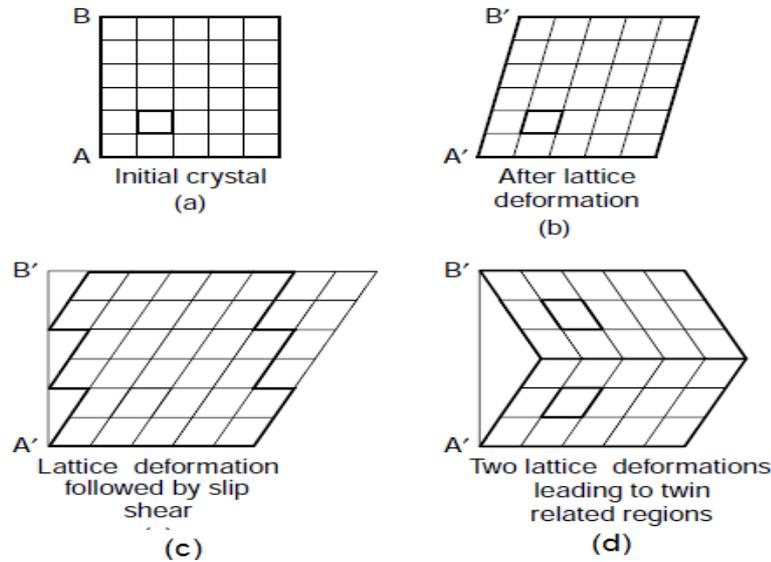


Figure II.4 : Système de glissement et de maclage produits par la déformation complémentaire [50].

- La déformation totale BS ne produit que le plan d'accolement non distordu. Une rotation de réseau R ramenant le plan d'accolement dans sa position initiale est ainsi nécessaire afin de respecter la condition d'invariance.

Finalement, la décomposition matricielle T de la transformation martensitique est donnée par la relation développée par Wechsler, Libermann et Read :

$$T = R B S \quad (\text{II.1})$$

La différence entre les deux théories développées respectivement par Wechsler-Libermann-Read (W-L-R) et par Bowles et Mackenzie (B-M) réside dans la formulation de la déformation complémentaire (LIS), Bowles et Mackenzie y ont rajouté une dilatation δ pour expliquer la relaxation des contraintes, et ont rapporté que la déformation totale T , lorsque combinée avec une déformation complémentaire, engendrait une déformation opposée se produisant par un simple cisaillement ramenant le réseau à son état initial.

A l'exception de la transformation martensitique étudiée pour des alliages thermoélastiques [51], ou pour les alliages analysés par Grange et al. [52] ou Bain et al. [49] cette simple description s'avère souvent insuffisante. En effet, certaines divergences entre les résultats expérimentaux et calculés ont été notées, notamment, dans l'estimation du plan d'habitat, les relations d'orientation et l'amplitude de

cisaillement. Afin d'appréhender la complexité de la structure interne de la martensite, différents auteurs tels que, Acton et al. [53] ainsi que Ross et al. [54] s'accordent sur la possibilité d'avoir coexistence de plusieurs types de cisaillement (déformation à réseau invariant).

Roytburd [55] et Khachaturyan [56], ont constaté que les domaines maclés correspondaient à des variantes de Bain qui s'organisent de telle manière à minimiser les énergies élastique et d'interface. Dans cette optique, et en tenant compte de la minimisation de l'énergie libre entre les variantes qui forment les macles, Ball et James [57] ont abouti à un modèle mathématique significatif qui lie étroitement la fine morphologie largement connue de la phase martensitique et la géométrie des macles. Cette théorie sera discutée ultérieurement dans ce chapitre. Il est nécessaire de rappeler toutefois que ces approches sont purement géométriques et ne décrivent aucunement les mouvements atomiques.

Ces variantes étant en relation de macle au sein d'une plaquette de martensite font en sorte de minimiser l'énergie d'interface entre les différentes variantes. Du fait des relations d'orientation et des symétries de la phase mère, un certain nombre de cristallites de martensite d'orientation équivalentes également appelées variantes peuvent être créés. Chacune de ces variantes présente une probabilité équivalente de se former (à l'exception des transformations sous sollicitation mécanique où une orientation préférentielle peut être induite) [43].

II.2.2 Transformation martensitique $CC \rightarrow HC$ dans les alliages de titane

Le titane pur et une grande partie de ses alliages peuvent faire l'objet d'une transformation martensitique suite à une trempe ou à l'application d'une contrainte déterminée. La martensite ainsi formée est qualifiée de phase fille provenant de la phase β dite phase mère. De la même manière que pour la transformation allotropique déjà vue dans le Chapitre I, les réseaux des deux phases peuvent être mis en relation de différentes manières, toutefois le choix le plus correct est fait de telle façon à ce que la correspondance entre les deux réseaux implique une distorsion et une rotation minimales des vecteurs du réseau. Bruger [4] a de ce fait proposé une correspondance telle qu'illustrée sur la figure II. Où l'on voit que le plan basal est dérivé d'un plan de la famille $\{011\}_\beta$ et que les directions $[01\bar{1}]_\beta$ et $[100]_\beta$ se transforment respectivement

en $[01\bar{1}0]_\alpha$ et $[2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$. Quant aux directions compactes $[\bar{1}\bar{1}1]$ et $[\bar{1}1\bar{1}]$ situées sur le $\{110\}_\beta$, elles se transforment en deux directions compactes $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

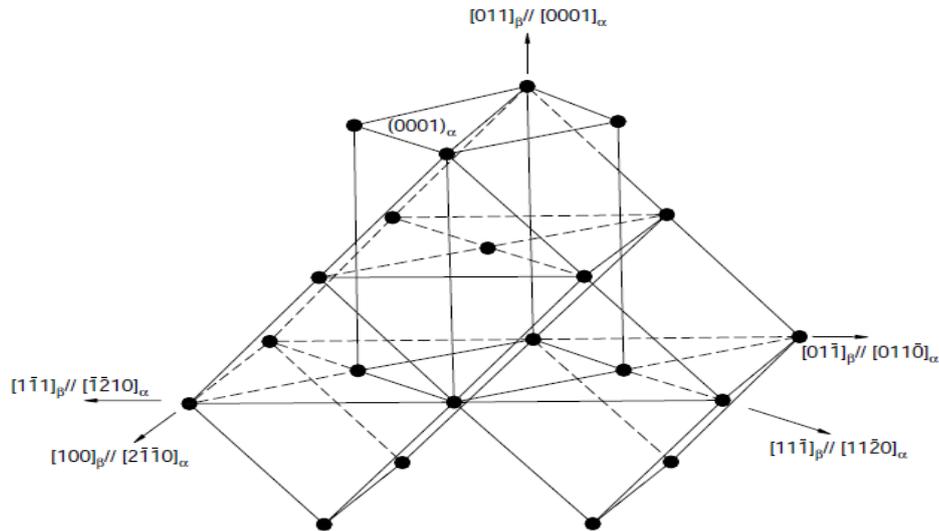


Figure II.5 : correspondance proposée par Burger [4]

Dans une déformation homogène, il est toujours possible de choisir trois vecteurs perpendiculaires (X_1, X_2, X_3), et qui, même après la déformation restent perpendiculaires, ils seront désignés d'*axes principaux de déformation*. Dans le cas d'une transformation $CC \rightarrow HC$ il est plus commode de définir une base orthohexagonale pour faciliter la correspondance entre les deux réseaux. Ainsi, cristallographiquement parlant, six réseaux peuvent se correspondre comme résumé dans le tableau II.

La distorsion (de Bain) du réseau B associée à cette transformation est donnée par :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \quad (\text{II.2})$$

$$\text{Avec } \eta_1 = \sqrt{\frac{3}{2}}(a_\alpha/a_\beta), \eta_2 = a_\alpha/a_\beta, \eta_3 = \frac{1}{2}(c_\alpha/a_\beta)$$

Et η_i : déformations principales

Srivastha et al [58] ont rapporté que dans un alliage Zr-Nb, qui présente des changements cristallographiques similaires aux alliages de titane, le critère du plan invariant est satisfait à 2% près, sans pour autant avoir à appliquer une déformation complémentaire (LIS). Ils se sont servis de l'approche proposée par Kelly et Groves

[59] qui stipulent que la déformation η_3 selon l'axe X_3 , qui est d'environ 2%, peut être négligée par rapport aux deux autres déformations, à savoir η_1 et η_2 . Rappelons qu'une ligne invariante entre les deux réseaux a déjà été maintenue après que le réseau ait subi une rotation R . Ainsi, l'axe X_3 formera une deuxième ligne invariante.

Tableau II.1 : correspondance entre le réseau ortho-hexagonal et le réseau cubique (${}_{\text{o}}R^{\text{C}}$ matrice de passage)

Variante	$[100]_{\text{o}}$	$[010]_{\text{o}}$	$[001]_{\text{o}}$
1	$[100]_{\text{c}}$	$[01\bar{1}]_{\text{c}}$	$[011]_{\text{c}}$
2	$[01\bar{1}]_{\text{c}}$	$[\bar{1}10]_{\text{c}}$	$[110]_{\text{c}}$
3	$[01\bar{1}]_{\text{c}}$	$[110]_{\text{c}}$	$[1\bar{1}0]_{\text{c}}$
4	$[010]_{\text{c}}$	$[\bar{1}01]_{\text{c}}$	$[10\bar{1}]_{\text{c}}$
5	$[010]_{\text{c}}$	$[101]_{\text{c}}$	$[011]_{\text{c}}$
6	$[100]_{\text{c}}$	$[011]_{\text{c}}$	$[0\bar{1}1]_{\text{c}}$

Notons que la matrice de Bain(II.2) exprimée dans la base ortho-hexagonale, peut être rapportée dans la base cubique en se basant sur la similarité donnée par Wayman [60]. On obtiendra donc pour la variante 1 :

$$B_{\text{C},1} = {}_{\text{o}}R^{\text{C}} B_{\text{o},1} ({}_{\text{o}}R^{\text{C}})^{-1} \quad \text{II.3}$$

$$B_{\text{C},1} = \begin{pmatrix} 2\eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_3 + \eta_2 & \eta_3 - \eta_2 \\ 0 & \eta_3 - \eta_2 & \eta_3 + \eta_2 \end{pmatrix} \quad \text{II.4}$$

Après avoir calculé les différentes matrices de Bain, nous trouvons les six correspondances dans le référentiel cubique.

Tableau II.2 : Correspondance des matrices de Bain dans le réseau cubique

Variante	Matrice de Bain	Variante	Matrice de Bain
1	$\begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta & \gamma \\ 0 & \gamma & \beta \end{pmatrix}$	4	$\begin{pmatrix} \beta & 0 & \gamma \\ 0 & \alpha & 0 \\ \gamma & 0 & \beta \end{pmatrix}$
2	$\begin{pmatrix} \beta & \gamma & 0 \\ \gamma & \beta & 0 \\ 0 & 0 & \alpha \end{pmatrix}$	5	$\begin{pmatrix} \beta & 0 & \bar{\gamma} \\ 0 & \alpha & 0 \\ \bar{\gamma} & 0 & \beta \end{pmatrix}$
3	$\begin{pmatrix} \beta & \bar{\gamma} & 0 \\ \bar{\gamma} & \beta & 0 \\ 0 & 0 & \alpha \end{pmatrix}$	6	$\begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta & \bar{\gamma} \\ 0 & \bar{\gamma} & \beta \end{pmatrix}$

II.3 Origine de la microstructure

II.3.1 Maclage

L'étude bibliographique de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMT) dans les alliages de titane et du zirconium montre que la déformation selon l'un des axes principaux est proche du zéro, tandis que les deux autres sont de signes opposés. Par conséquent, la condition de l'IPS est approximativement satisfaite. Toutefois, les observations expérimentales [61], [62] ont révélé la présence de dislocations et de sous-structures maclées, ce qui suggère l'existence d'une déformation complémentaire LIS. De ce fait, plusieurs auteurs ont rapporté que les alliages de titane et zirconium tendaient à se déformer par maclage (Figure II.6) plutôt que par glissement (création de dislocations) [63], [64], et ce, en raison du nombre réduit des systèmes de glissement présents dans le réseau hexagonal. Il est cependant nécessaire de définir brièvement le maclage d'un point de vue cristallographique. D'après Fridel [65] une macle est un groupement de cristaux (ou

d'atomes) présentant des relations géométriques remarquable. Par définition le plan de maclage est le plan contenant la macle, tandis que la direction de maclage est celle dans laquelle le cisaillement se fait. La condition exigée par Bowles et Mackenzie [48] est que, dans le cas du maclage, le plan de macle (K_1) de la variante de type I doit être un plan miroir dérivé de la phase mère et que la direction de maclage (η_2) du type II doit être dérivée d'un $diad^2$ de la phase mère,

Erickson [66] et Williams et al [67] ont rapporté que les macles dans les alliages de type Ti-Al-Mo-V étaient contenues dans le plan $(10\bar{1}1)$.

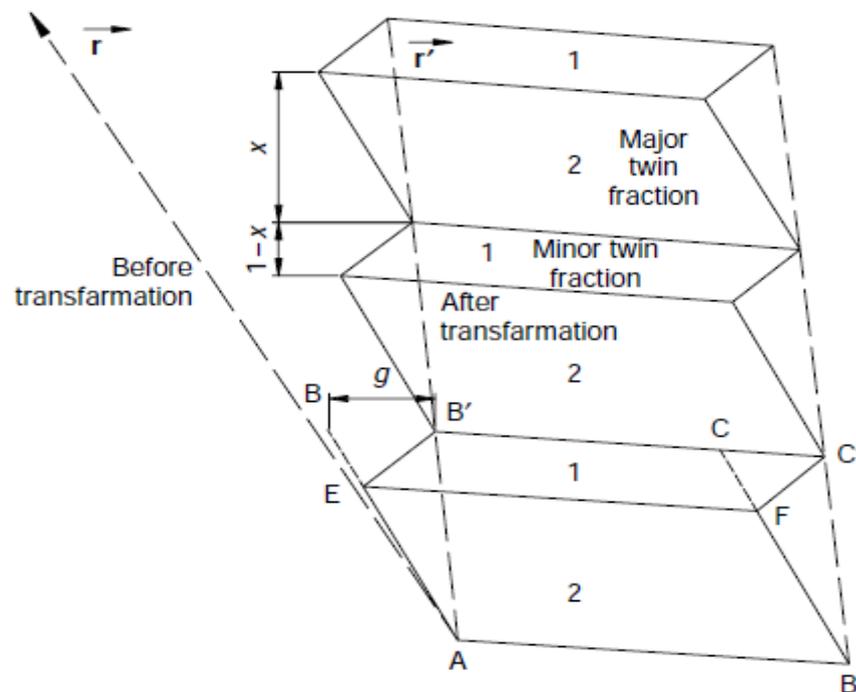


Figure II.6 : Combinaisons des variantes au sein d'une macle [46]

Dans son ouvrage, Banerjee [46] met en évidence les relations entre les différentes variantes pouvant former des macles dans un alliage de titane. Ces combinaisons lient les variantes de type II (major) et celles de type I (minor).

