

10/04

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie



*Projet de fin d'études*

Pour l'obtention du diplôme  
d'ingénieur d'état en Métallurgie

**TRAITEMENTS SUPERFICIELS PAR  
LASER DES ALLIAGES DE TITANE  
T40, TA6V, DU ZIRCALOY-4 ET DE  
L'ACIER 45SI7**

Proposé et dirigé par :

Mr N. MESRATI  
Mr A.B. VANNES

Etudié par :

Mr M.L.HATTALI

Année universitaire 2003-2004

E.N.P 10, Avenue Hassen-Badi, EL HARRACH, ALGER

الملخص ان المعوقات التي تخص القطع الميكانيكية في حالة الشغل جعلت طريقة معالجة السطوح حلا لا بديل له في نسق الإنتاج هاته المعالجات تعمل على رفع مقاومة المعادن (الاحتكاك التاكل التاكسد)

ان دراستنا تقوم على تقسية الفولاذ خلاط التيتان و زركالو-4 باستعمال الليزر و هذا عن طريق التحول التاصلي في الحالة الصلبة بدون اسهام المادة تعتبر هذه الدراسة فريدة من نوعها فيما يخص استعمال هذا النوع من الليزر (ليزر ديود)

كما اننا قمنا بدراسة مدى تأثير بعض العوامل (عدد المرات سرعة تنقل اشعة الليزر) على مستوى المعوقات باستعمال طريقة الاسهم لم تفتنا الفرصة في دراسة مدى تأثير عدد المرات على المنطقة المصابة حراريا كما اننا استغلنا نفس الظروف لدراسة و التعرف على مختلف الطبقات المتأكسدة.

**الكلمات المفتاحية** الليزر المعوقات الفولاذ خلاط التيتان زركالو-4

**RESUME :** Les contraintes de plus en plus sévères auxquelles sont soumises les pièces mécaniques en services ont fait des traitements de surface des étapes souvent indispensables dans les gammes de fabrication. Ces traitements permettent d'améliorer les propriétés superficielles du matériau afin d'augmenter sa résistances aux sollicitations rencontrées (frottement, érosion, corrosion,...).

Les aciers, alliages de titane et le zircaloy-4 sont très utilisés dans le domaine spatial, dans l'industrie aéronautique et dans celle du génie chimique. Notre étude est basée essentiellement sur le durcissement en phase solide sans apport de matière sur un laser à diode, bien que cette expérience est d'une originalité exceptionnelle pour ce qui concerne l'utilisation de ce type de laser. On a étudié l'influence de quelques paramètres (Nombre de passes, vitesses du déplacement de la source laser...etc) sur l'évolution des contraintes résiduelles par la méthode de la flèche, ainsi que l'influence du nombre de passes sur la profondeur de la ZAT (Zone Affectée Thermiquement). Vu que le titane réagit très fortement à l'oxygène et à l'azote de l'air, on a saisi cette occasion pour étudier et identifier les différentes couches d'oxydes formés.

**MOTS CLES :** laser, contraintes, aciers, alliages de titane et le zircaloy-4.

**SUMMARY :** The increasingly severe stresses to which the machine elements in services are subjected made surface treatments of the often essential stages in the manufacturing ranges. These treatments make it possible to improve the surface properties of material in order to increase its resistances to the request S ren countered (friction, erosion, corrosion...).

Steels, alloys of titanium and the zircaloy-4 are very much used in the space field, the aircraft industry and that of chemical engineering. Our study is based primarily on hardening in solid phase without matter contribution on a laser with diode, although this experiment is of an exceptional originality concerning the use of this type of laser, one tried to study the influence of some parameters (a Number of master keys, speeds of the displacement of laser source... etc) on the evolution of the residual stresses by the method of the arrow, as well as the influence of the number of master keys on the depth of the ZAT (Thermically Affected Zone). Considering titanium very strongly reacts to the oxygen and nitrogen of the air one A seizes this occasion to study and identify the various oxide coatings formed.

**KEY WORDS :** laser, stress, steels, alloys of titanium and le zircaloy-4.

## Remerciements



*Je remercie tout d'abord Dieu le tout puissant de m'avoir donné la foi, la volonté et le courage afin d'arriver à faire ce modeste travail.*

*Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de projet, Monsieur NADIR MESRATI pour avoir dirigé mes recherches durant les six mois de stage, aussi pour son aide, ses critiques, ses conseils et ses suggestions sur le plan scientifique.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur D. TRÉHEUX, Directeur du laboratoire STMS du département de LTDS de m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'Ecole Centrale de Lyon.*

*Mes remerciements vont également à mon co-directeur de projet Monsieur A.B. VANNES pour sa précieuse aide et conseils durant une période de mon stage car malheureusement il a dû interrompre son travail pour raison de santé. je lui souhaite un prompt rétablissement.*

*Je suis honoré que Monsieur M.E. DJEGHEL ait accepté de présider mon jury.*

*Je tiens à exprimer ma gratitude à Messieurs M. LARIBI, H. YOUSFI d'avoir accepté de participer au jury.*

*Je ne saurais oublier de remercier Madame C. LANGLADE-BOMBA, Messieurs B. COQUILLET et B. BAUGIRAUD de m'avoir aidé par leurs conseils, et leur savoir faire dans la réalisation de certaines analyses.*

*Que tous les étudiants de la 5<sup>ème</sup> année du département de métallurgie, soient assurés de ma plus vive sympathie pour l'amitié et l'encouragement qu'ils m'ont témoigné pendant la durée de mon stage et à qui je souhaite une bonne continuation.*

*Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la formation de ce travail.*

MERCI BEAUCOUP

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents,*

*A mes sœurs et frère,*

*A mes neveux et nièces*

*A toute ma famille,*

*A mes amis, Achour, Zakaria, Zoheir, Said*

*Nadir, Farouk et Sami*

*A tous ceux à qui je dois tous*

## TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	8
<b>PARTIE THEORIQUE</b> .....	10
<b>CHAPITRE I : TRAITEMENT THERMIQUE</b> .....	11
<b>SUPERFICIEL PAR LASER</b>	
I.1. Introduction.....	12
I.2. Historique.....	12
I.3. Le rayonnement laser.....	13
I.3.1. Propriétés du rayonnement laser.....	13
I.3.1.a. Une lumière directionnelle.....	14
I.3.1.b. Une lumière monochromatique.....	14
I.3.1.c. Une lumière cohérente.....	14
I.4. Interaction matière-rayonnement.....	14
I.4.1. Emission spontanée.....	15
I.4.2. Emission stimulée.....	15
I.4.3. Absorption.....	15
I.5. Paramètres d'interaction matière-laser.....	16
I.5.1. Paramètres liés au faisceau laser.....	16
I.5.2. Facteurs liés à l'environnement.....	17
I.5.3. Paramètres liés au matériau.....	18
I.6. L'effet d'interaction laser- matière.....	18
I.6.1. Effet thermique.....	18
I.6.2. Effet photochimique.....	19
I.6.3. Effet mécanique.....	19
I.6.4. Application des différents types d'effet d'interaction laser-matière.....	19
I.7. Principe physique du fonctionnement d'un laser.....	19
I.7.1. Inversion de population et pompage optique.....	20
I.7.2. Les faisceaux impulsions.....	22
I.7.2.1. Les faisceaux pulsions et continus.....	22
I.7.3. La technologie laser.....	23
I.7.3.1. Description d'un laser.....	23
I.8. Différents types de laser pour traitements superficiels.....	24
I.8.1. Le laser à CO <sub>2</sub> .....	24
I.8.2. Le laser Nd <sup>3+</sup> -YAG.....	24
I.8.3. Le laser à excimère.....	24
I.8.4. Le laser à diode.....	24
I.9. Procèdes de traitement superficiel.....	24
I.9.1. Les traitements en régime thermique.....	25
I.9.2. Estimation des effets superficiels.....	26
I.9.3. Température de surface.....	26
I.9.4. Gradient thermique.....	27
I.10. Les différents traitements de surface par laser.....	27
I.10.1. Durcissement en phase solide.....	28
I.10.2. Refusion.....	28
I.10.3. Alliages de surface.....	28
I.10.4. Revêtement.....	29

I.11. Conclusion partielle : pourquoi utilise-t-on le laser.....	29
<b>CHAPITRE II : PROPRIETES DES ALIAGES DE TITANE ET LES ACIERS</b> .....	<b>30</b>
II.A. Le matériau titane.....	31
II.A.1. Historique.....	31
II.A.2. Le titane à l'état naturel.....	31
II.A.3. Transformation allotropique.....	31
II.A.4. Propriétés physiques du titane.....	32
II.A.4.1. Structure électronique.....	32
II.A.4.2. Structure cristallographique.....	32
II.A.4.3. Masse volumique.....	32
II.A.5. Propriétés chimiques.....	33
II.A.6. Propriétés mécaniques et thermiques.....	33
II.A.7. Transformation de phase.....	33
II.A.7.1. Cristallographie de la transformation de phase.....	33
II.A.8. Les diverses morphologies obtenues.....	34
II.A.8.1. Structures obtenues après traitement dans le domaine $\beta$ .....	34
II.A.8.2. Structures obtenues après traitement dans le domaine $\alpha+\beta$ .....	35
II.A.8.3. Structures obtenues par traitement dans le domaine $\alpha$ .....	36
II.A.9. Caractéristiques principales des différents types d'alliages de titane.....	36
II.A.10. Application des alliages de titane.....	37
II.B. Les aciers.....	38
II.B.1. Quelques rappels sur les aciers.....	38
II.B.2. Constituants des aciers.....	38
II.B.3. Structure des aciers.....	39
II.B.4. Facteurs influençant la structure.....	42
II.B.5. Traitements thermiques des aciers.....	43
<b>CHAPITRE III : CONTRAINTES RESIDUELLES</b> .....	<b>46</b>
III.1. Contraintes résiduelles.....	47
III.2. Différents ordres de contraintes résiduelles.....	47
III.2.1. Les contraintes résiduelles du 1 <sup>er</sup> ordre ( $\sigma_R^I$ ).....	47
III.2.2. Les contraintes résiduelles du 2 <sup>eme</sup> ordre ( $\sigma_R^{II}$ ).....	48
III.2.3. Les contraintes résiduelles du 3 <sup>eme</sup> ordre ( $\sigma_R^{III}$ ).....	48
III.3. Contraintes résiduelles dans les revêtements et les couches traitées thermiquement.....	48
III.4. Différentes causes susceptibles de provoquer les contraintes résiduelles.....	50
III.4.1. Les contraintes résiduelles thermiques.....	50
III.4.2. Les contraintes résiduelles intrinsèques.....	50
III.5. Méthode de détermination des contraintes résiduelles.....	50
III.5.1. Les méthodes non destructives.....	50
III.5.1.a. Diffraction des rayons X et des neutrons.....	50
III.5.1.b. Méthodes ultrasonores.....	51
III.5.1.c. Méthodes magnétiques.....	51
III.5.2. Méthodes destructives.....	51
III.5.2.a. Méthode du trou et de la rosette.....	51
III.5.2.b. Méthode de déflexion ou de courbure.....	52
III.6. Méthode de calcul théorique des contraintes résiduelles.....	53
III.6.1. Calcul théorique de la flèche.....	53

<b>PARTIE PRATIQUE</b> .....	55
<b>CHAPITRE IV : ETUDE EXPERIMENTALE</b> .....	56
<b>RESULTATS</b>	
IV.1. Laser utilisé.....	57
IV.1.1. Le système utilisé et ses caractéristiques.....	57
IV.1.2. Ajustement des paramètres.....	58
IV.1.3. Notation portant sur les lasers.....	59
IV.2. Principe de fonctionnement de la diode laser ROFIN DL X06.....	59
IV.3. Matériaux utilisée.....	60
IV.4. Etude des contraintes résiduelles.....	60
IV.4.1. Matériaux et dispositif de mesure.....	60
IV.4.2. Variation des contraintes résiduelles.....	64
en fonction de la vitesse de déplacement	
IV.4.3. Variation des contraintes résiduelles.....	66
en fonction de nombre de passes	
IV.4.4. Conclusion.....	70
IV.5. Traitement superficiel par laser.....	71
IV.5.1. Préparation de la surface à traiter.....	71
IV.6. Paramètres du traitement.....	72
IV.7. Caractérisation physico-chimiques des matériaux.....	73
IV.7.1. Observation macroscopique.....	73
IV.7.2. Observation au Microscope Optique.....	73
IV.7.2.a. Préparation métallographique des échantillons.....	73
IV.7.2.b. L'observation au microscope optique.....	74
IV.7.2.c. L'observation au microscope électronique à balayage.....	74
IV.7.3. Conclusion.....	75
IV.8. Mesure de dureté.....	76
IV.8.1. Propagation des fissures.....	76
IV.8.2. Influence du nombre de passes sur la microdureté.....	77
IV.8.3. Conclusion.....	79
IV.9. Observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	79
IV.9.1. Observation de la surface.....	79
IV.9.2. Analyse chimique.....	80
IV.9.2.1. Echantillon ET7.....	81
IV.10. Analyse par diffraction des rayons X.....	84
IV.10.1. Le titane T40.....	84
IV.10.2. Acier 45 Si 7.....	86
IV.10.3. Synthèse des résultats d'analyse X.....	86
IV.10.4. Conclusion.....	87
IV.11. Estimation de la température à la surface.....	88
IV.11.1. Résultats.....	88
IV.11.1.a. Acier 45 Si 7.....	89
IV.11.1.b. Le titane T40.....	92
IV.11.2. Synthèses des résultats.....	94
■ <b>CONCLUSION ET SUGGESTIONS</b> .....	97
■ <b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	98

# INTRODUCTION

## INTRODUCTION GENERALE

Les traitements thermiques superficiels des pièces mécaniques sont destinés à améliorer leur résistance à la fatigue ou/et à l'usure en durcissant les zones superficielles par des apports thermiques suffisamment brefs et localisés pour confiner les effets structuraux. Les cycles thermiques associés visent soit un chauffage rapide localisé d'austénitisation en phase solide (typiquement quelques secondes au-delà de 800 °C) suivi de trempe naturelle ou forcée, soit une refusion superficielle suivie du refroidissement permettant l'évolution structurale désirée.

A coté de ces traitements par seul apport thermique, se développent aussi des traitements avec refusion superficielle en présence d'un matériau d'apport sous forme de prédépôt ou poudre projetée.

Nous n'aborderons dans notre travail que la famille des traitements sans matériau d'apport, en nous attachant essentiellement au durcissement en phase solide par un laser à diode.

L'essor de ce procédé est lié à ses avantages techniques et économiques :

- disponibilité (délai de mise en œuvre) et souplesse de la source.
- cycles rapides et non polluants autorisant le traitement en chaîne de fabrication.
- qualité des pièces traitées en ce qui concerne la reproductibilité du durcissement.
- possibilité de contrôler l'épaisseur affectée par l'oxydation.

Le développement plus particulier de ces traitements dans l'industrie d'automobile et aérospatiale et même médicale a conduit à doubler l'effort et produire des lasers encore puissants et performants, tel que le laser à diode qu'on a utilisé dans nos travaux.

Notre étude est basée essentiellement sur le durcissement en phase solide sans apport de matière sur un laser à diode, bien que cette expérience est d'une originalité exceptionnelle pour ce qui concerne l'utilisation de ce type de laser, on a essayé d'étudier l'influence de quelques paramètres (Nombre de passes, vitesses du déplacement de la source laser... etc) sur l'évolution des contraintes résiduelles par la méthode de la flèche, ainsi que l'influence du nombre de passes sur la profondeur de la ZAT (Zone Affectée Thermiquement) et la possibilité de formation de différentes couches d'oxydes dans le cas du titane.

A partir des objectifs visés, on a essayé de structurer notre étude comme suit :

**1- Introduction** : position du problème, présentation du sujet et orientations.

**2- Chapitre I** : étude bibliographique concernant les lasers, les traitements superficiels et l'influence de quelques paramètres sur la qualité des pièces ainsi obtenues.

**3- Chapitre II** : généralités sur les propriétés des alliages de titane et de l'acier, matériaux présentant un intérêt particulier dans ce domaine de traitement de surfaces.