II.3.2 Equation de maclage régissant l'interface entre deux variantes de la martensite :

Soient deux variantes de martensites M_i et M_j comme illustré dans la figure II.7, avec Q_1 et Q_2 deux rotations. Le modèle proposé par Ball et James s'axe sur la minimisation de l'énergie libre. Il a été montré que les puits de potentiel associés aux

²Diad : axe de rotation ayant un ordre de multiplicité égal à 2.

déformations lors d'une transformation martensitique correspondaient à des variantes de Bain.

Ainsi pour qu'il y'ait existence d'un plan entre deux variantes, nous devons trouver deux vecteurs, \hat{n} et b , satisfaisant l'équation de compatibilité cinématique donnée par Hadamard [68] :

$$Q_1 \cdot U_i - Q_2 \cdot U_j = b \otimes n \quad \text{II.5}$$

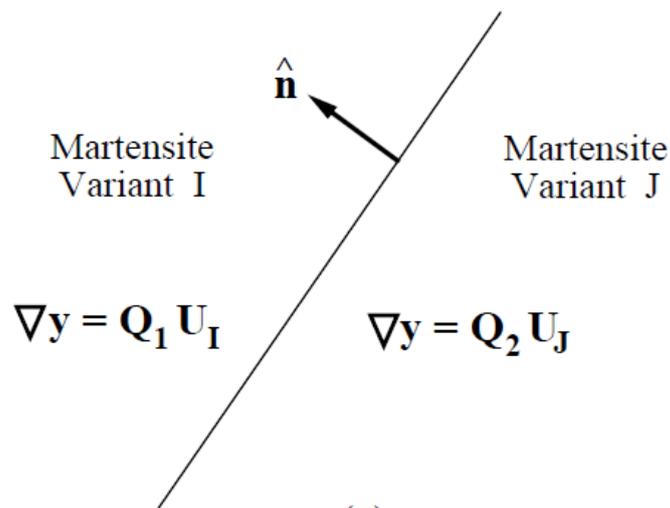


Figure II.7 : Relation de macle entre deux variantes de martensite [51]

En multipliant l'équation précédente par Q_2^T et en posant $Q = Q_2^T Q_1$ et $a = Q_2^T b$ on obtient :

$$Q \cdot U_i - U_j = a \otimes n \quad \text{II.6}$$

Nous appelons cette équation, « équation de jumelage » entre deux variantes martensites i et j ou la « *twinning equation* ». Si nous cherchons la solution de cette équation, la procédure a été effectuée et proposée par Ball et James [57] [69].

II.3.3 Interface austénite-martensite

Il n'est pas usuel de trouver une interface austénite/simple variante de martensite isolée dans le matériau. Bhattacharya [51] cite dans son ouvrage que la grande majorité des matériaux ne présentent pas une telle interface. Toutefois Baywater et Christian [70],

et après avoir manipulé minutieusement la composition chimique de leur alliage, ont pu observer une simple interface austénite/simple variante dans un alliage Ti-26Ta.

En général, nous avons donc d'un côté l'austénite, et de l'autre côté un couple M_i/M_j de variantes de martensite.

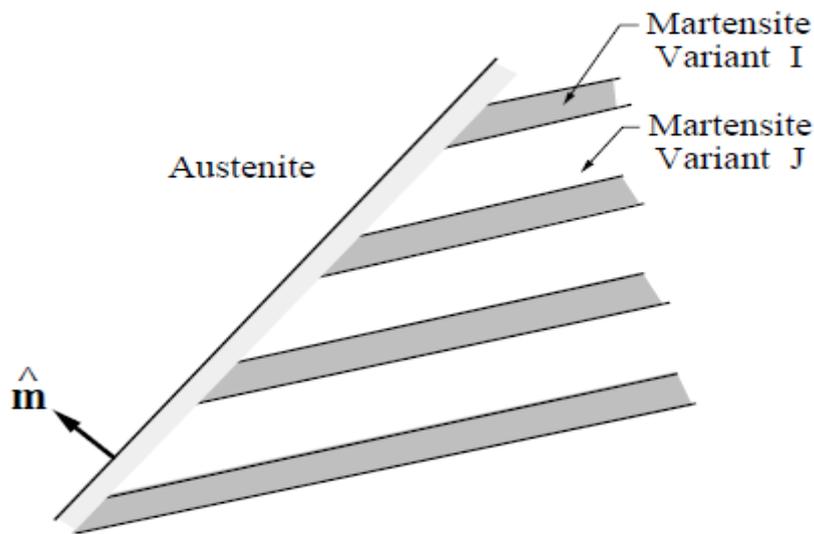


Figure II.8 : Interface typique entre l'austénite et un couple de martensite [51]

Cette microstructure schématisée sur la figure II.8 Nous amène à vérifier deux équations bien distinctes :

- L'équation de compatibilité entre les deux variantes I et J :

$$Q \cdot U_i - U_j = a \otimes n \quad \text{II.7}$$

- L'équation de compatibilité entre l'austénite et le couple de martensite de proportion $(1-\lambda)$ et λ respectivement :

$$Q'(\lambda Q U_j - (1-\lambda)U_i) = 1 + b \otimes m \quad \text{II.8}$$

Si nous faisons l'hypothèse que l'équation II.7 a une solution. Une fois encore, Ball et James [57], [69] nous proposent une procédure pour obtenir la solution de l'équation à l'interface austénite/martensite. Ainsi le plan d'habitat est le plan dont \hat{m} est la normale.

Notons que ce modèle mathématique présente des résultats très proches de ceux observés pratiquement. A titre d'exemple, les applications numériques rapportées par L'excellent dans son ouvrage [71] sont de l'ordre de 1° d'écart avec les prédictions de Basinski et Christian [72] pour l'alliage d'indium.

Dans la suite de notre travail, et afin de caractériser cristallographiquement notre alliage, nous appliquerons les théories vues jusqu'à présent. Rappelons toutefois que les observations expérimentales faites par Hammond et Kelly [73] ont révélé que la famille de plan $\{3\bar{3}4\}$ représente la famille de plan d'habitat dans les alliages de titane.

II.4 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre la théorie phénoménologique de la transformation martensitique, qui, par simple introduction des paramètres de maille, de la nature du réseau de la phase mère et la phase fille, arrive à prédire avec grande précision les différentes caractéristiques cristallographiques telles que le plan d'habitat, le plan de cisaillement et le taux de cisaillement.

Partie II

Partie Expérimentale

Chapitre III

Techniques expérimentales

Chapitre III : Techniques expérimentales

III.1 Introduction

Nous présentons dans ce chapitre les différents appareils et méthodes mises en œuvre pour la caractérisation et les traitements thermiques des microstructures de l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Nous commençons par décrire brièvement le savoir-faire métallographique associé à notre alliage, les techniques de diffraction, de microscopie optique et électronique utilisées et enfin les logiciels d'acquisition et traitement d'images.

III.2 Découpage des échantillons

Les tôles reçus d'épaisseur 1mm, ont été découpées sous forme rectangulaire grâce à la tronçonneuse au niveau du CRTI. Ces échantillons ont été traités dans un four équipé d'une pompe fournissant un vide primaire (10^{-2} mbar) au niveau de l'ENP, puis ont été caractérisés au niveau du CRTI.

III.3 Traitements thermiques

Au-dessus de 400 °C, le titane et ses alliages ont une grande affinité pour l'oxygène [74]. De ce fait, tous les traitements thermiques ont été réalisés sous vide. Faute de disposer d'Argon ou d'Hélium, nous n'avons pu utiliser l'azote pour contrôler l'atmosphère (casser le vide) lors de notre traitement de trempe. En effet, selon une étude menée récemment par Güleriyüz et al. [75], il a été révélé qu'au-dessus de 600 °C l'azote faussait la microstructure en diffusant en surface pour former des nitrures. Nous nous sommes servis donc d'échantillons ayant été traités antérieurement par Kherrouba [15] pour la caractérisation de la microstructure trempée.

Les cycles thermiques appliqués sont illustrés dans la figure III.1. Le premier traitement de mise en solution a été effectué dans un four sous vide se trouvant au laboratoire de l'ENP. Il comprend un chauffage à 10°C/min jusqu'à 1100°C, une isotherme de 30 min, suivi d'un refroidissement au four à 10°C/min. Nous avons toutefois remarqué que lors du refroidissement la vitesse n'était respectée qu'au-dessus de 700°C, une fois cette température atteinte, la vitesse avait tendance à basculer vers 2°C/min. Rappelons que cette vitesse est celle associée aux conditions d'équilibre rapportés dans la littérature [46]. Quant au deuxième traitement, il consiste en un chauffage à 20°C/min, une isotherme de 30 min, et enfin une trempe à l'eau glacée.

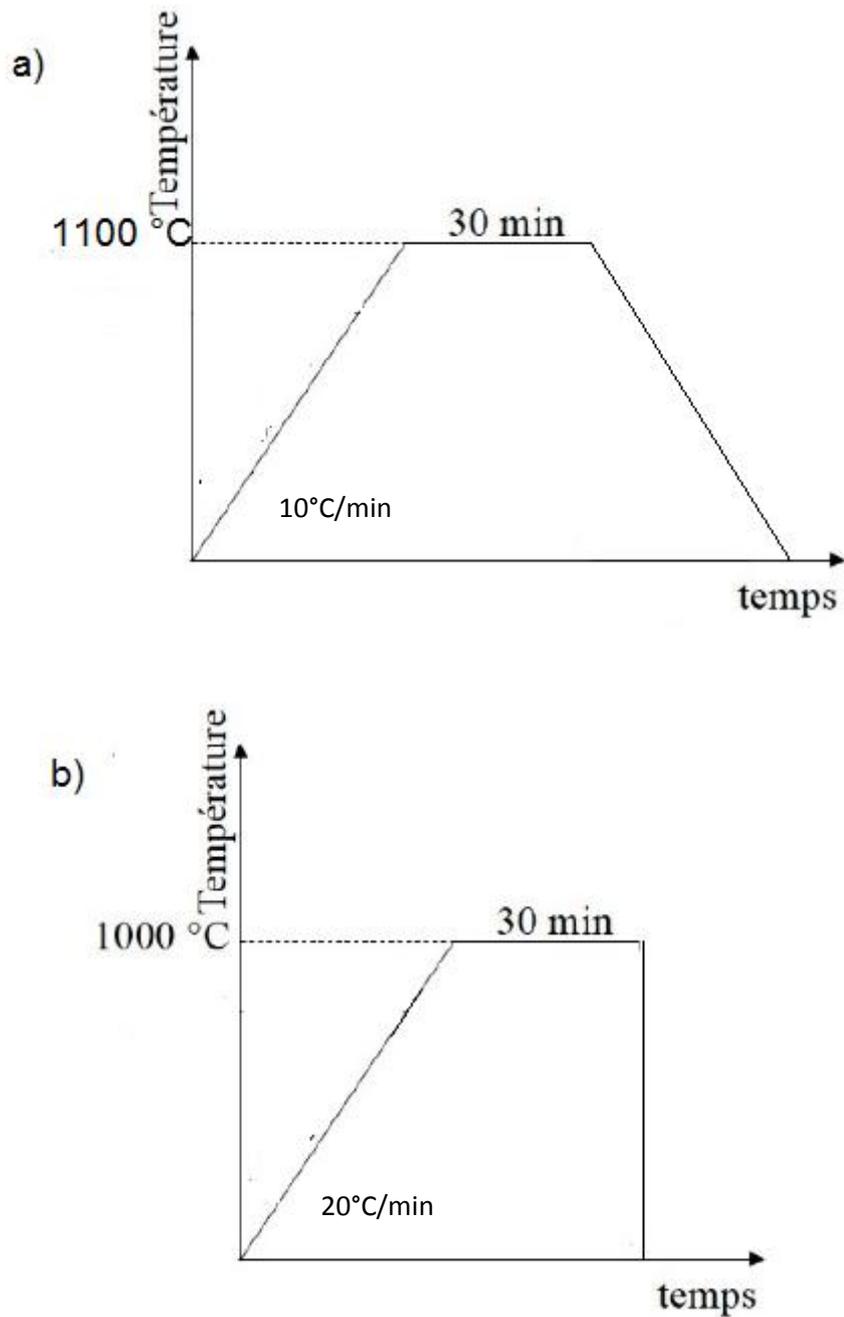


Figure III.1 : Schémas illustratifs des traitements thermiques pour : a) mise en solution suivi d'un refroidissement au four, b) chauffage à 1000°C suivi d'une trempe

III.4 Analyse métallographique

III.4.1 Préparation des échantillons

Rappelons que les échantillons destinés à la caractérisation microstructurale ont été découpés avant qu'ils n'aient été traités.

Après le prélèvement, les échantillons ont été enrobés afin d'obtenir une surface plane et une manipulation plus facile des échantillons.



Figure III.2 : Image illustrant une Enrobeuse

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Ti_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (800, 1000, 1200, 2400 et 4000), la seconde (polissage fin) est effectuée sur feutre en utilisant une suspension d'alumine de granulométrie $0.03\mu m$. Pour les deux étapes, l'utilisation de lubrifiant (eau) est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau.