**4- Chapitre III** : contraintes résiduelles, formation et méthodes de détermination

**5- Chapitre IV** : techniques expérimentales, équipements et matériaux employés dans nos essais. Différents résultats obtenus suivis de quelques conclusions partielles.

# PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I  
TRAITEMENT THERMIQUE SUPERFICIEL PAR LASER

## TRAITEMENT THERMIQUE SUPERFICIEL PAR LASER

### I.1. Introduction

La modification des propriétés de surface des matériaux dans le but d'améliorer la résistance soit aux agressions physico-chimique extérieures (corrosion) soit aux sollicitations de type mécanique (usure), remonte à la nuit des temps. Cette recherche, peut se fonder sur la mise en œuvre des techniques les plus modernes, comme l'utilisation des faisceaux de haute énergie, tels que les lasers, en tant que véhicule d'énergie thermique ou thermomecanique.

Les principes physiques de la réalisation des faisceaux laser font que l'énergie est concentrée et donc que les sources d'énergie sont des vecteurs naturellement bien mieux adaptés à la réalisation de traitement de surface étendue. Ce dernier type de traitement est nécessaire pour améliorer la résistance à la corrosion, alors que les premiers peuvent suffire à optimiser la résistance à l'usure ; c'est donc cet aspect que nous nous proposons de développer en élargissant à l'analyse des effets de ces traitements sur les propriétés mécaniques en générale (dureté, contraintes résiduelles, résistance à la fatigue, tests d'usure...).

La spécificité des sources lasers : irradiance élevée (comprise entre  $10^3$  et  $10^9$  W/cm<sup>2</sup>), transfert d'énergie très rapide (de l'ordre de  $10^{-13}$  s), sur des profondeurs de quelques dizaines de nanomètres, temps d'interaction très variables (typiquement de quelques nanosecondes à quelques secondes), font que la quasi-totalité des traitements superficiels peut être réalisée à l'aide de cette technique, citons par exemple :

- Les traitements en phase solide, essentiellement le durcissement superficiel ; voisin des trempes haute fréquence, il se distingue par ses capacités d'autotrempe et par sa flexibilité.
- Les traitements avec passage à l'état liquide. Avec ou sans changement de la composition ; les propriétés résultant de l'affinage de la microstructure, de l'apparition de solutions solides sursaturées, de la formation de phases métastables, voir amorphes, de la fabrication de nouveaux alliages présentant des microstructures interdendritiques très fines ou de structure complexe (revêtements) à partir de la fusion de pré-dépôts ou de l'injection de poudre dans le faisceau.

### I.2. Historique

Les travaux fondamentaux d'Albert Einstein qui posèrent les bases théoriques pour la réalisation des MASERS (Microwaves Amplification by Stimulated Emission of Radiation) datent de plus de 50 ans. En effet, c'est en 1917 qu'il a publié ses fameux travaux sur l'absorption et l'émission de lumière où il mentionne les différences entre émission spontanée et émission stimulée.

En 1954, Townes, Gordon et Zeiger construisent le premier oscillateur MASER à NH<sub>3</sub> à émission stimulée et trois ans plus tard, le premier amplificateur MASER dans le

domaine des ondes millimétriques est réalisé presque simultanément par Bloebergen aux états unis et par Prokhorov et Bassou en union soviétique.

Le principe de l'amplification électronique quantique est étendu au domaine optique (laser) dans les travaux de Townes et Schawlow. Ainsi, il est montré la possibilité théorique de produire de la lumière cohérente par émission stimulée dans un résonateur optique. En 1960, Maiman (état unis) réalise le premier oscillateur laser dans un cristal de rubis et la même année, le premier laser à gaz voit le jour, réalisé par Javan et Bemet. En 1958 déjà, Basov propose un laser à semi conducteur (diode laser à injection) qui se réalisera en 1962 parallèlement dans les laboratoires de Général Electric, IBM et au MIT [1].

Le pas important du développement d'une diode laser continue fonctionnant à température ambiante, telle qu'elle se trouve actuellement dans tout lecteur CD, a été franchie seulement en 1970. Les premiers lasers à colorant, à pompage optique ont été développés en 1966, quasiment simultanément par Schafer en Allemagne et par Sorikin aux EU.

Aujourd'hui encore, de nombreuses recherches visent à réaliser des sources compactes, sans entretien dont on puisse faire varier à volonté la fréquence, la puissance, la forme des impulsions et la structure du faisceau. L'usage de certains lasers très réponsus dans les années 1960 à 1980 est progressivement abandonné au profit de systèmes au rendement plus élevé jugés plus facile d'emploi et de maintenance réduite. Par exemple, le laser  $\text{Nd}^{+3}$  YAG : pompé par diode.

### I.3. Le rayonnement laser

#### I.3.1. Propriétés du rayonnement laser

Le rayonnement lumineux n'est autre qu'une onde électromagnétique de longueur d'onde  $\lambda$  et de fréquence  $\nu$ , grandeurs reliées par la vitesse de propagation de la lumière dans le vide  $c = \lambda \cdot \nu = 3 \cdot 10^8$  m/s. Le spectre lumineux s'étend de l'infrarouge ( $1000 \text{ um} > \lambda > 0.76 \text{ um}$  ;  $10^{11} \text{ Hz} < \nu < 4 \cdot 10^{14} \text{ Hz}$ ) au visible ( $0.76 \text{ um} > \lambda > 0.36 \text{ um}$  ;  $4 \cdot 10^{14} \text{ Hz} < \nu < 8.3 \cdot 10^{14} \text{ Hz}$ ), et à l'ultraviolet ( $0.36 \text{ um} > \lambda > 0.0001 \text{ um}$  ;  $8.3 \cdot 10^{14} \text{ Hz} < \nu < 3 \cdot 10^{17} \text{ Hz}$ ).

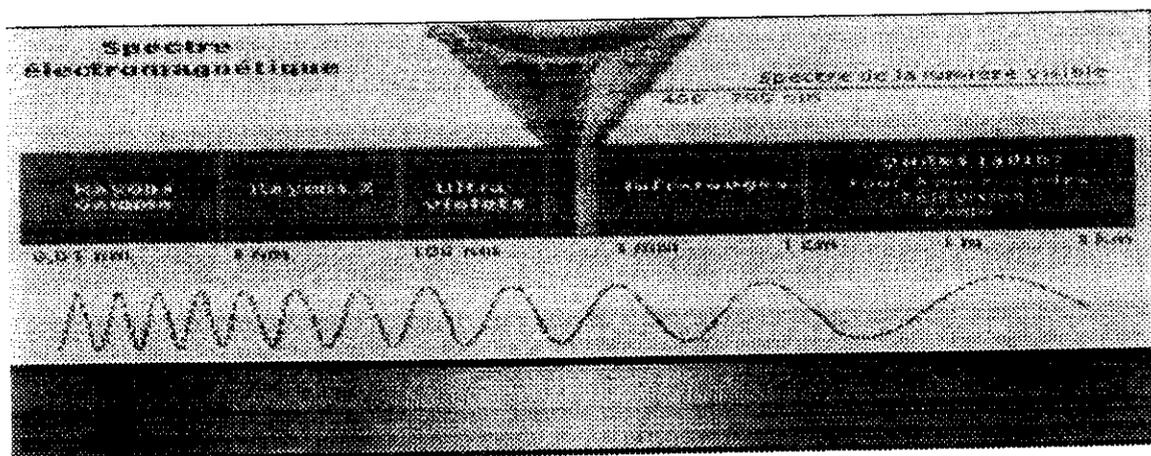


Figure I.1 : Le spectre électromagnétique de la lumière [2].

Le laser est une source lumineuse possédant des propriétés particulières qui le distinguent des sources traditionnelles.

### ***1.3.1.a. Une lumière directionnelle***

Alors que les sources lumineuses conventionnelles (soleil, lampe...) émettent dans toutes les directions, c'est-à-dire, une lumière divergente, les lasers peuvent émettre un faisceau extrêmement fin, qui diverge très peu. Ce faisceau est donc directionnel.