Figure III.3 : Image illustrant une polisseuse

L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Après polissage, nous avons fait passer les échantillons dans un bain à ultrasons afin de finaliser leur nettoyage.

III.4.2 Attaque chimique

Une fois la préparation des échantillons achevée, nous avons procédé à leur attaque pour la mise en évidence de la morphologie des grains ainsi que des différentes microstructures obtenues. En effet, l'attaque chimique provoque une dissolution différentielle des phases suivant leur nature et leur composition. Le réactif que nous avons utilisé dans notre étude est composé de 10 mL HF, 5 mL HNO₃ et 85 mL d'eau distillée. Les observations métallographiques ont été effectuées à l'aide d'un Microscope Optique Nikon Eclipse LV100ND du CRTI

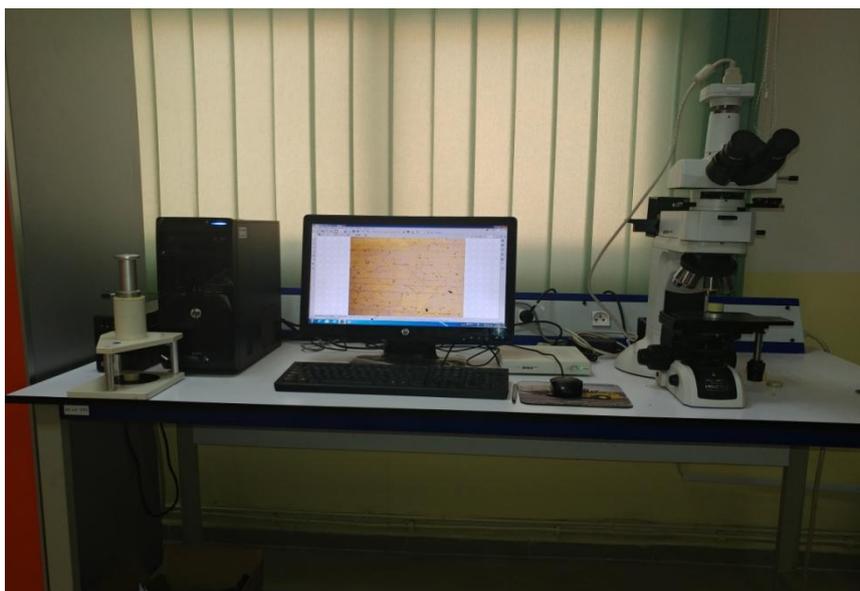


Figure III.4 : Image illustrant un microscope optique

III.4.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Dans le but d'approfondir notre investigation, et de confirmer les résultats déjà obtenus par microscopie optique, nous avons utilisé la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) disponible au niveau du CRTI. Le microscope est de type ZEISS Gemini SEM 300 qui utilise des électrons secondaires et une tension de 15 KV. Ce microscope est couplé à un système d'analyse élémentaire EDS.



Figure III.5 : Image illustrant un microscope électronique à Balayage

III.5 Analyse EDS

L'analyse EDS permet de connaître la composition élémentaire qualitative et semi quantitative d'un échantillon, par discrimination des énergies et comptage des photons X émis par la région de l'échantillon bombardée par le faisceau d'électrons. Toutefois, cette technique ne permet pas de détecter les éléments de petits numéros atomiques. Cette investigation a été simultanément menée avec l'observation par microscopie électronique à balayage au sein du CRTI. Le but, étant d'identifier, en profil, les éléments prépondérants, se trouvant dans notre alliage.

III.6 Essai de microdureté

Ayant pour idée reçue, que la phase martensitique est durcissante, nous avons procédé à une caractérisation mécanique des échantillons traités et nous les avons comparés à ceux déjà rapportés dans la littérature. De ce pas, nous avons utilisé le microduromètre automatique de type BUEHLERWILSON VH3300 avec balayage matricielle et appliquant une charge de HV 0.3. L'appareil est présent au niveau du CRTI.



Figure III.6 : Image illustrant un microduromètre automatisé

III.7 Diffraction des rayons X

Comme déjà mentionné dans le Chapitre II, et dans le but de pouvoir caractériser cristallographiquement notre échantillon trempé, un dépouillement du diffractogramme ayant été obtenu a été nécessaire afin de recueillir les paramètres de maille. Ainsi, la diffraction a été réalisée en utilisant un diffractomètre de type Philips X-pro, qui opère à 40 kV, 40 mA avec une anode de cuivre ($\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$). Les pics de diffraction des phases α/α' et β ont été analysés dans un intervalle 2θ de $[20 \text{ à } 90^\circ]$. La diffraction a été faite au niveau de l'université Abderahman Mira de Bejaia

III.8 Logiciel Maud

Afin d'analyser à bien notre diffractogramme, nous avons utilisé le logiciel MAUD (Material Analysis Using Diffraction) qui opère par la méthode d'affinement Rietveld. Nous avons donc pu indexer les pics du diffractogramme réalisé, et récolter les paramètres de maille de la phase α' , α et β . Rappelons que ce logiciel permet aussi l'analyse quantitative, l'analyse de texture et d'anisotropie et la détermination des contraintes résiduelles. Dans notre étude, on se limite à l'analyse qualitative.

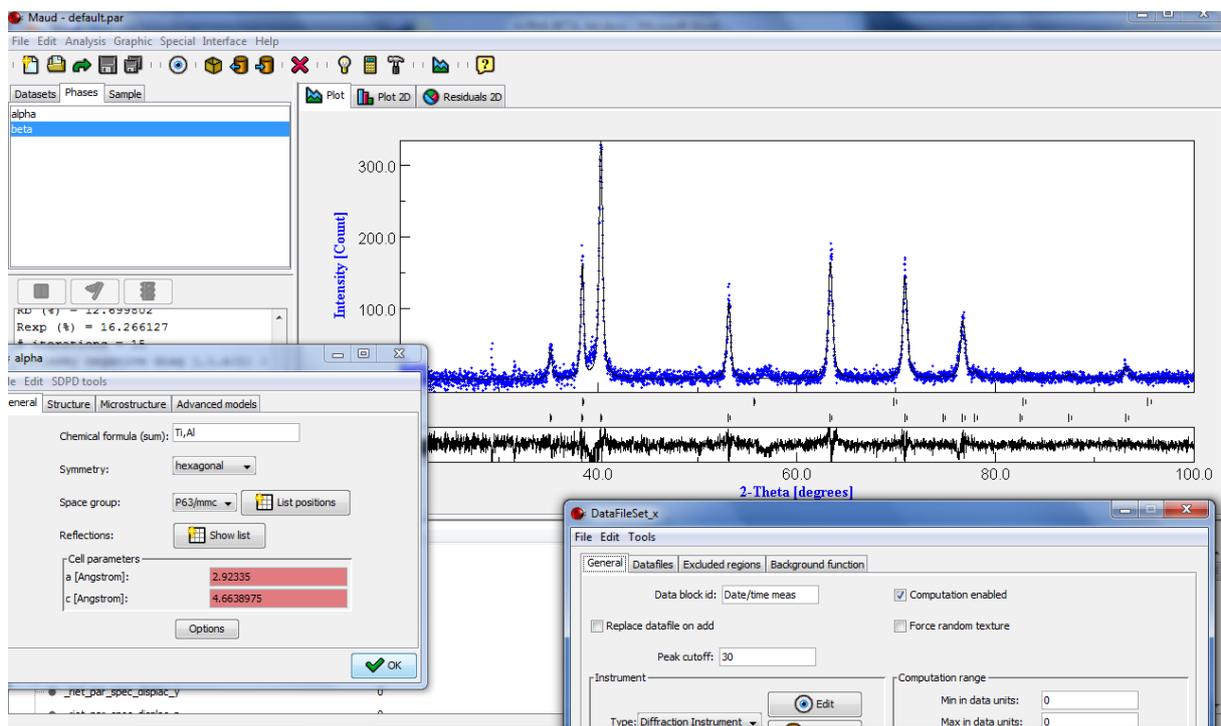


Figure III.7 : Aperçu de l'interface du logiciel MAUD

Chapitre IV

Résultats et Discussion

Chapitre IV : Résultats et interprétations

IV.1 Caractéristiques de l'alliage utilisé

Le matériau utilisé dans ce travail est l'alliage de titane Ti-6Al-4V dont la composition chimique est donnée dans le tableau VI.1.

Tableau VI.1 : Composition chimique de notre alliage

Elément	Ti	Al	V	Fe	O	C	N
% en poids	Balance	6.24	3.83	0.20	0.18	0.01	0.01

Nous remarquons que les teneurs en éléments d'addition sont comprises dans les valeurs nominales de l'ASTM [2].

IV.2 Analyse métallographique et microstructurale

IV.2.1 L'alliage à l'état reçu

Dans un premier temps, nous avons analysé la microstructure à l'état de réception, la figure IV.2 montre une microstructure équiaxe composée d'une matrice de phase α de couleur claire dans laquelle baignent des grains dispersés de la phase β intergranulaires de couleur plus foncée. Toutefois le diagramme pseudo-binaire présenté dans la figure IV.1 peut nous renseigner sur la fraction des deux phases présentes en utilisant la règle du levier.

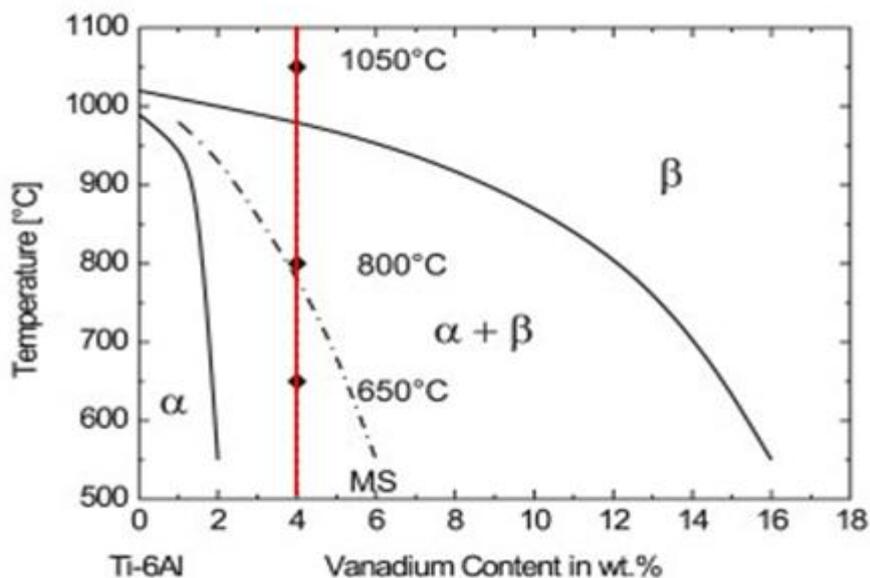


Figure IV.1 : Diagramme pseudo binaire du Ti-6Al-4V [1]

Ainsi :

$$\% \beta = \frac{4-2}{16-2} \times 100 = 14.28\%$$

$$\% \alpha = \frac{16-4}{16-2} \times 100 = 85.72\%$$

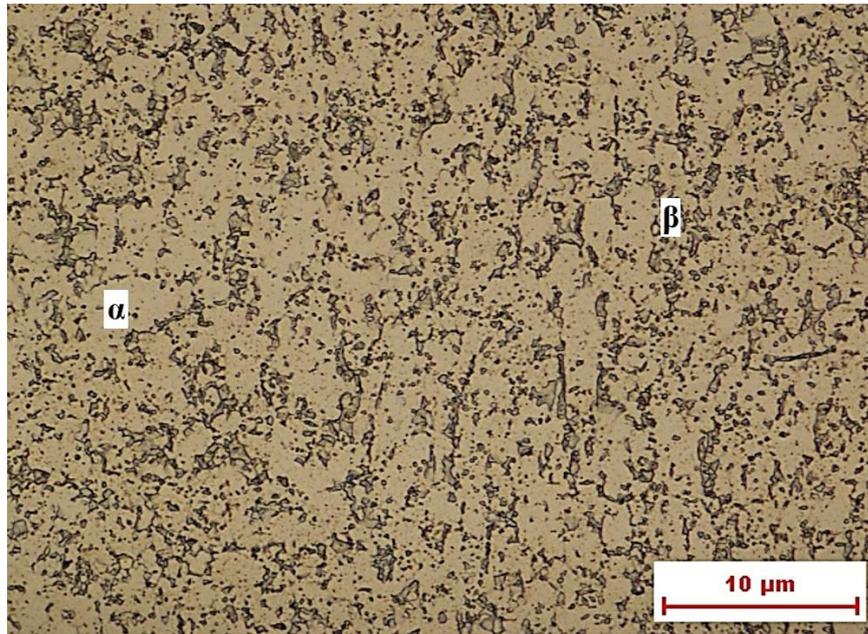


Figure IV.2 : Microstructure de l'échantillon non traité x500

Nous remarquons que la microstructure est globulaire et est constituée quasiment de phase α . Il est à noter que l'analyse par DRX qui sera détaillé ultérieurement nous a mené aux mêmes proportions de phases.

IV.2.2 Effet d'un refroidissement au four après mise en solution

L'étude de l'effet du refroidissement continu sur la microstructure a été réalisée en utilisant une vitesse de refroidissement de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ après mise en solution dans le domaine monophasé β à 1100°C . La mise en solution à des températures supérieures à T_{β} engendre une microstructure entièrement β . Ensuite, durant le refroidissement lent, la phase β se transforme en phase α . Cette dernière apparaît sous deux morphologies différentes. La première consiste en un liseré continu le long des anciens joints de grains β appelée morphologie α_{GB} . Au vu de la faible vitesse de refroidissement (environ $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$), il nous a été difficile d'identifier la présence du liseré en raison de la prédominance de la croissance des lamelles α_{WGB} au détriment du liseré α_{GB} . Cependant la microstructure observée sur la figure IV.3 est dite en vannerie

en raison des colonies fines et des enchevêtrements nombreux, de plus, on remarque que les lamelles qui respectent les relations d'orientations sont regroupées en paquets et se développent dans la même direction. D'un point de vue cristallographique, ces lamelles croissent donc dans les mêmes directions denses.