### ***1.3.1.b. Une lumière monochromatique***

Un bon nombre de sources intenses d'usage courant ne sont pas monochromatique. Par exemple, la décomposition du rayonnement solaire à l'aide d'un prisme montre que son spectre lumineux couvre tout le domaine visible et s'étend même bien au delà. Son étalement en fréquence est très important et prend typiquement la valeur  $\Delta\nu = 10^{14}$  Hz. Au contraire, le rayonnement laser se caractérise par une bande de longueur très étroite, on parle de lumière monochromatique.

### ***1.3.1.c. Une lumière cohérente***

Il s'agit de la propriété la plus importante du faisceau laser, qui est elle-même la résultante des autres caractéristiques.

Le rayonnement d'une source conventionnelle est de plus incohérent. En effet, chaque atome émet une onde qui ne présente a priori aucun lien de phase avec celle de ses voisins, même les plus proches et le rayonnement est spatialement incohérent. De plus, la phase des trains d'onde émis successivement par le même atome est aléatoire. Il en résulte une absence de cohérence temporelle.

Contrairement au rayonnement conventionnel le rayonnement laser possède une propriété importante à savoir la cohérence. Ainsi les rayons lumineux sont émis en phase, tel un régiment militaire marchant au pas. Ce caractère ordonné de la lumière laser permet de la générer de la diriger de la faire converger et de la propager.

## **1.4. Interaction matière-rayonnement**

L'interaction du rayonnement avec la matière est un sujet qui recouvre la plupart des domaines de la physique et de la chimie mais aussi de nombreuses autres disciplines [1].

L'interaction des photons avec la matière est un phénomène complexe qui fait intervenir de nombreux processus. D'après le modèle de l'atome de Bohr, un atome est constitué d'un noyau positif formé par les protons et les neutrons, et d'un nuage d'électrons de charge négative sur des orbites spécifiques autour du noyau. Toutes ces trajectoires permises des électrons correspondent à des énergies discrètes, et l'ensemble des niveaux d'énergies permises constitue le schéma de niveaux de l'atome. Le passage d'électron d'un niveau  $E_n$  supérieur à un niveau  $E_m$  inférieur, l'atome subit une modification de son énergie d'une quantité  $(E_n - E_m)$  qui correspond à une émission d'un photon d'énergie  $h\nu$  [1, 3].

Entre deux niveaux  $E_n$  et  $E_m$  plusieurs interactions différentes peuvent se produire:

### 1.4.1. Emission spontanée

Dans le processus d'émission spontanée, un atome transite spontanément du niveau supérieur  $E_1$  vers le niveau inférieur  $E_0$  en émettant un photon d'énergie  $h\nu = (E_1 - E_0)$  (figure 2.a). Le niveau 1 se dépeuple donc au profit du niveau 0.

L'émission spontanée est un processus désordonné, au caractère aléatoire, par exemple elle donne naissance à un rayonnement dont toutes les directions de propagation sont équiprobables [1].

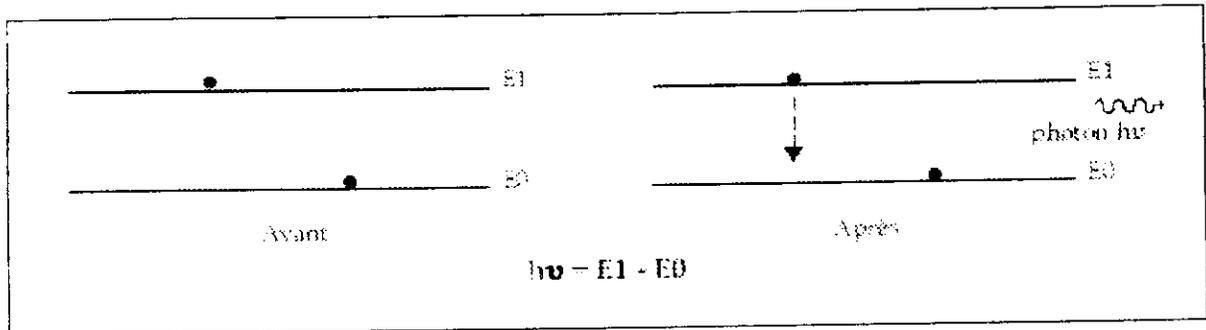


Figure 1.2.a : Emission spontanée [4].

### 1.4.2. Emission stimulée

Le processus d'émission stimulée (induite) est la base du fonctionnement des lasers. Lors de l'émission stimulée, un photon d'énergie  $h\nu$  induit la désexcitation d'un atome du niveau 1 sur le niveau 0. Celle-ci s'accompagne de l'émission d'un photon de caractéristiques identiques à celle du photon inducteur, même fréquence, même direction de propagation et même état de polarisation. Le faisceau incident de lumière s'enrichit en photons identiques et il y a amplification de la lumière.

Le photon créé par émission induite possède les mêmes propriétés que le photon déclencheur (fréquence, direction de propagation, état de polarisation). Ces caractéristiques sont à la base de la cohérence des faisceaux laser [3,5].

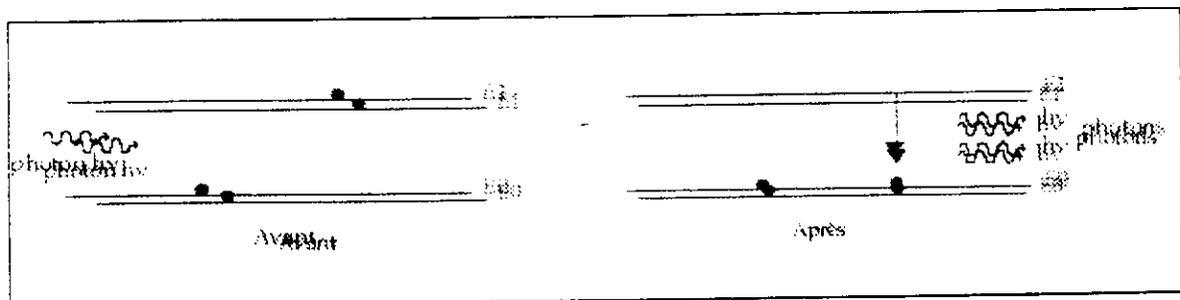
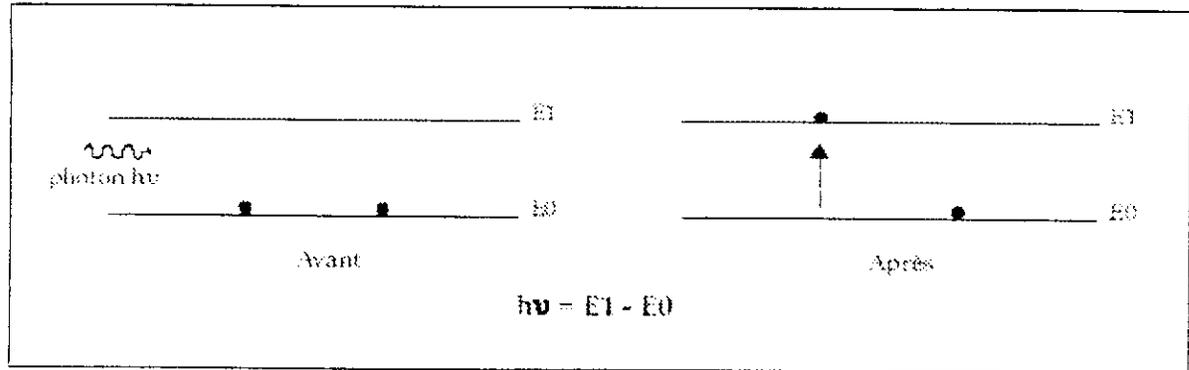


Figure 1.2.b : Emission stimulée [4].

### 1.4.3. Absorption

Dans le processus d'adsorption, un atome de niveau 0 atteint le niveau 1 en absorbant un photon d'énergie  $h\nu$  : le niveau 1 se peuple aux dépens du niveau 0 figure (3.c).



**Figure 1.2.c :** Phénomène d'absorption [4].

### 1.5. Paramètres d'interaction matière-laser

Les paramètres régissant l'interaction laser-matière sont nombreux. Les effets produits dépendent :

1. de la source laser ;
2. du matériau ;
3. de l'environnement ;

#### 1.5.1. Paramètres liés au faisceau laser

Ce sont essentiellement ; le facteur énergétique, facteur lié à la longueur d'onde du faisceau et facteur lié à l'angle d'incidence [6].

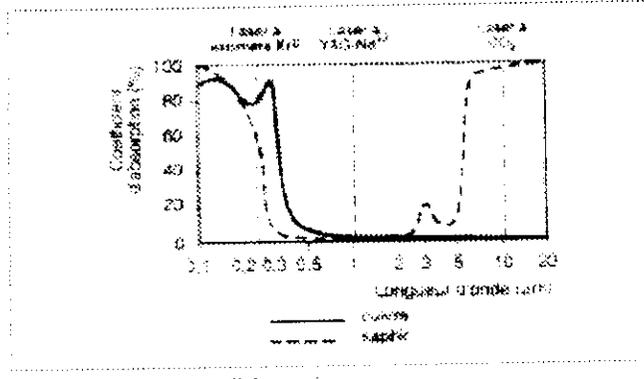
##### 1.5.1.a. Facteur énergétique

Au dessous d'une intensité critique spécifique du matériau et de l'atmosphère, le coefficient d'absorption pour des surfaces métalliques polies se situe entre 2 et 20 %.

Par exemple, dans le cas d'un acier de construction, la valeur du coefficient à 1900 k° est de 14 % environ dans l'air.

##### 1.5.1.b. Facteur lié à la longueur d'onde du faisceau

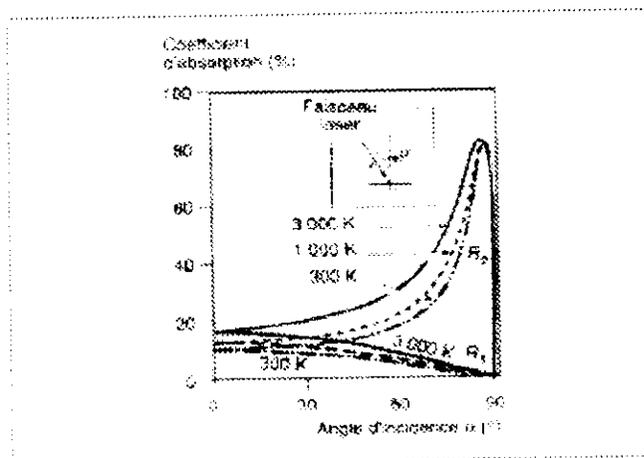
La figure (I.3) représente l'évolution de l'absorption pour un métal (cuivre) et pour un matériau isolant (saphir), l'énergie du faisceau laser à CO<sub>2</sub> est mal absorbée par les céramiques (saphir). Pour la plupart des matériaux métalliques, l'absorption est très grande pour les longueurs d'onde de laser à excimères, à savoir de l'ordre de 80 % au lieu de 5 % dans le domaine de l'IR.



**Figure 1.3 :** Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde des faisceaux laser [6].

### 1.5.1.c. Facteur lié à l'angle d'incidence

L'absorption de l'énergie du faisceau laser par une surface métallique polie varie suivant l'angle d'incidence du faisceau (figure 4). Pour un angle Brewster, l'absorption du rayonnement dans la direction parallèle au plan d'incidence  $R_p$  est maximale et celle dans la direction perpendiculaire au plan d'incidence  $R_s$  est nulle (effet Brewster).



**Figure 1.4 :** Coefficient d'absorption en fonction de l'angle d'incidence du faisceau laser pour une surface polie [6].

### 1.5.1.d. Facteur lié à la vitesse de balayage du faisceau

Différents travaux ont montré qu'il y a une relation entre les valeurs du coefficient d'absorption et la vitesse de balayage du faisceau laser. La température atteinte varie en sens inverse de la vitesse de balayage.

### 1.5.2. Facteurs liés à l'environnement

Selon les applications, le milieu environnant peut être le vide, un gaz spécifique ou de l'air. Ce milieu peut intervenir par sa température, sa pression, son activité chimique, sa nature optique, sa nature ionique.

### 1.5.3. Paramètres liés au matériau

#### 1.5.3.a. Etat de surface

L'absorption dépend de l'état de surface (rugosité). A titre d'exemple, pour une rugosité de  $R_a = 1 \mu\text{m}$ , on a un coefficient d'absorption  $A = 0.085$  et pour  $R_a = 25 \mu\text{m}$ ,  $A = 0.18$ .

#### 1.5.3.b. Couches absorbantes

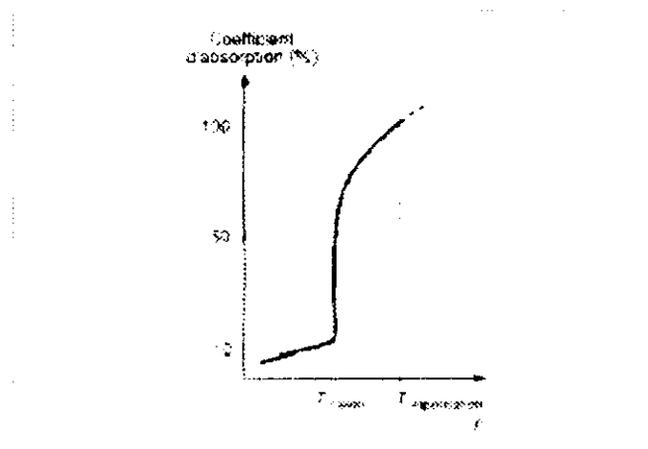
Ce sont des couches qui sont déposées sur la surface du matériau afin d'améliorer le pouvoir absorbant et d'assurer la stabilité du couplage faisceau laser-matière et ils sont en général de couleur noire ou grise. Les revêtements les plus utilisés sont : peinture noire, poudre d'oxyde métallique, graphite colloïdal, etc....

#### 1.5.3.c. Structure et composition chimique

Dans un solide, il y a de nombreuses discontinuités (lacunes, dislocations, joints de grain) qui font diminuer la réflexion du matériau et influencent donc le processus d'absorption par leur présence et leur évolution au cours des traitements par laser.

#### 1.5.3.d. Température

Le coefficient d'absorption d'un métal peut varier considérablement avec la température, il peut passer d'un facteur 2 à 5 dans l'intervalle de température usuel pour des traitements de surface par laser (figure 1.5).



**Figure 1.5 :** Coefficient d'absorption en fonction de la température pour un acier inoxydable [6].

## 1.6. l'effet d'interaction laser-matière

L'interaction laser-matière a pour conséquence l'excitation des électrons au voisinage de la surface du matériau par absorption des photons incidents suivie de la relaxation en un temps très court ( $10^{-12}$  s) de ces électrons induisant les trois effets : thermiques, photochimiques et l'effet mécanique [6, 7].

### 1.6.1. Effet thermique

L'effet thermique se produit par propagation de la chaleur dans le matériau conduisant au chauffage, à la fusion ou à la vaporisation du matériau selon la densité de puissance ( $10^2$  à  $10^8 \text{ W/cm}^2$ ) pour des temps d'interaction variant de la microseconde à la

seconde. Ces effets thermiques sont utilisés pour les traitements de surface réalisés en phase solide ou liquide (durcissement, formation d'alliage, la découpe, le soudage...).

### ***1.6.2. Effet photochimique***

Cet effet, provoque des perturbations des liaisons interatomiques pouvant altérer les propriétés chimiques du solide, du gaz ou l'interface solide gaz. Dans le cas où l'énergie des photons est de l'ordre de l'énergie des liaisons en surface (cas du traitement des polymères ou gravure du silicium en présence de chlore par laser excimères).

### ***1.6.3. Effet mécanique***

Dans le cas de l'utilisation des lasers impulsionnels (laser à  $\text{CO}_2$  et  $\text{YAG-Nd}^{+3}$ ) et dans des gammes de densité de puissance élevée ( $> 10^8 \text{ W/cm}^2$ ) et de temps d'interaction très courts ( $< 1 \mu\text{s}$ ), les effets prédominants induits par l'interaction sont intenses et se détendent dans l'espace en exerçant une pression sur la surface. Il en résulte la formation d'une onde de choc qui se propage dans le matériau et induit une déformation plastique et une mise en contrainte de la matière impactée (amélioration de la tenue en fatigue du matériau).