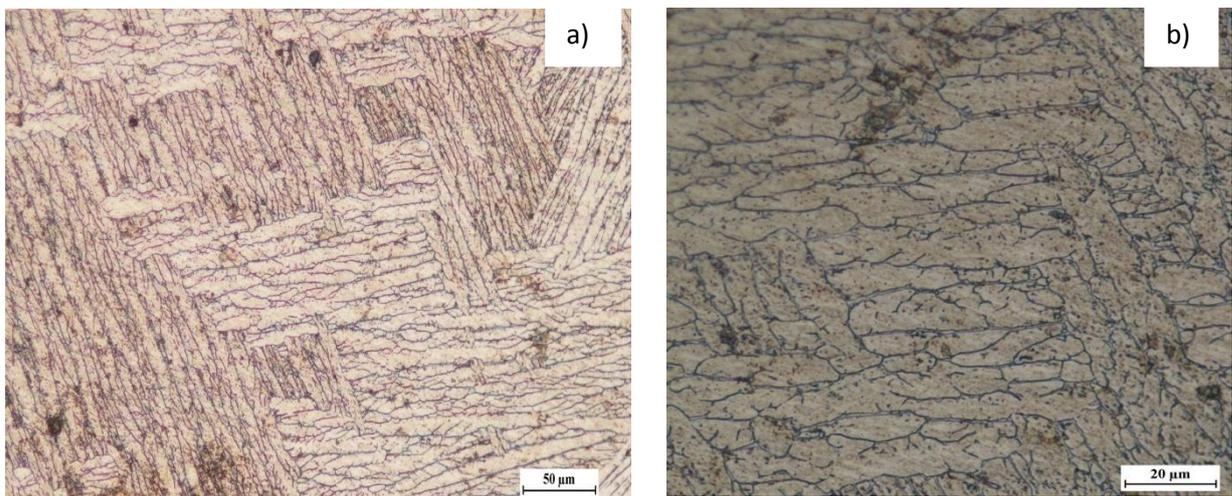


Figure IV.3 : Microstructure en vannerie du Ti-6Al-4V pour une mise en solution à 1100 °C suivi d'un refroidissement au four.

Durant leur croissance, on remarque aussi que les lamelles α_{WGB} forment des triangles isocèles, tel qu'illustré dans la figure IV.4. On constate que la largeur des lamelles diminue en allant vers l'intérieur de ces triangles. Ceci pourrait être interprété et comme expliqué par Fujii [35], à priori, par le fait, que les lamelles α_{WGB} , et durant leur croissance, rejettent l'excès en vanadium. Ce dernier stabilise les régions adjacentes β . Ainsi, au début de la transformation à haute température, la vitesse de diffusion du vanadium est élevée (le rejet est plus important), et au fur et à mesure que des lamelles se forment il devient difficile de trouver des zones non transformées. Ainsi, des lamelles orientées dans les mêmes directions dont la largeur diminue successivement sont formées.

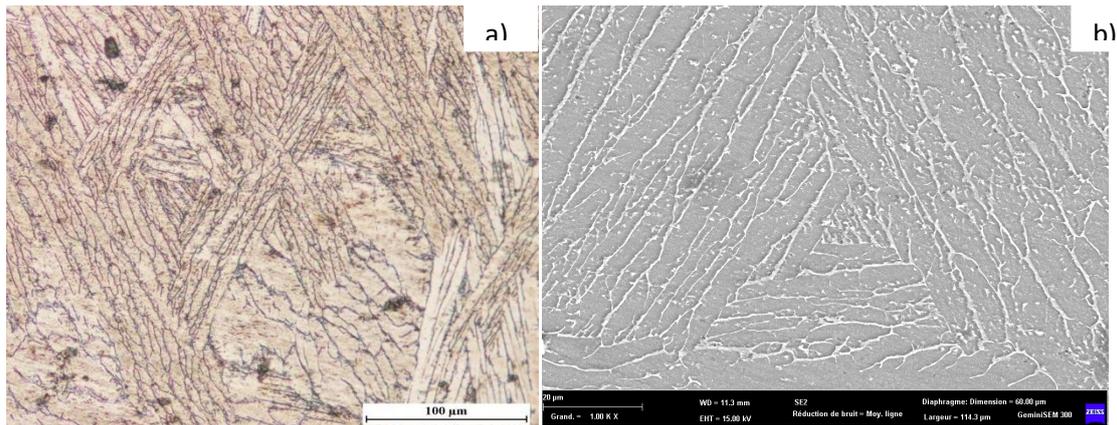


Figure IV.4 : Triangles isocèles formés par les lamelles : a) Microscopie optique, b) Microscopie électronique.

Pour ce qui est du rejet du vanadium vers l'extérieur des lamelles, l'analyse de profil EDS présentée dans la figure IV.5 montre que les régions se trouvant entre les lamelles, présentent des proportions plus élevées en vanadium, et donc que le vanadium stabilise les régions inter-lamellaires (Phase β). Toutefois nous avons remarqué la présence de l'azote en quantité non négligeable après la préparation métallographique, alors qu'aucune existence de nitrure n'a été enregistrée. On pourrait associer la présence de cet élément à l'attaque chimique séchée en surface, surtout que sa distribution est établie de manière homogène. Outre la présence de l'azote, l'analyse a révélé la présence du fluor (en faible quantité) également, qui vient s'ajouter comme pour accentuer la provenance de ces deux éléments et de l'allier à l'attaque chimique énoncée précédemment (III.4.2)

Cette analyse peut donc nous mener à une conclusion quant au mécanisme de la germination des lamelles α_{WGB} . La présence de colonies croissantes dans des directions préférentielles et l'excès en vanadium au sein des interfaces entre les lamelles laisse à supposer que les lamelles α_{WGB} se forment par déstabilisation du front de croissance. De plus le calcul du coefficient de stabilité de la phase β (K_β) pour notre alliage en tenant compte du pourcentage en vanadium fourni par l'analyse quantitative (Tableau IV.1) nous amène à une valeur de K_β égale à 0.239, ce qui concorde avec les résultats rapportés par Obassi et al [41] et résumés par Tang et al [37].

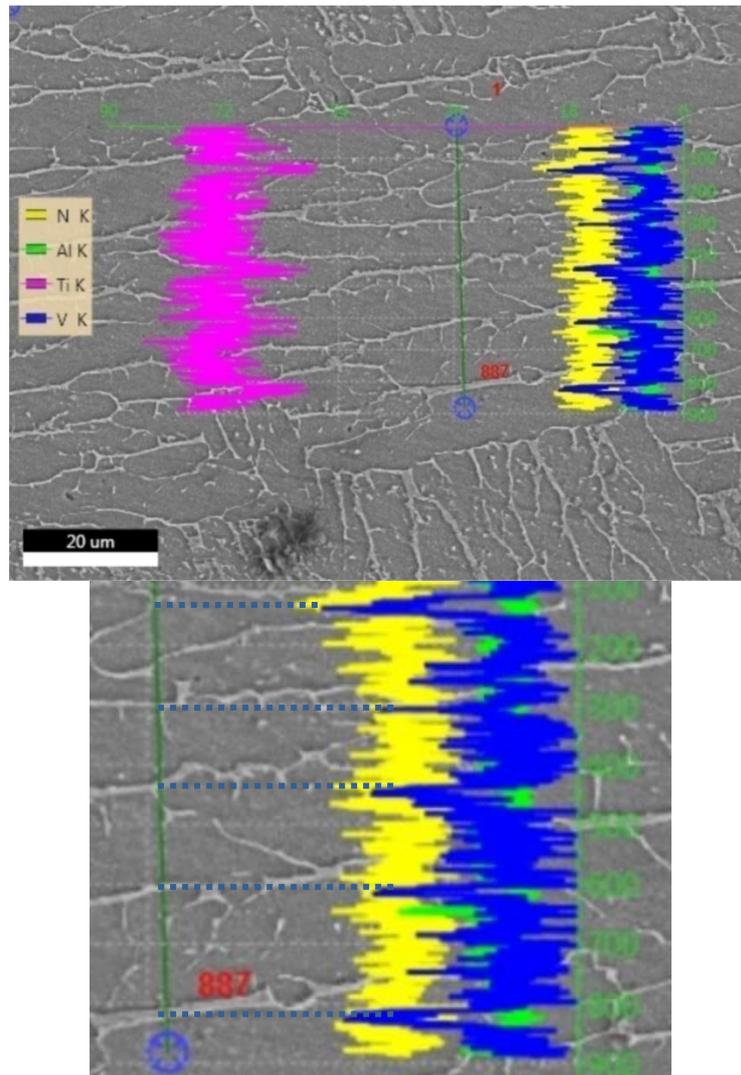


Figure IV.5 : Analyse EDS d'une microstructure lamellaire

Néanmoins, la germination sympathique n'est pas à exclure, mais on préfère assumer que la déstabilisation du front de croissance prédomine dans le cas du Ti-6Al-4V. Chose qui a été confirmée par Wang et al [78] après avoir simulé la microstructure lamellaire.

IV.2.3 Effet d'une trempe après une mise en solution

Après avoir chauffé l'échantillon à 1000 °C et l'avoir maintenu pendant 30 min, une hypertrempe a conduit à une structure martensitique comme montré dans la figure IV.6. On remarque que la structure finale est composée essentiellement d'aiguilles de martensite α' et de phase β retenue.

Nous remarquons que les aiguilles sont disposées sous forme de colonies et suivent aussi les relations d'orientations. L'analyse par DRX nous a donné respectivement les proportions des phases α'/α et β .

- Avec :
- % $\alpha'/\alpha = 86\%$
 - % $\beta = 14\%$



Figure IV.6 : Microstructure martensitique du Ti-6Al-4V pour une mise en solution à 1000 °C suivi d'une trempe à l'eau

Nous remarquons qu'une structure exclusivement martensitique, comme mentionné par Ahmed et al [14], n'est pas atteignable, et ce, même en s'affranchissant la vitesse qu'ils ont proposé.

Pour une vitesse de refroidissement plus élevée, il nous a été possible d'identifier le liseré α_{GB} qui s'est formé sur les anciens joints de grains β . La figure IV.7 montre des aiguilles de martensites qui se sont développés à l'intérieur du grain et entourées par le liseré α_{GB} .

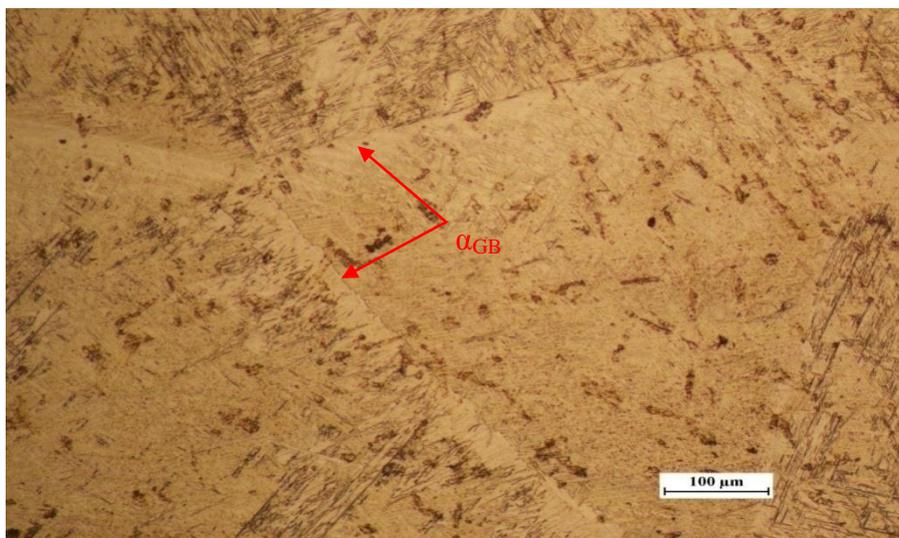


Figure IV.7 : Apparition du liseré α_{GB} dans la microstructure martensitique

En prêtant plus d'attention aux aiguilles de martensites, on remarque que la morphologie est caractérisée par la superposition parallèle de plaques qui divisent le grain β , puis des plaques de longueur moindre apparaissent de la même façon comme on peut le voir sur la figure IV.8. Cet aspect séquentiel lui a valu le nom de *morphologie fractale*. Banerjee [46] rapporte dans son ouvrage que les macles étaient usuellement observées à l'intérieur de ces plaques.

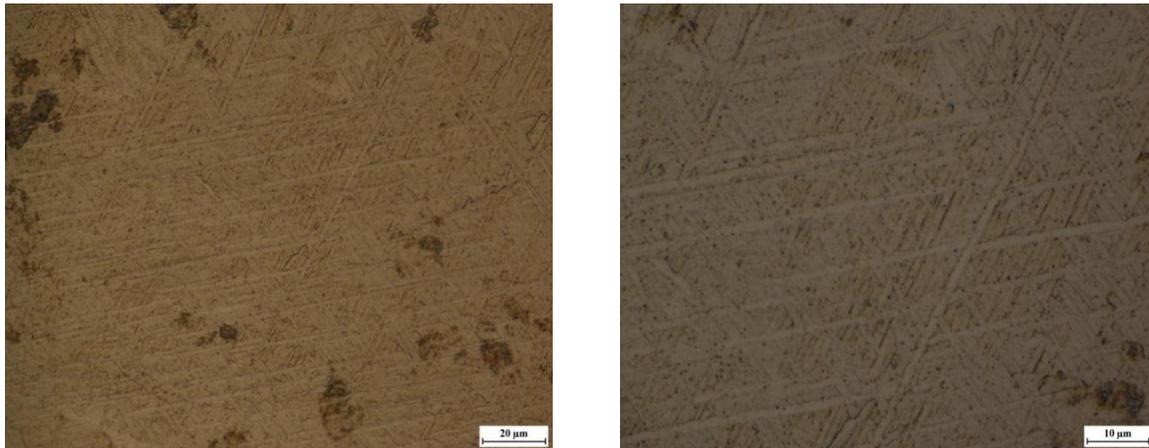


Figure IV.8 : Morphologie fractale de la martensite, a) x500, b) x1000

L'analyse EDS (Figure IV.9) de l'échantillon trempé nous montre que la composition reste quasiment constante en profil, ceci est dû au fait que la phase martensitique α' a la même composition chimique que la phase mère β et qu'il n'y a pas eu de diffusion.