### ***1.6.4. Application des différents types d'effet d'interaction laser-matière***

Les effets d'interaction laser-matière, offrent un champ d'application très vaste dans de nombreux secteurs industriels: l'aéronautique, l'automobile, la microélectronique, la mécanique ou encore le secteur médical. Dans le cadre des traitements de surfaces métalliques, le traitement peut alors être [8]:

1. Purement thermique en phase solide (trempe des aciers), liquide (refusions des aciers), ou avec vaporisation (nettoyage, décapage, marquage);
2. Thermique avec apport de matière (formation d'alliages ou de dépôts);
3. Photochimique (dépôt, gravure);
4. Mécanique (mise en compression de la surface par choc laser).

## **1.7. Principe physique du fonctionnement d'un laser**

A partir de la découverte du phénomène d'émission induite, des physiciens ont pensé pouvoir créer un amplificateur de lumière en provoquant une cascade d'émissions induites. Supposons en effet que les atomes d'un gaz se trouvent très majoritairement dans un état excité. En basculant spontanément vers son état fondamental, un atome va émettre un photon. Ce photon a une probabilité non nulle de rencontrer sur son chemin un atome dans un état excité et induire ainsi l'émission d'un deuxième photon et ainsi de suite. Si l'on maintient confiné le rayonnement suffisamment longtemps dans un espace réduit, par un jeu de miroirs par exemple, le rayonnement va très vite être fortement amplifié [9].

Pour parvenir à provoquer une telle avalanche d'émissions induites, il faut cependant remplir deux conditions :

1. Les atomes du gaz doivent se trouver initialement dans un état excité.
2. Ils doivent rester dans cet état suffisamment longtemps de façon à ce qu'un photon incident induise la transition vers l'état fondamental, accompagnée de l'émission d'un photon.

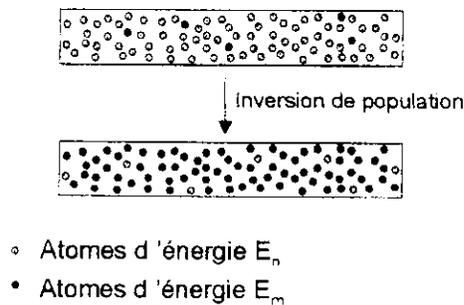
Or, si l'on note par  $N(E_n)$  et  $N(E_m)$  (avec  $E_m > E_n$ ) le nombre d'atomes dans un gaz se trouvant respectivement dans l'état d'énergie  $E_n$  et  $E_m$  alors Boltzmann a montré que :

$$\frac{N(E_n)}{N(E_m)} = \exp\left(\frac{E_m - E_n}{kT}\right) \quad (I.1)$$

Où  $T$  est la température du système et  $k$  la constante de Boltzmann. Il s'ensuit que pour des températures « normales »  $N(E_m)$  est toujours très inférieur à  $N(E_n)$  et que le phénomène d'émission induite est négligeable comparativement à l'émission spontanée. Les atomes excités reviennent donc à l'état fondamental bien avant qu'un photon ait pu induire une émission.

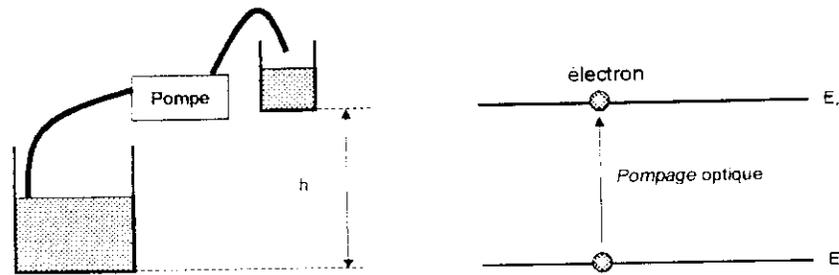
### 1.7.1. Inversion de population et pompage optique

Pour pouvoir amplifier significativement le rayonnement, il faut faire en sorte que le nombre d'atomes dans l'état d'énergie  $E_m$  (que l'on appelle aussi la population d'atomes dans l'état  $E_m$ ) soit supérieur à celui des atomes se trouvant dans l'état d'énergie inférieure  $E_n$ , c'est-à-dire qu'il est nécessaire de forcer les atomes du gaz à ne pas tendre vers leur inclination naturelle et à s'accumuler vers les niveaux de plus basse énergie. Ce processus s'appelle l'inversion de population dans le sens où il s'agit d'inverser la proportion naturelle d'atomes se trouvant dans les états  $E_m$  et  $E_n$ . Pour y parvenir, il faut fournir de l'énergie aux atomes pour que, pendant un temps suffisamment long, la population d'énergie  $E_m$  soit plus nombreuse que la population d'énergie  $E_n$  [10, 11].



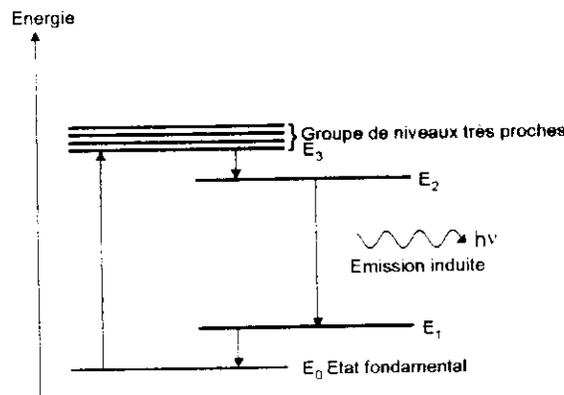
**Figure I.6 :** Illustration du concept d'inversion de population [9].

Par analogie avec une masse d'eau qui, par pompage, acquiert de l'énergie potentielle, le mécanisme qui permet l'inversion de population est appelé pompage optique.



**Figure I.7 :** Analogie entre pompage et pompage optique : dans les deux cas on accroît par des moyens extérieurs le niveau d'énergie.

Pour ce faire, on chauffe le gaz de façon à ce que les atomes passent majoritairement dans un état excité. Cependant, une fois la population d'atomes inversée, les atomes d'énergie élevée ont tendance à revenir, par émission spontanée à leur état d'énergie initial. La méthode utilisée pour maintenir suffisamment longtemps les atomes dans un état excité réside dans le choix d'un gaz présentant des niveaux d'énergie très particuliers. Typiquement, les atomes sélectionnés possèdent un groupe d'états excités à des niveaux d'énergie très proches et deux niveaux intermédiaires entre ce groupe d'états et l'état fondamental.



**Figure I.8 :** Exemple typique de répartition des niveaux d'énergie d'un gaz utilisé dans un LASER.

Le groupe d'états proches, joue le rôle de « réservoir » d'énergie : avant de passer à l'état  $E_2$ , les transitions entre les niveaux d'énergie du groupe d'états maintiennent l'atome excité suffisamment longtemps. L'énergie de la transition de  $E_3$  à  $E_2$ , de faible valeur est dissipée sous forme thermique. Finalement, le groupe d'états et la transition de  $E_3$  à  $E_2$  sont là pour maintenir l'atome le plus longtemps possible dans un état excité. C'est là que réside la clé de la réussite du pompage optique. Plus ces transitions retarderont le passage à l'état  $E_2$  et plus l'inversion de population sera réussie [9, 10, 11].

Enfin, l'atome bascule de l'état  $E_2$  à  $E_1$  soit par émission spontanée, soit par émission induite. Si l'inversion de population est importante et si l'on fait en sorte que le rayonnement à l'intérieur du gaz y reste suffisamment longtemps, alors l'émission induite devient

prepondérante au détriment de l'émission spontanée : l'amplification du rayonnement est alors en marche !

L'existence de la dernière transition, de  $E_2$  à  $E_1$ , ne doit pas être négligée : par sa rapidité, elle permet effectivement d'éviter que les photons émis par émission induite ne soient absorbés par les atomes se trouvant dans l'état fondamental, ce qui ruinerait les efforts entrepris pour provoquer l'émission induite.

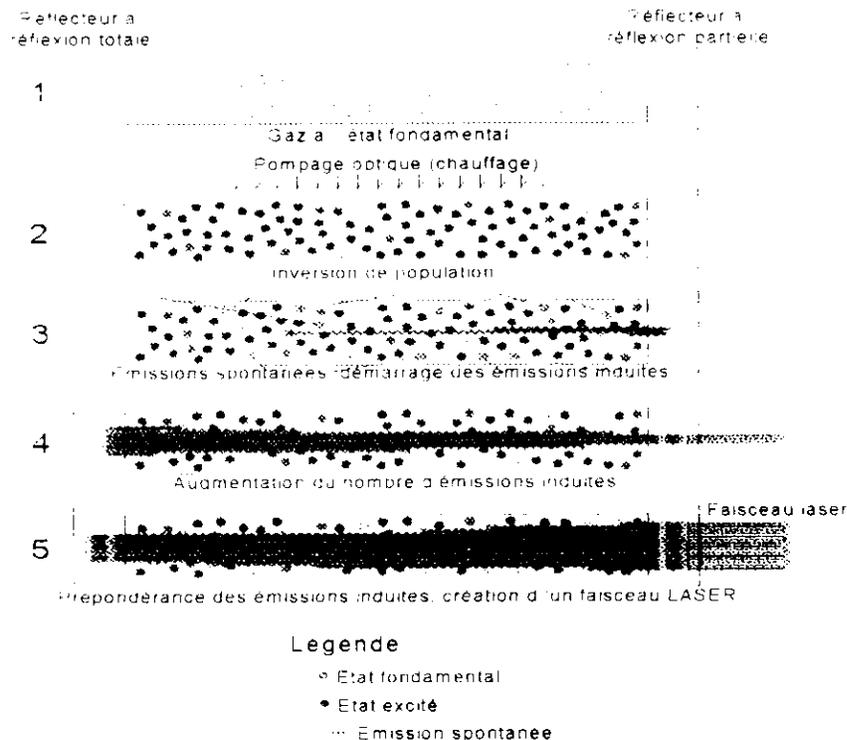


Figure 1.9 : Principe de base des mécanismes d'un LASER [9].

## 1.7.2. Les faisceaux impulsionsnels

### 1.7.2.1. Les faisceaux pulsionnels et continus

Si la source d'énergie excite en continue les particules du milieu actif, des atomes seront excités à chaque instant et l'inversion de population restera au dessus de la valeur seuil qui permet l'émission du rayonnement laser. Ce dernier sera donc continu et sa puissance constante. L'étendue de puissance de sortie de ce type de laser va du mW à 50 KW.

Le pompage peut aussi être réalisé de manière discontinue, l'énergie envoyée par la source dans l'oscillateur laser l'est par intermittence. Dans ce cas, l'inversion de population n'est pas réalisée à chaque instant et le rayon laser est produit de manière discontinue, sous forme d'impulsions extrêmement brèves et intenses. On parle alors de laser impulsionsnel.

Pour ces derniers, il faut distinguer la puissance de sortie, valeur moyenne qui prend en compte les intervalles de temps entre chaque impulsion et la puissance de crête qui correspond à la puissance maximale atteinte lors d'une impulsion, délivrant leur énergie sur des temps très courts (picoseconde, voir femtoseconde). Certains lasers impulsionsnels utilisés pour la recherche, permettent d'atteindre des puissances de crête extrêmement élevées de

l'ordre de plusieurs tétra watts de manière générale, les lasers permettent d'atteindre des puissances moyennes plus élevées.

### 1.7.3. La technologie laser

#### 1.7.3.1. Description d'un laser

D'une façon générale, le laser est composé d'un milieu actif, d'un élément permettant de pomper l'énergie à l'intérieur du milieu, et de deux miroirs, placés de part et d'autre du milieu actif, dont l'un transmet une partie des ondes réfléchies [4].

- **Le milieu actif** : il est constitué de particules (atomes, ions ou molécules) pouvant émettre un rayonnement optique et qui se prête bien à la réalisation de ce que nous appelons une inversion de population par laquelle nous pourrions peupler un niveau excité de façon privilégiée par rapport au niveau fondamental.

- **La source d'énergie** : elle sert à exciter le milieu actif c'est-à-dire à obtenir une inversion de population. Cette action, que nous appelons pompage, peut se faire notamment par :

- Décharge électrique dans un gaz (cas d'un laser  $\text{CO}_2$ ) : c'est le pompage électrique.
- Eclairs de tubes flash ou au moyen d'un autre laser (cas d'un laser YAG) : c'est le pompage optique.
- Réaction entre deux substances chimiques : c'est le pompage chimique.

- **Une cavité résonante** : la cavité est le milieu lasant (gaz, cristal...). Cette cavité est constituée de deux miroirs disposés de part et d'autre du milieu actif. Les miroirs forment une cavité résonante optique qui est le siège d'oscillations électromagnétiques continues à la fréquence de l'émission laser.

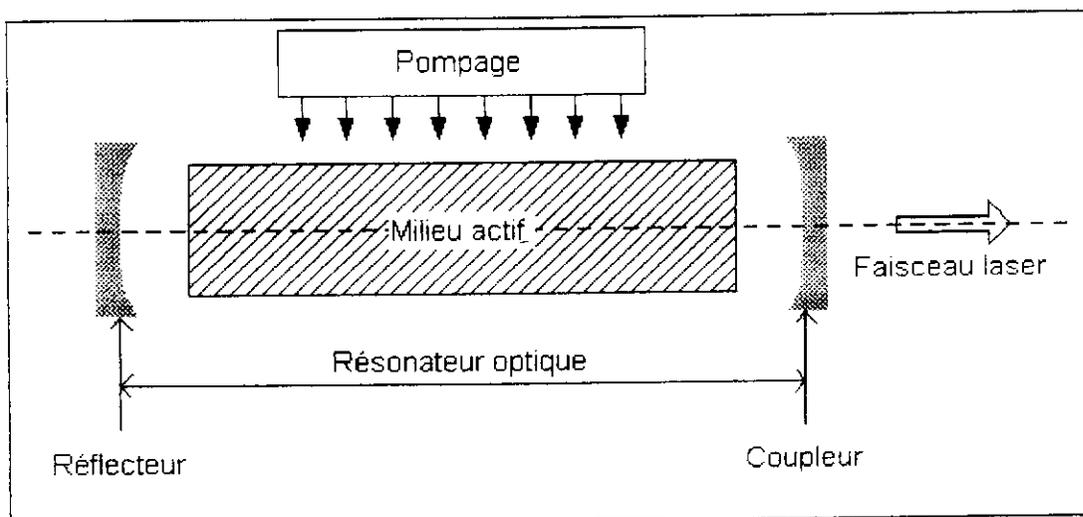


Figure I.10 : Schéma de principe d'un laser [12].

## **1.8. Différents types de laser pour traitements superficiels [6]**

### ***1.8.1. Le laser à Co<sub>2</sub>***

Dans les lasers à Co<sub>2</sub>, le milieu amplificateur est à l'état gazeux, le plus souvent un mélange de gaz carbonique ( $\approx 40\%$ ) et d'hélium ( $\approx 50\%$ ). Les longueurs d'onde d'émission sont principalement à 9.6  $\mu\text{m}$  et 10.6  $\mu\text{m}$  (IR lointain). C'est le plus employé des lasers industriels du fait:

1. des fortes puissances accessibles (jusqu'à 43 KW);
2. de son faible coût de fonctionnement;
3. de sa fiabilité industrielle acquise depuis plus longtemps que pour les autres types de source.

### ***1.8.2. Le laser YAG-Nd<sup>3+</sup>***

Il s'agit d'un laser dont le milieu amplificateur est à l'état solide dit YAG (grenat d'aluminium et d'yttrium Y<sub>2</sub> Al<sub>3</sub> O<sub>7</sub>) dopé au néodyme et émettant, en mode continu ou pulsé, un rayonnement de longueur d'onde de 1.06  $\mu\text{m}$ . L'avantage principal de la technologie Nd - YAG réside dans la possibilité de transporter le faisceau laser par fibre optique (grande souplesse d'utilisation). Le faisceau est également mieux absorbé par les substrats métalliques environ trois fois que dans le cas où un faisceau à 10.6  $\mu\text{m}$  (laser à Co<sub>2</sub>) est utilisé. L'inconvénient principal reste le coût d'utilisation.