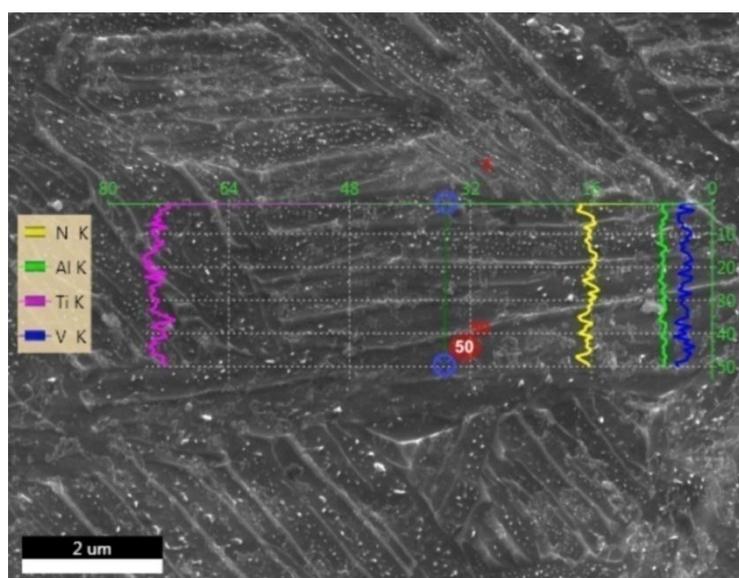


Figure IV.9 : Analyse EDS de la microstructure martensitique

Encore une fois nous remarquons la présence de l'azote que l'on associera à l'attaque chimique.

IV.4 Analyse des profils des raies

Les résultats de l'analyse par DRX des deux états (reçu et trempé à l'eau)

Nous avons caractérisé notre échantillon trempé par DRX dans le but de récolter les paramètres de maille et de les injecter dans la théorie phénoménologique de la transformation martensitique qui a été vue dans le chapitre II. Le diffractogramme obtenu a été affiné (méthode d'affinement de Rietveld) et traité par le logiciel MAUD tel que montré dans la figure IV.10. Les paramètres d'affinement sont donnés dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2 : Paramètres d'affinements

Sig	R _{WP}	R _{exp}
0.972	8.96	9.22

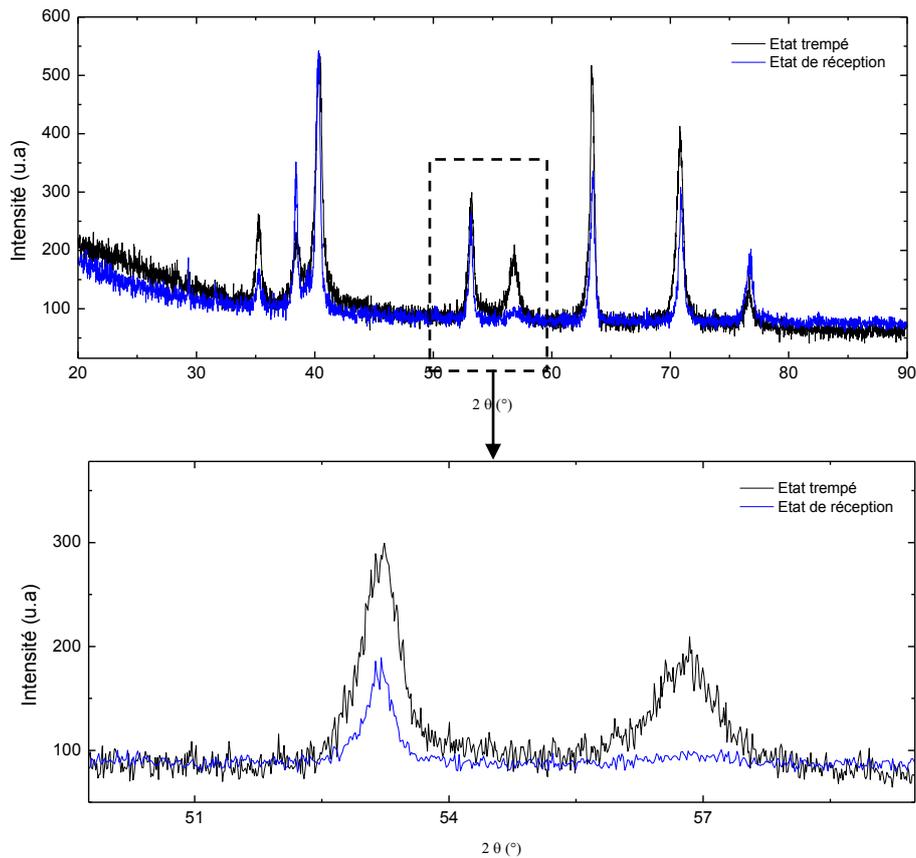


Figure IV.10: Superposition des diffractogrammes des états reçus et trempés

En superposant les diffractogrammes des états reçus et trempés, nous remarquons que les pics de la phase α' et α coïncident, ceci est expliqué par le fait qu'ils aient le même réseau (HC). Toutefois, les pics de la phase α' (en noir) sont plus larges que ceux de la phase α (en bleu), ceci est dû à la sursaturation de la phase martensitique α' en vanadium. Ce qui crée une microdéformation au niveau de la maille élémentaire qui se manifeste par un élargissement du pic de diffraction. En analysant encore la figure IV.13 on remarque qu'un pic de diffraction absent dans le diffractogramme de l'état reçu (en bleu) s'affiche dans celui de l'état trempé. A priori, on pourrait expliquer ça par l'anisotropie que présente le titane, et donc par le fait qu'il soit texturé.

Nous avons pu récupérer les paramètres de maille des deux réseaux, à savoir de la phase mère et de la phase fille. L'analyse nous a donné respectivement :

$$a_{\alpha'} = 2.934 \text{ \AA}$$

$$c_{\alpha'} = 4.669 \text{ \AA}$$

$$a_{\beta} = 3.203 \text{ \AA}$$

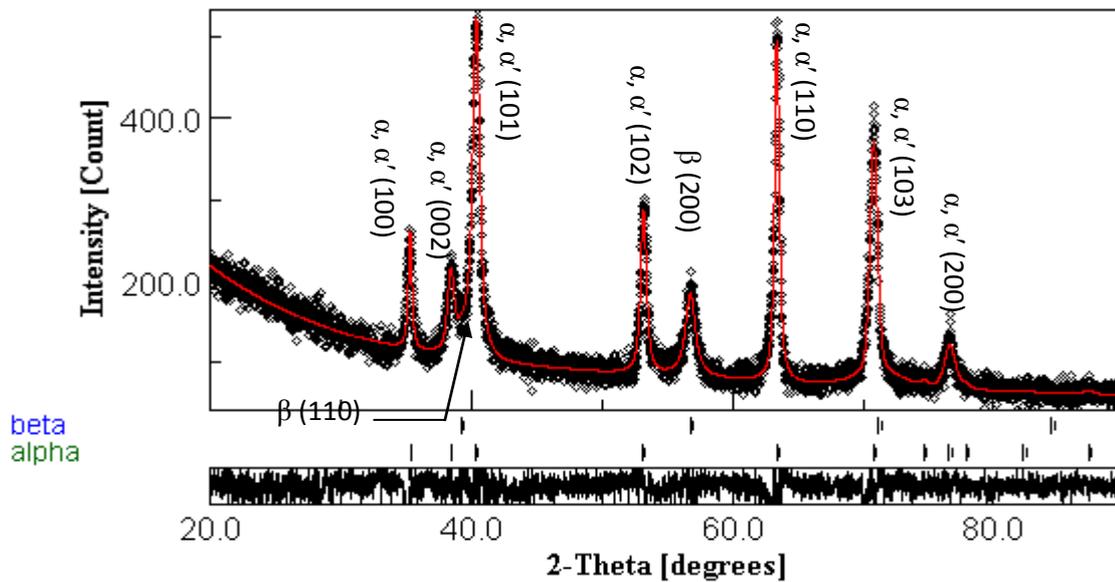


Figure IV.11 : Diffractogramme de l'échantillon trempé

IV.3 Effet des traitements sur la micro-dureté

Etant connue pour son caractère durcissant dans les aciers, la martensite laisse souvent croire que c'est une phase durcissante. Nous avons donc étudié l'effet de la martensite sur la microdureté.

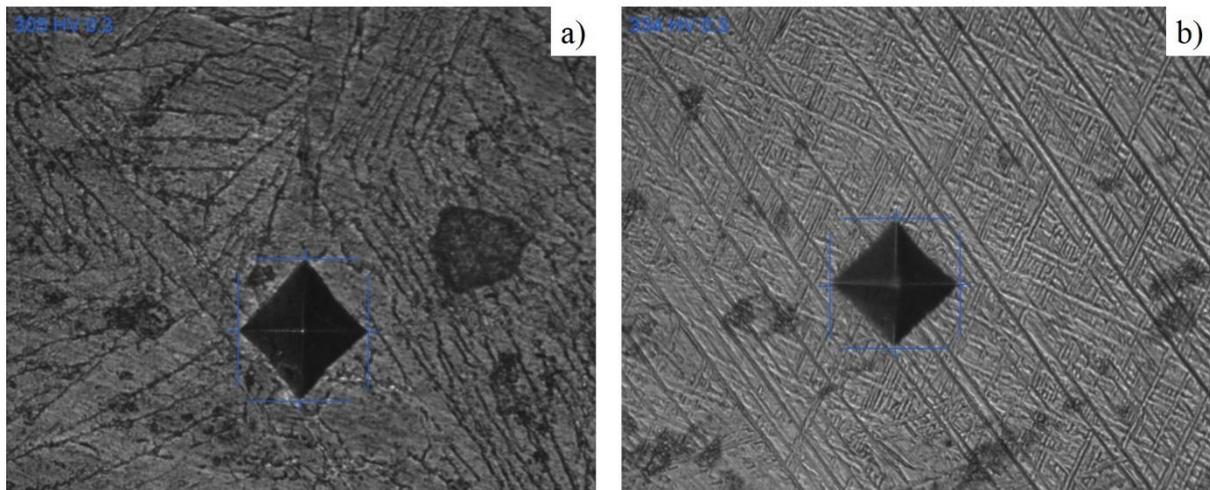


Figure IV.12 : empreintes laissées par l'indentation après : a) refroidissement au four, b) trempe à l'eau

IV.3.1 Effet d'un refroidissement au four après mise en solution

La figure IV.11 : montre la valeur de la microdureté prise pour différents points, on remarque que la moyenne est égale à 318 ± 15 HV.

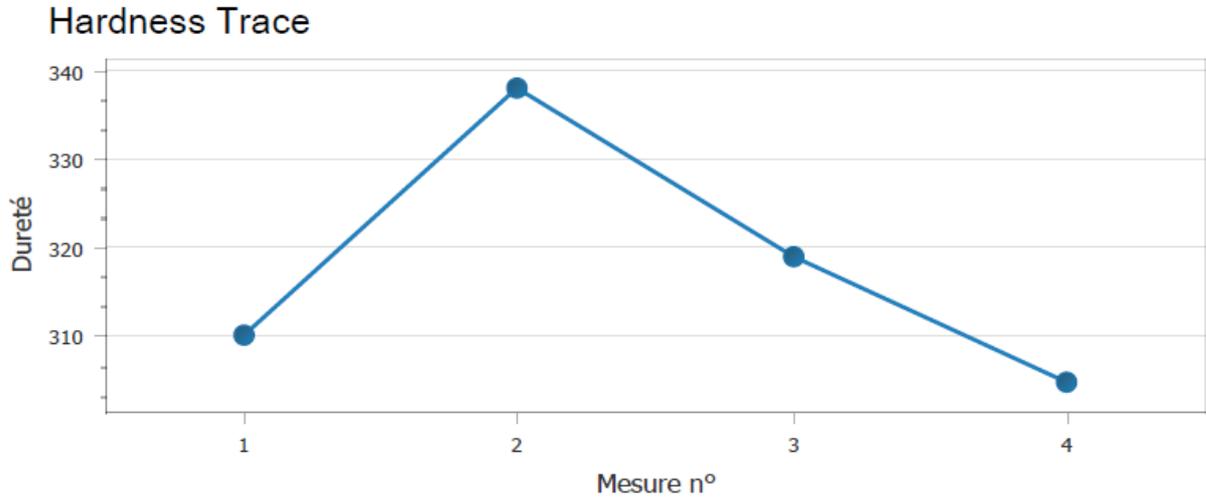


Figure IV.13 : Profil de microdureté de l'échantillon refroidi au four

IV.3.2 Effet d'une trempe après une mise en solution

La figure IV.12 montre le profil de microdureté de l'échantillon trempé, on remarque que la valeur moyenne qui est égale à 326 ± 6 HV n'est pas très loin de celle trouvée pour le premier échantillon, ce qui laisse à croire que la martensite n'est pas si durcissante que ça. Ceci pourrait être expliqué par la faible amplitude du cisaillement associée au maclage, en effet, comme nous l'avons vu dans l'étude bibliographique (Chapitre II), la déformation complémentaire (par maclage dans le cas des alliages de Ti) est faible par rapport aux deux autres déformations. Ainsi l'effet du maclage n'est pas très durcissant dans ce cas. La légère augmentation de la microdureté observée dans le cas de l'échantillon trempé à l'eau peut être due la finesse de microstructure (nombre d'interfaces α'/β plus élevé).

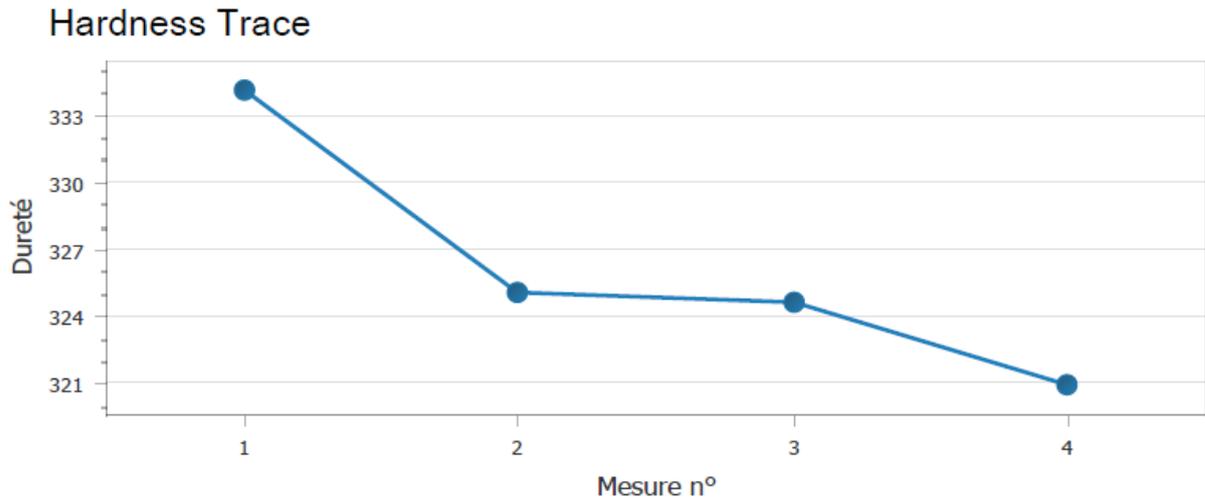


Figure IV.14 : Profil de microdureté de l'échantillon trempé.

IV.5 Caractérisation cristallographique

IV.5.1 Application du principe du plan invariant IPS

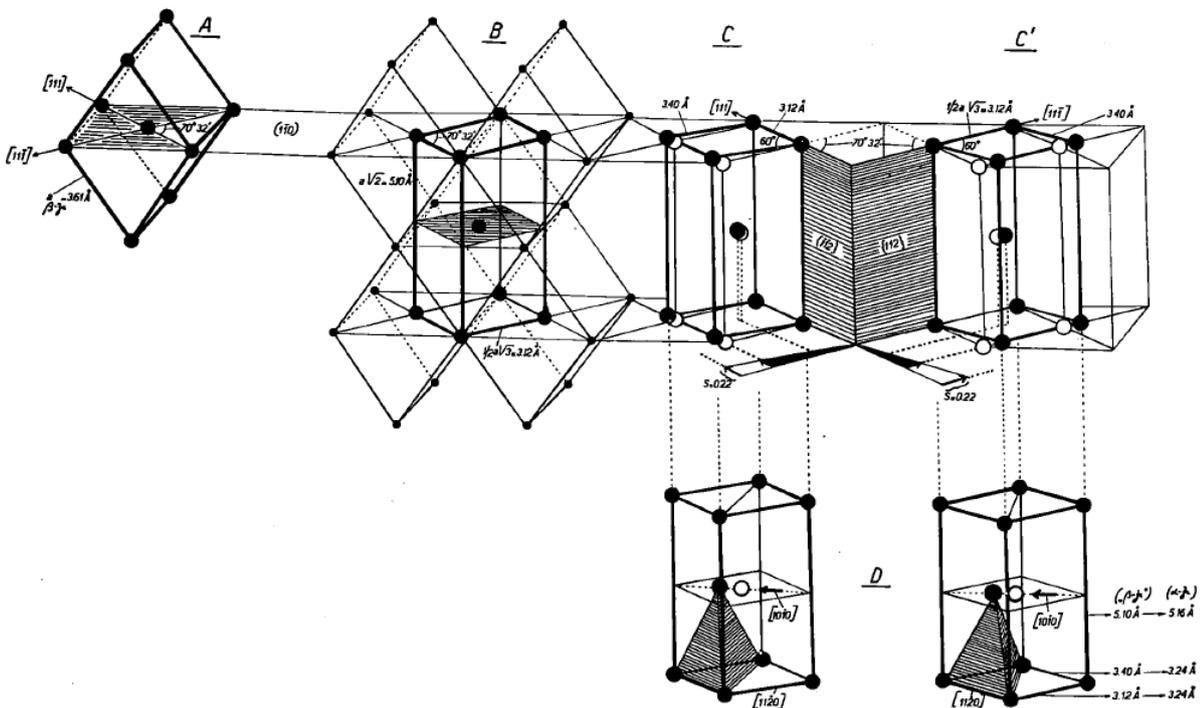


Figure IV.15 : Correspondance de Burger [4]

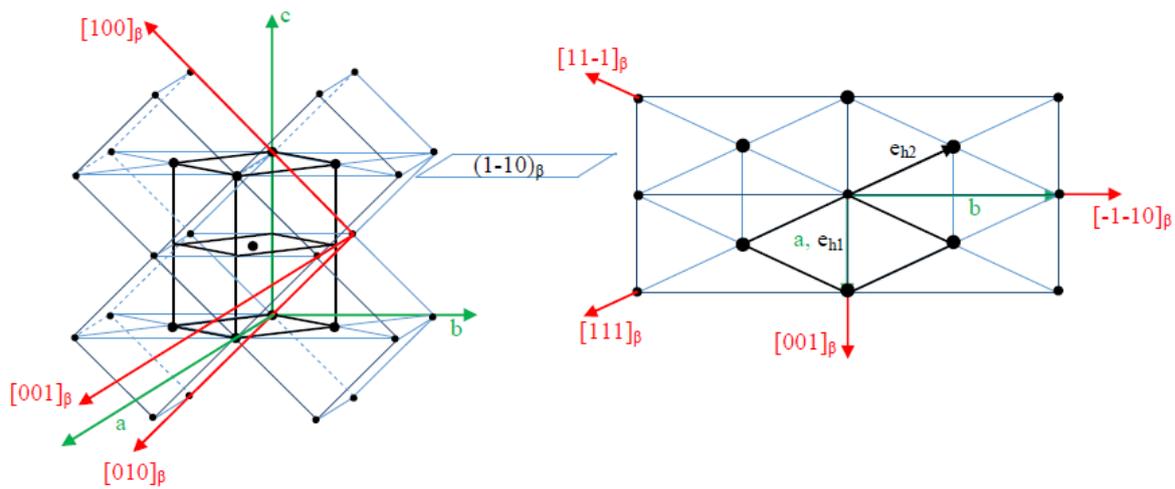


Figure IV.16 : Correspondance entre la maille cubique et ortho-hexagonale [15]

On définit deux référentiels (Figure IV.15) :

Un référentiel sur le réseau cubique qu'on appellera C : $[e_{c1}, e_{c2}, e_{c3}]$ avec :

$$e_{c1} = [1\ 0\ 0]_{\beta}, e_{c2} = [0\ 1\ 0]_{\beta}, e_{c3} = [0\ 0\ 1]_{\beta}$$

Un référentiel ortho-hexagonal qu'on appellera O : $[a, b, c]$ avec : $a = e_{h1}$, $b = e_{h1} + 2e_{h2}$, $c = e_{h3}$ avec : $e_{h1} = [1\ 0\ -1]_{\alpha}$, $e_{h2} = [0\ 1\ -1]_{\alpha}$, $e_{h3} = [0\ 0\ 0]_{\alpha}$

On retrouve la relation d'orientation de Burgers :

$$(1\ -1\ 0)_{\beta} // (0\ 0\ 0\ 1)_{\alpha} \text{ et } [1\ 1\ -1]_{\beta} // [-1\ -1\ 2\ 0]_{\alpha}$$

On prend les paramètres de maille pour les phases α' et β obtenus par DRX tel que :

$$a_{\alpha} = 2.934 \text{ \AA}$$

$$c_{\alpha} = 4.669 \text{ \AA}$$

$$a_{\beta} = 3.203 \text{ \AA}$$

On détermine les déformations principales :

Selon l'axe a (la direction $[0\ 0\ 1]_{\beta}$) :

$$\eta_1 = \frac{a_{\alpha}}{a_{\beta}} = 0.916016$$

Selon l'axe b (la direction $[-1 -1 0]_{\beta}$) :

$$\eta_2 = \frac{\sqrt{3}/2 a_{\alpha}}{\sqrt{2}/2 a_{\beta}} = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{a_{\alpha}}{a_{\beta}} = 1.121886$$

Selon l'axe c (la direction $[1 -1 0]_{\beta}$) :

$$\eta_3 = \frac{c_{\alpha}}{2\sqrt{2}/2 a_{\beta}} = \frac{\sqrt{2}}{2} \frac{c_{\alpha}}{a_{\beta}} = 1.03746$$

Ainsi, nous avons :

- Une compression de 8.4 % suivant la direction $[0 0 1]_{\beta}$
- Une expansion de 12.2 % suivant la direction $[-1 -1 0]_{\beta}$
- Une expansion de 3 % suivant la direction $[1 -1 0]_{\beta}$

Si on néglige l'expansion de 3 % suivant l'axe X_3 comme proposé par Kelly et Groves [], on aura deux déformations opposées et une déformation nulle ($\eta_1 < 1$, $\eta_2 > 1$ et $\eta_3 = 1$) ; c'est la condition nécessaire pour avoir un plan invariant (IPS).

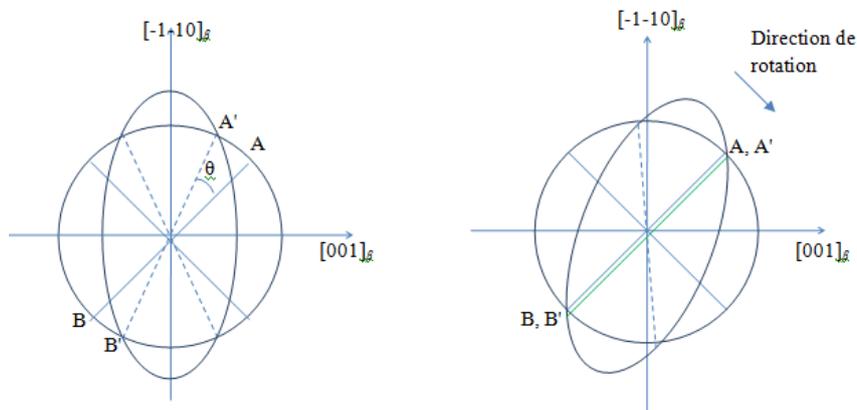


Figure IV.17 : Rotation ramenant la ligne OA' à sa position initiale

Une rotation θ autour de la direction invariante $[1 -1 0]_{\beta}$ ($\eta_3 = 0$) permet de maintenir une deuxième ligne invariante (en vert sur la Figure IV.17).

Calcul de l'angle θ

Soit T la matrice de la déformation

La déformation (T) peut être décomposée en une déformation pure du réseau cristallin (B) et une rotation (R) autour de la direction $[1 \ -1 \ 0]_{\beta}$.

$T = BR$ avec :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \quad R = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Ainsi,

$$T = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \theta & -\eta_1 \sin \theta & 0 \\ \eta_2 \sin \theta & \eta_2 \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Soit X la ligne invariante, alors :

$$TX = X \Rightarrow (T - I)X = 0 \Rightarrow \det(T - I) = 0$$

$$T - I = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \theta - 1 & -\eta_1 \sin \theta & 0 \\ \eta_2 \sin \theta & \eta_2 \cos \theta - 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$

$$\det(T - I) = (\eta_1 + \eta_2) \cos \theta - \eta_1 \eta_2 - 1$$

$$\det(T - I) = 0 \Rightarrow \cos \theta = \frac{1 + \eta_1 \eta_2}{(\eta_1 + \eta_2)} = 0.9949 \Rightarrow \theta = 5.745^\circ$$

Détermination de la ligne invariante

La ligne invariante ne subit ni déformation ni rotation. Ainsi, en calculant les valeurs propres de la matrice de déformation T , le vecteur propre correspondant à la valeur propre qui est égale à l'unité sera la ligne invariante.

$$TX = \lambda X \Rightarrow (T - \lambda I)X = 0 \Rightarrow \det(T - \lambda I) = 0$$

$$T - \lambda I = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \theta - \lambda & -\eta_1 \sin \theta & 0 \\ \eta_2 \sin \theta & \eta_2 \cos \theta - \lambda & 0 \\ 0 & 0 & -\lambda \end{pmatrix}$$

$$\det(T - \lambda I) = -\lambda^3 + (\eta_1 + \eta_2)\cos\theta\lambda^2 - \eta_1\eta_2\lambda = \lambda(-\lambda^2 + (\eta_1 + \eta_2)\cos\theta\lambda - \eta_1\eta_2)$$

$$\det(T - \lambda I) = \lambda[-\lambda^2 + (1 + \eta_1\eta_2)\lambda - \eta_1\eta_2]$$

$$\det(T - \lambda I) = 0 \Rightarrow \begin{cases} \lambda_1 = 0 \\ \lambda_2 = 1 \\ \lambda_3 = \eta_1\eta_2 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \lambda_1 = 0 \\ \lambda_2 = 1 \\ \lambda_3 = 1.0277 \end{cases}$$

Soient V_1 , V_2 et V_3 les vecteurs propres associés aux valeurs propres λ_1 , λ_2 et λ_3 respectivement.

Le vecteur V_2 n'aura subi ni déformation ($\lambda_2 = 1$) ni rotation. C'est donc une ligne invariante.

Pour déterminer V_2 il suffit d'écrire :

$TV_2 = V_2$. Si (x, y, z) sont les coordonnées de V_2 dans le référentiel ortho-hexagonal, alors :

$$\begin{cases} \eta_1 \cos\theta \cdot x - \eta_1 \sin\theta \cdot y = x \\ \eta_2 \sin\theta \cdot x - \eta_2 \cos\theta \cdot y = y \\ z = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \frac{y}{x} = \cot\theta - \frac{1}{\eta_1 \sin\theta} \\ z = 0 \end{cases}$$

$$[O ; V_2] = [x \cot\theta - \frac{1}{\eta_1 \sin\theta} \ x \ 0]$$

$$\text{Pour } x = 1, [O ; V_2] = [1 \ -0.9771 \ 0]$$

Détermination du plan d'habitat

On définit la matrice ${}^O R^C$ qui permet de passer du référentiel ortho-hexagonal au référentiel cubique. Pour cela on écrit les vecteurs a , b et c du référentiel ortho-hexagonal dans le référentiel cubique.

$$[C ; a] = [0 \ 0 \ 1]$$

$$[C ; b] = [-1 \ -1 \ 0]$$

$$[C ; c] = [1 \ -1 \ 0]$$

Ainsi, pour la première variante on aura :

$${}_O R^C = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 1 \\ 0 & -1 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Tout vecteur u dans le référentiel O s'écrira dans le référentiel C comme suit :

$$[C ; u] = {}_O R^C \cdot [O ; u]$$

$$\text{Donc, } [C ; V_2] = [0.9771 \ 0.9771 \ 1]$$

Le plan d'habitat sera le plan dont la normale n est tel que :

$$n = [1 \ \bar{1} \ 0]_{\beta} \times V_2 \Rightarrow n = [-1 \ -1 \ 1.9542]_{\beta}$$

Enfin, si nous poursuivons les calculs pour les autres variantes, nous trouverons les différents plans, tel que résumés dans le tableau IV.2

Tableau IV.2 : Tableau récapitulatif des différents plans d'habitats

Plan	${}_O R^C$	Plan d'habitat
(1 1 0)	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	(1 -1 -1.9542)
(1 0 1)	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 1 \end{pmatrix}$	(-1 -1.9542 1)
(0 1 1)	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 \end{pmatrix}$	(-1.9542 1 -1)
(0 -1 1)	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & -1 \\ 0 & -1 & 1 \end{pmatrix}$	(-1.9542 1 1)
(-1 0 1)	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 1 \end{pmatrix}$	(-1 -1.9542 -1)
(1 -1 0)	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 1 \\ 0 & -1 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	(-1 -1 1.9542)

Le plan d'habitat est donc le plan $(-1 -1 1.9542)_\beta$. Il est perpendiculaire au plan basal du réseau hexagonal compact.

Le plan d'habitat calculé fait un angle de 10.8° avec le plan $(-3 -3 4)_\beta$ observé expérimentalement par Kelly et Hammond [73].

Relation d'orientation : $(1 -1 0)_\beta // (0 0 0 1)_\alpha$ et $[1 1 -1]_\beta // [-1 -1 2 0]_\alpha$

Plan d'habitat $(-1 -1 1.9542)_\beta$ $10.8^\circ(-3 -3 4)_\beta$

IV.5.2 Application de la déformation complémentaire LIS

Si par contre, nous ne négligeons plus l'expansion de 3 % selon la direction l'axe X_3 , la déformation pure B et la rotation R ne permettent de retenir qu'une seule ligne invariante. Pour maintenir une deuxième ligne invariante, un cisaillement (par glissement ou par maclage) doit être ajouté tel qu'illustré sur la figure IV.18 :

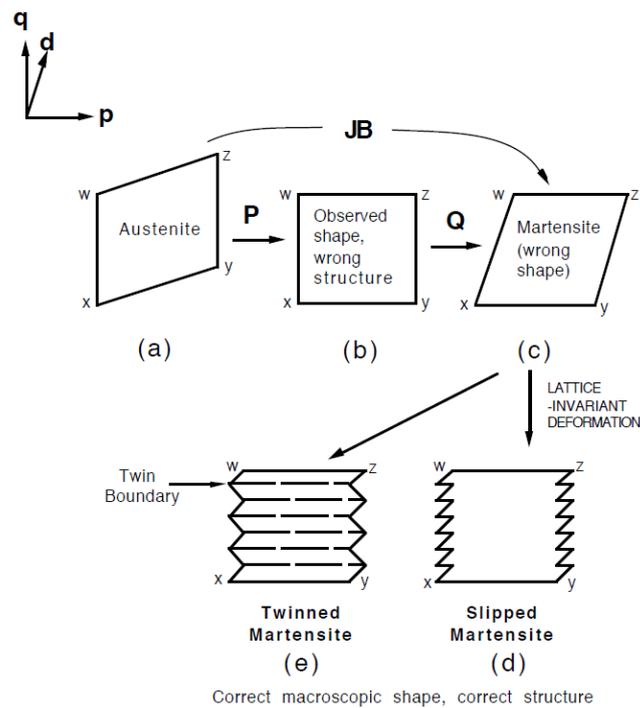


Figure IV.18 : déformation complémentaire

Soit B la matrice de déformation pure :

$$B = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix}$$

On détermine la matrice semblable à B dans le référentiel C :

$$B_c = {}_oR^C \cdot B \cdot ({}_oR^C)^{-1}$$

$$B_1 = \begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta & \gamma \\ 0 & \gamma & \beta \end{pmatrix} \text{ Avec } \begin{cases} \alpha = 0.916 \\ \beta = 1.0763 \\ \gamma = -0.0456 \end{cases}$$

Nous choisissons la deuxième variante compatible avec la première selon [46]

$$B_2 = \begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta & \bar{\gamma} \\ 0 & \bar{\gamma} & \beta \end{pmatrix}$$

On détermine les vecteurs a, n et la matrice rotation Q tel que :

$$Q \cdot B_1 - B_2 = a \otimes n$$

Pour cela on calcule la matrice C donnée par :

$$C = (B_1 \cdot B_2^{-1})^T \cdot (B_1 \cdot B_2^{-1})$$

$$C = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1.8189 & -0.9838 \\ 0 & -0.9838 & 1.0819 \end{pmatrix}$$

Comme $C \neq 0$ alors on détermine les valeurs et les vecteurs propres qui lui sont associés :

$$\begin{cases} e_1 = [0 \quad -0.5697 \quad -0.8218] \rightarrow \lambda_1 = 0.3998 \\ e_2 = [1 \quad 0 \quad 0] \rightarrow \lambda_2 = 1 \\ e_3 = [0 \quad -0.8218 \quad 0.5697] \rightarrow \lambda_3 = 2.5010 \end{cases}$$

Les vecteurs a et n sont donnés par :

$$\begin{cases} n = \frac{\sqrt{\lambda_3} - \sqrt{\lambda_1}}{\rho\sqrt{\lambda_3 - \lambda_1}} \left(-\sqrt{1 - \lambda_1} \cdot B_{C_2}^T \cdot e_1 \pm \sqrt{\lambda_3 - 1} \cdot B_{C_2}^T \cdot e_3 \right) \\ a = \rho \left(\sqrt{\frac{\lambda_3(1 - \lambda_1)}{\lambda_3 - \lambda_1}} \cdot e_1 \pm \sqrt{\frac{\lambda_1(\lambda_3 - 1)}{\lambda_3 - \lambda_1}} \cdot e_3 \right) \end{cases}$$

ρ est choisi tel que $|n| = 1$

Ainsi :

$$\begin{cases} n = [0.6491 & 0.3964 & -0.6491] \\ a = [0.2268 & -0.0113 & 0.2665] \end{cases}$$

$$Q = (a \otimes n + B_{C_2}) \cdot B_{C_1}^{-1}$$

$$Q = \begin{pmatrix} 0.9861 & 0.0418 & -0.1607 \\ -0.0491 & 0.9979 & -0.0418 \\ 0.1587 & 0.0491 & 0.9861 \end{pmatrix}$$

Q est une matrice rotation puisque : $Q \cdot Q^T = Q^T \cdot Q = I$

$$\begin{cases} s = \frac{a}{|a|} \cdot |B_{C_2}^{-1} \cdot n| = 0.3442 \\ \eta_1 = \frac{a}{|a|} = [0.6478 & -0.0323 & 0.7612] \\ K_2 = \frac{B_{C_2}^{-1} \cdot n}{|B_{C_2}^{-1} \cdot n|} = (0.7208 & 0.3493 & -0.5987) \end{cases}$$

Avec :

s : le cisaillement

η_1 : la direction de cisaillement

K_2 : le plan de cisaillement

Le plan de maillage K_1 est perpendiculaire à K_2 , ainsi : $K_1 = (1 \ 0 \ 1.204)$.

Ce plan fait un angle de 5.31° avec le plan de maillage $(1 \ 0 \ 1)_\beta // (1 \ \bar{1} \ 0 \ 1)_\alpha$ rapporté dans la littérature [II.5].

Détermination du plan d'habitat

Calculons δ et η :

$$\begin{cases} \delta = a \cdot B_{C_2} \cdot (B_{C_2}^2 - I)^{-1} \cdot n \\ \eta = \text{tr}(B_{C_2}^2) - \det(B_{C_2}^2) - 2 + \frac{|a|^2}{2\delta} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \delta = -2 \\ \eta = 0.0075 \end{cases}$$

Calculons ensuite λ :

$$\lambda = \frac{1}{2} \left(1 - \sqrt{1 + \frac{2}{\delta}} \right) \Rightarrow \lambda = 0.5$$

Déterminons, maintenant, la matrice C :

$$C = (B_{C_2} + \lambda \cdot n \otimes a) \cdot (B_{C_2} + \lambda \cdot a \otimes n)$$

$$C = \begin{pmatrix} 0.9829 & 0.04 & 0.0129 \\ 0.04 & 1.1557 & -0.0424 \\ 0.0129 & -0.0424 & 0.9908 \end{pmatrix}$$

Les valeurs et vecteurs propres associés à cette matrice sont :

$$\begin{cases} e_1 = [0.7312 & -0.2794 & -0.6223] \rightarrow \lambda_1 = 0.9566 \\ e_2 = [0.6558 & 0.037 & 0.754] \rightarrow \lambda_2 = 1 \\ e_3 = [-0.1876 & -0.9595 & 0.2103] \rightarrow \lambda_3 = 1.1728 \end{cases}$$

Les vecteurs b et m sont, alors, donnés par :

$$\begin{cases} b = \rho \left(\sqrt{\frac{\lambda_3(1-\lambda_1)}{\lambda_3-\lambda_1}} \cdot e_1 + \sqrt{\frac{\lambda_1(\lambda_3-1)}{\lambda_3-\lambda_1}} \cdot e_3 \right) \\ m = \frac{\sqrt{\lambda_3} - \sqrt{\lambda_1}}{\rho \sqrt{\lambda_3 - \lambda_1}} \left(-\sqrt{1-\lambda_1} \cdot e_1 + \sqrt{\lambda_3-1} \cdot e_3 \right) \end{cases}$$

ρ est choisi tel que $|m| = 1$

Ainsi :

$$\begin{cases} m = [-0.4953 & -0.7327 & 0.4668] \\ b = [0.02 & -0.1022 & -0.0124] \end{cases}$$

Le plan d'habitat serait dans ce cas le plan $(-0.4953 \quad -0.7327 \quad 0.4668)$. Ce plan fait un angle de 3.97° avec le plan $(-3 \quad -4 \quad 3)$.

Toutefois, sur les six variantes de martensites pouvant être calculées, la littérature a rapporté que seules quelques variantes pouvaient apparaître. Il nous est important donc de souligner que ces variantes ne sont pas équiprobables, et qu'un phénomène de sélection de variante se produit.

Si nous faisons une brève comparaison entre les résultats obtenus par la théorie phénoménologique de la transformation martensitique classique énoncée par W-L-R puis par B-W et celle proposée par Ball et James, nous remarquons d'après les résultats obtenus que la dernière concorde le plus avec les résultats rapportés expérimentalement dans la littérature (4° d'écart). Néanmoins les résultats trouvés en ayant appliqué la théorie phénoménologique classique montre un écart de 10°, ce résultat est largement acceptable. Ceci nous amène à confirmer que les alliages de titanes ont tendances à former des macles, mais qu'en contrepartie, le taux de cisaillement de ces macles reste faible, c'est ce qui pourrait expliquer le caractère non durcissant de la martensite dans les alliages de titane.

IV.6 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre que la caractérisation tant microstructurale que cristallographique pour l'alliage de titane Ti-6Al-4V présente d'étroits rapprochements. En effet, nous avons constaté que la croissance des lamelles α_{WGB} respectait des relations cristallographiques. La même constatation a été établie pour la microstructure martensitique. Aussi, nous avons mis en évidence que le cliché reçu à propos du durcissement de la phase martensitique n'était pas tout à fait exact. Nous considérons que l'effet non durcissant est dû à la faible amplitude de cisaillement avec laquelle se forment les macles. Une amplitude que nous avons pu calculer en utilisant la théorie phénoménologique de la transformation martensitique. Nous avons pu caractériser cristallographiquement notre alliage de titane en ne disposant que des paramètres de maille.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à la caractérisation microstructurale et cristallographique d'un alliage Ti-6Al-4V après que ce dernier ait subi deux traitements thermiques différents. Les différentes conclusions qui peuvent être tirées sont listées ci-dessous :

- L'analyse microstructurale nous a révélé qu'un refroidissement après mise en solution dans le domaine monophasé β , peut engendrer deux types de morphologies de la phase α , un liseré α_{GB} qui se manifeste sur les anciens joints de grains β , et des lamelles α_{WGB} qui se forment sur le liseré. Toutefois il nous a été difficile d'identifier le liseré en raison de la faible vitesse de refroidissement.
- La croissance des lamelles α_{WGB} se fait par deux mécanismes, à savoir, par germination sympathique et par déstabilisation du front de croissance. Ainsi, dans notre cas et après avoir estimé la valeur du coefficient de stabilité β (K_β) nous avons suggéré que les lamelles dans notre alliage croissaient par déstabilisation du front de croissance.
- La caractérisation microstructurale de l'échantillon trempé nous a distinctement renseigné quant à l'aspect durcissant de la martensite. Il est donc utile de rappeler que la martensite n'est pas une phase durcissante, et que la légère évolution de la microdureté pourrait être due à la fine microstructure qu'ont les aiguilles.
- L'analyse par DRX de l'échantillon trempé nous a montré que des pics apparaissaient après trempe, ceci nous amène à conclure que notre alliage est texturé, et vient mettre en exergue le caractère anisotrope des alliages de titane.
- L'analyse cristallographique en ayant appliqué la théorie phénoménologique de la transformation martensitique nous a mené à prédire, à 4° près, les différentes caractéristiques cristallographique de notre alliage. Bien que la déformation complémentaire pourrait être négligée Nous avons montré qu'effectivement, les alliages de titane avaient tendance à se déformer par maclage.
- Les faibles paramètres de maclages obtenus en utilisant la théorie phénoménologique, laisse à croire pourquoi la transformation martensitique n'est pas durcissante dans le cas des alliages de titane.

Ainsi dans notre travail nous avons pu aboutir à des résultats théoriques proches de ceux trouvés expérimentalement. Toutefois il a été rapporté dans la littérature, qu'une sélection de variante s'établissait aussi bien pour les lamelles α_{WGB} que pour les aiguilles de martensite. Cependant, plus d'investigations restent à faire dans le but d'approfondir le mécanisme de formation et de sélection de variantes. Ainsi on peut envisager de :

- Utiliser des techniques de pointe telles que la microscopie électronique à transmission où l'analyse EBSD dans le but de déterminer les variantes préférentielles.
- Etablir une formule se basant sur l'énergie de formation des variantes et voir si, effectivement, les variantes ayant l'énergie libre minimale sont celles qui apparaissent au détriment des autres.
- Mettre en évidence l'aspect displacif lors des transformations $\beta \rightarrow \alpha$.
- Expliquer la relation entre le coefficient de stabilité β et le mécanisme de formation dominant la formation des lamelles

Référence bibliographique

- [1] **X. Boidin**, Contribution à l'étude expérimentale et numérique à l'échelle de la microstructure de l'écaillage d'un alliage de titane. Thèse doctorat, Université de Lorraine, 2005
- [2] **M.J. Donachie**, Titanium: A Technical Guide, 2nd ed., ASM International, Ohio, 2000.
- [3] **F. Prima**, Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane β -métastable, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, 2000
- [4] **W.G. Burgers**, On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, *Physica*. 1 p.p 561–586. 1934
- [5] **N. Matsuura, G. M. Hood et H. Zou**, The correspondence between self-diffusion properties and melting temperatures for -Zr and -Ti. *Journal of Nuclear Materials*, 238(2-3): p.p 260–263, 1996.
- [6] **R. Tricot**, Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique, *Matériaux et Techniques*. p.p 47-64. 1988
- [7] **K. Le Biavant - Guerrier**, Etude de l'amorçage de fissures de fatigue dans le Ti-6Al-4V, Ecole Centrale Paris, 2010.
- [8] **Y. Combres, B. Champin**, Traitements thermiques des alliages de titane, techniques de l'ingénieur, M133, 1995
- [9] **H. Jousset**. Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation, Thèse Doctorat. Mines ParisTech, 2008
- [10] **Atapour, M., Pilchak, A. L., Frankel, G. S. & Williams, J. C.** Corrosion behavior of β titanium alloys for biomedical applications. *Mater. Sci. Eng. C31*, p.p 885–89. 2011.
- [11] ASM HandBook Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International, 1990

[12] **Y. Robert**, simulation numérique du soudage du TA6V par laser yag impulsif, Thèse doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2007.

[13] **Gil, F. J., Ginebra, M. P., Manero, J. M. & Planell, J. A.** Formation of α -Widmanstätten structure: effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy. *J. Alloys Compd.* 329, p.p 142–152. 2001.

[14] **Ahmed, T. & Rack, H. J.** Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **243**, p.p 206–211. 1998.

[15] **N. Kherrouba.** Étude expérimentale et modélisation des cinétiques de transformation de phase dans un alliage de titane, Thèse doctorat, Ecole Nationale Polytechnique. 2017

[16] **S.L. Semiatin, S.L. Knisley, P.N. Fagin, F. Zhang, D.R. Barker,** Microstructure Evolution during Alpha-Beta Heat Treatment of Ti-6Al-4V, *Metall. Mater. Trans. A.* 34A. 2003

[17] **R. Dąbrowski**, The Kinetics of Phase Transformations during Continuous Cooling of The Ti6Al4V Alloy from the Single-Phase β Range, *Arch. Metall. Mater.* 56 p.p 703–707. 2011

[18] **R. Osadchuk, W. P. Koster et J. F. Kahles.** Metallographic structures in commercial titanium. *Metal Progress*, 64:p.p 93–96. 1953

[19] **G. Okvist et K. Kallstrom.** The effect of zirconium carbide on the $\beta \rightarrow \alpha$ transformation structure in zircaloy. *Journal of Nuclear Materials*, 35(3):p.p 316–321. 1970

[20] **A. R. Massih, T. Andersson, P. Witt, M. Dahlback et M. Limback.** Effect of quenching rate on the α -to- β phase transformation structure in zirconium alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 322(2-3):p.p 138–151. 2003.

[21] **H. M. Flower.** Microstructural development in relation to hot working of titanium alloys. *Materials Science and Technology*, 6:p.p 1082–1092. 1990.

[22] **S. L. Semiatin, V. Seetharaman et I. Weiss.** Hot workability of titanium and titanium aluminum alloys—an overview. *Materials Science and Engineering :A*, 243(1-2):p.p 1–24. 1998.

- [23] **S. Suri, G. B. Viswanathan, T. Neeraj, D. H. Hou et M. J. Mills.** Roomtemperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy. *Acta Materialia*, 47(3):1019–1034, 1999.
- [24] **R. Ding, Z. X. Guo et A. Wilson.** Microstructural evolution of a ti-6al-4v alloy during thermomechanical processing. *Materials Science and Engineering.A*, 327(2):p.p 233–245. 2002.
- [25] **N. Vanderess.** Morphologie et déformation à chaudde microstructures lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane. Thèse doctorat, Ecole Nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2008.
- [26]**C. S. Smith.** A History of Metallography. The University of Chicago Press,1960.
- [27] **Fan, J. K., Li, J. S., Kou, H. C., Hua, K. & Tang, B.** The interrelationship of fracture toughness and microstructure in a new near β titanium alloy Ti–7Mo–3Nb–3Cr–3Al. *Mater. Charact.***96**, 93–99, 2014
- [28]**S. M. C. van Bohemen, J. Siestma et S. van der Zwaag.** Experimental observations elucidating the mechanisms of structural bcc-hcp transformationsin beta-ti alloys. *Physical Review B*, 74. 2006.
- [29]**D. Bhattacharyya, G. B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer et H. L. Fraser.** The role of crystallographic and geometrical relationships between α et β in an α/β titanium alloy. *Acta Materialia*, 51(16):4679–4691. 2003.
- [30] **D. Shechtman et D. Eylon.**On the unstable shear in fatigued beta-annealedti-11 and imi-685 alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 9(7):1018–1020, 1978.
- [31] **E. Sarah Kumar Menon, H.I. Aaronson,** Nucleation , Growth , and Overall Transformation Kinetics of Grain Boundary Allotriomorphs of Proeutectoid Alpha in Ti-3.2 At . Pct Co and Ti-6.6 At . Pct Cr Alloys, *Metall. Trans.* (17):1703–1715. 1986
- [32] **Appolaire, B., Héricher, L. & Aeby-Gautier, E.** Modelling of phase transformation kinetics in Ti alloys – Isothermal treatments. *Acta Mater.***53**, 3001–3011.2005

- [33] **Salib, M. et al.** Influence of transformation temperature on microtexture formation associated with α precipitation at β grain boundaries in a β metastable titanium alloy. *Acta Mater.* **61**, 3758–3768, 2013.
- [34] **Sun, Z., Guo, S. & Yang, H.** Nucleation and growth mechanism of α -lamellae of Ti alloy TA15 cooling from an $\alpha+\beta$ phase field. *Acta Mater.* **61**, 2057–2064, 2013.
- [35] **H. Fujii.** Continuous Cooling Transformation Characteristics of $\alpha + \beta$ Titanium Alloys, Nippon Steel Tech. Rep. p.p 74–79, 1994.
- [36] **H.I. Aaronson, G. Spanos, R.A. Masamura, R.G. Vardiman, D.W. Moon, E.S.K. Menon.** Sympathetic nucleation: an overview, *Mater. Sci. Eng. B.* **32**, 1995
- [37] **Tang, B., Kou, H., Zhang, X., Gao, P. & Li, J.** Study on the formation mechanism of α lamellae in a near β titanium alloy. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* **26**, 385–390.2016.
- [38] **V.N. Moiseyev,** Advances in Metallic Alloys. Titanium alloys: Russian aircraft and aerospace applications, 1st ed., CRC Press, 2006.
- [39] **Furuhara, T., Takagi, S., Watanabe, H. & Maki, T.** Crystallography of grain boundary α precipitates in a β titanium alloy. *Metall. Mater. Trans. A* **27**, 1635–1646, 1996.
- [40] **Bhattacharyya, D., Viswanathan, G. B. & Fraser, H. L.** Crystallographic and morphological relationships between β phase and the Widmanstätten and allotriomorphic α phase at special β grain boundaries in an α/β titanium alloy. *Acta Mater.* **55**, 6765–6778,2007.
- [41] **Obasi, G. C., Biroasca, S., Quinta da Fonseca, J. & Preuss, M.** Effect of β grain growth on variant selection and texture memory effect during $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti–6 Al–4 V. *Acta Mater.* **60**, 1048–1058,2012.
- [42] **E. Gamsjäger,** Diffusional phase transformation and deformation in steels, *Comput. Mater. Sci.* **2002**.
- [43] **F.Lanny,** Étude de la transformation martensitique et de la reversion de l'alliage PuGa 1at.%. Thèse de doctorat, Université de Lorraine.2015

- [44] **M. Cohen, G.B. Olson and P.C. Clapp**, On the classification of displacive phase transformations, Proc. ICOMAT-79, MIT Press .1979
- [45] **E.Gauthier**, Déformation par transformation martensitique. Cours IPSI. 2001.
- [46] **S.Banerjee and P. Mukhopadhyay**, Phase Transformations, Volume 12 - 1st Edition. 2007.
- [47] **M. Wechsler, D. Lieberman, T. Read**, On the theory of the formation of martensite, Transactions of the American Institute of Mining , Volume 197 Page 1503
- [48] **J. . Bowles and J. . Mackenzie**, The crystallography of martensite transformations I *Acta Metall.*, vol. 2, no. 2, pp. 129–137. 1954.
- [49] **E.C. Bain**, The nature of martensite, Transactions of the American Institute of Mining, Volume 70, pages 25-46. 1924.
- [50] **K.Bhattacharya**,, Microstructure of materials. Oxford materials. 2003
- [51] **K.Bhattacharya**, Theory of martensitic microstructure and the shape-memory effect. California Institute of technology. 1999
- [52] **R.A. Grange, H.M. Stewart**, The Temperature Range of Martensite Formation. Transactions of the American Institute of Mining, Volume 167 Pages 467-490. 1946
- [53] **A.F. Acton, M. Bevis**, *A generalised martensite crystallography theory*, Materials Science and Engineering, Volume 5 Pages 19-29.1969
- [54] **N.D.H Ross, A.G Crocker**, A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels, *Acta Metallurgica*, Volume 18 Pages 405-418. 1970
- [55] **A.L. Roytburd**, Elastic domains and polydomain phases in solids, *Phase Transitions: A Multinational Journal*, Volume 45 Pages 1-34. 1993
- [56] **AG. Khachaturyan**, The theory of structural transformations in solids, John Wiley & Sons New York. 1983
- [57] **J.M. Ball and RD. James**, Fine phase mixtures as minimizers of energy, *Arch Mech*, Volume 100 page 13-52. 1987.
- [58] **D. Srivastava, S. Banerjee and S. Ranganathan**, THE CRYSTALLOGRAPHY OF The BCC to HCP (orthohexagonal) Martensitic transformation in dilute Zr-Nb alloys: Part I: Lattice Strain and Lattice Invariant Shear, *Trans. Indian Inst. Met.* Vol.57, No. 3, pages. 205-223.2004
- [59] **A. Kelly and G.W Groves**. *Crystallography and Crystal Defects*, Longman, London. 1970

- [60] **C.M. Wayman**, Crystallography of Martensitic Transformations, The MacMillan Company, New York.1964
- [61] **S. Banerjee**, Martensitic Transformation in Zirconium-Niobium Alloys, Ph.D. Thesis, IIT, Kharagpur. 1973
- [62] **M.J Blackburn**, Proc the Science Technology and Application of Titanium, Oxford, Pergamon Press. 1970
- [63] **A.G Crocker**, Proc Deformation Twinning, , Gordon and Breach Science Publishers, New York and London 25. 1964.
- [64] **D.L Douglas**, The Metallurgy of Zirconium, IAEA, Vienna. 1971.
- [65] **G. Friedel**, Contribution à l'étude géométrique des macles, dans Bulletin de la Société française de Minéralogie, vol. 43, 1920
- [66] **R. H. Ericksen, R. Taggart and D. H. Polonis**, Acta metall. 1969
- [67] **J.C. Williams, D.H. Pollonis and R. Taggart**, *The Science, Technology and Applications of Titanium*, eds R.I. Jaffee and N. Pfomisel, Pergamon Press, London, p. 733. 1970
- [68] **J.HADAMARD**, Leçons sur la propagation des ondes et les équations de l'hydrodynamique, chapitre 6, Hermann Paris.1903
- [69] **J.M. Ball and RD. James** Proposed experimental tests of a theory of a fine microstructure, Phil, Trans, Royal society of London. 1992
- [70] **K. Bywater and J.W. Christian**, Martensite transformation in Titanium- Titanium alloys, Phil Mag. 1972
- [71] **C. Lexcellent**, Les alliages à mémoire de forme, Lavoisier, Paris. 2013
- [72] **Z.S. Basinki and J.W. Christian**, Experimentson the martensitic transformation in single crystals in indium-thallium alloys, Acta metal. 1954.
- [73] **C. Hammond and P.M. Kelly**, The Cristallography of titanium alloy martensites, Acta Metall., 17, 869. 1969
- [74] **C.Leyens, M.Peters** , Titanium and titanium Alloys: Fundamentals and applications, Wiley-VCH, Weinheim. 2003
- [75] **H. Güleriyüz, E.Atar, F.Seahjani and H.Çimenoğlu**, An Overview on Surface Hardening of Titanium Alloys by Diffusion of Interstitial Atoms, Diffusion Foundations Vol. 4.2015

[76] **Wang, Y., Ma, N., Chen, Q., Zhang, F., Chen, S.L. and Chang, Y.A.** JOM, 57(9), 32. 2005