### ***1.8.3. Le laser à excimère***

Le milieu amplificateur est un gaz constitué de molécules n'existant qu'à l'état électronique excité, et ce sont des combinaisons diatomiques entre un atome de gaz rare et un atome de gaz halogène, par exemple ArF\*, KrF\* ou XeF\* (l'astérisque indique qu'il s'agit d'un état excité de la molécule).

Ce laser, fonctionne exclusivement en mode impulsif (au voisinage de 20 ns de durée d'impulsion à quelques kilohertz) en émettant dans l'UV entre 0.15 et 0.4  $\mu\text{m}$  de longueur d'onde. Ces lasers, délivrent en général un faisceau de section rectangulaire présentant une répartition d'énergie quasi uniforme [6,13].

### ***1.8.4. Le laser à diode***

De développement industriel récent, le laser à diode offre des rayonnements continus jusqu'à 3 KW de puissance. Son intérêt est le faible encombrement de la tête laser, un rayonnement (920 nm) mieux absorbé par les éléments métalliques et un faisceau de dimensions rectangulaires qui permettent les revêtements larges. Dans le cadre de ce projet, nous nous intéressons exclusivement au laser à diode.

C'est un laser dont le milieu actif est un cristal semi-conducteur constitué d'atomes neutres arrangés dans le réseau cristallin correspondant au matériau considéré.

## **1.9. Procèdes de traitement superficiel**

La quasi totalité des traitements lasers sur des pièces métalliques repose sur l'effet thermique. Cependant, le développement de nouvelles sources laser avec des temps d'interaction très courts et les applications de ces traitements de surface aux polymères et céramiques ont favorisé la mise au point de nouveaux traitements basés alors sur des effets mécaniques ou photochimiques [6, 7, 13].

Dans notre étude, on s'intéresse uniquement aux traitements de trempe superficielle qui consistent à chauffer le substrat au-dessus de son point de transformation sur une certaine épaisseur et de le refroidir rapidement. Le refroidissement est assuré par la pièce elle-même (effet de puits thermique) et / ou un dispositif extrême (jet d'air, d'eau...).

Il y a compétition entre le flux calorifique apporté à la surface et le flux calorifique absorbé par la masse de la pièce (diffusion thermique). Si le flux calorifique apporté est faible, il faut chauffer longtemps ; une part importante des calories diffuse dans le substrat et la couche trempée est épaisse. A l'inverse, si la surface est soumise à un flux important, un temps court suffit pour atteindre la température de trempe, la diffusion thermique est limitée comme l'est l'épaisseur de la couche trempée [14].

### ***1.9.1. Les traitements en régime thermique***

Comme nous l'avons rappelé dans le paragraphe I.3.4.1, un traitement par faisceau de haute énergie se caractérise par différents facteurs, à savoir :

- Le coefficient d'absorption  $A_\lambda$

On définit le coefficient d'absorption (ou couplage)  $A_\lambda$ , qui est le rapport de la puissance absorbée et de la puissance incidente et qui peut être relié aux paramètres optiques de la surface par la relation:

$$A_\lambda = 1 - R_\lambda = 4 n_\lambda / (n_\lambda + 1)^2 + k_\lambda^2 \quad [I.2]$$

Avec:

$R_\lambda$  : coefficient de réflexion à longueur d'onde incidente

$n_\lambda, k_\lambda$  : indices optiques du matériau à la longueur d'onde incidente  $\lambda$ .

- La longueur de pénétration  $l_\lambda$

On définit également la profondeur de pénétration  $l_\lambda$  du rayonnement électromagnétique qui est absorbé selon la loi de Beer-Lambert

$$l_\lambda = \lambda / (4 \cdot \pi \cdot k) \quad [I.3]$$

- Le temps d'interaction  $\tau$
- Le transfert thermique et la longueur de diffusion thermique  $z$  :

En première approximation, on peut définir la profondeur thermique affectée par la relation.

$$Z = (4 \cdot \alpha \cdot \tau)^{1/2} \quad [I.4]$$

$\tau$  : temps d'interaction,  $\tau = 2 \cdot r / v$ .

$\alpha$  : diffusivité thermique du matériau ( $m^2/s$ ).

Les valeurs de  $l_p$  et  $z$  sont données par le tableau ( I.1).

$\lambda$ (um)	0.25	0.9	1.06	10.6
$k_E$	1 à 3	4 à 8	4 à 5	30 à 50
$l_A$ (nm)	10	12	18	20

**Tableau I.1** : valeurs typiques de  $k_E$  et  $l_A$  pour les métaux [13].

- La puissance surfacique ou éclairement  $Q_S$  (W/cm<sup>2</sup>) [14].

Pour un même type de matériaux dont les surfaces sont préparées de la même manière, seuls les paramètres du faisceau laser varient; nous les avons rassemblés dans la formulation

$$Q_S = p \cdot \tau / s \quad [I.5]$$

Avec :

$Q_S$  : l'énergie spécifique qui atteint la surface.

$p$  : la puissance du faisceau laser.

$s$  : la surface éclairée par le faisceau laser .

$\tau$  : temps d'interaction

Ce facteur indiquant si les traitements lasers obtenus sont sans modifications microstructurales ou avec de la surface du matériau. Son niveau dépend, entre autre du rayonnement (en corrélation avec  $A$ ) et des effets recherchés (il est compris entre  $10^2$  et  $10^6$  W/cm<sup>2</sup>).

### 1.9.2. Estimation des effets superficiels

- Vitesse de chauffage et vitesse de refroidissement  $V_c$

Au moment de l'interaction, les photons échangent leur énergie avec les phonons dans la longueur d'absorption donc en extrême surface et ce pendant un temps de l'ordre de  $10^{-13}$  seconde. En première approximation, il est possible d'écrire que [13] :

$$V_c = c A Q_0 \tau^{1/2} \quad [I.6]$$

Avec :

$c$  : Constante expérimentale, fonction du matériau et du système.

Cette vitesse est de l'ordre de  $10^3$  à  $10^5$  K/s, celle de refroidissement est légèrement inférieur tout en restant du même ordre de grandeur.

### 1.9.3. Température de surface

Les températures de surface  $T_s$  dépendent de multiples facteurs qui sont intégrés dans la formule simplifiée suivante :

$$T_s = (A Q_0 / k) (\alpha \tau / \pi)^{1/2} \quad [I.7]$$

Avec :

$k$  : Coefficient de transfert thermique pour les métaux, il est compris entre  $50$  et  $3W.m^{-1}.K^{-1}$ .

### 1.9.4. Gradient thermique

Les relations classiques concernant les transferts thermiques peuvent s'appliquer. Ainsi, dans le cas monodimensionnel, on peut écrire dans une direction perpendiculaire à la surface [6,13] :

$$\Delta T(z,t) = 2/\pi (AQ_0/k\rho C)^{1/2} \tau^{1/2} \operatorname{erfc}(z(\alpha\tau)^{1/2}) \quad [1.8]$$

Avec erfc fonction erreur complémentaire,

- t : temps,
- z : cote en profondeur,
- C : capacité thermique,
- $\rho$  : masse volumique,

Si l'on considère un acier et que l'on se fixe comme objectif de réaliser une trempe superficielle, la profondeur traitée 'e', définie comme le passage au chauffage au-delà de  $A_{c3}$  (température à laquelle la ferrite achève de se transformer en austénite au cours du chauffage) peut s'écrire :

$$e = f(\alpha\tau)^{1/2} \quad [1.9]$$

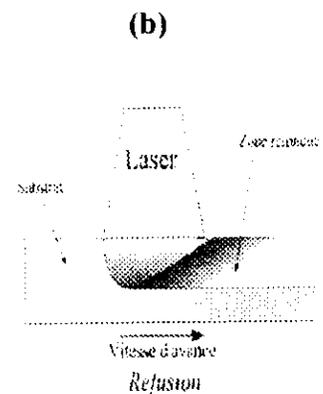
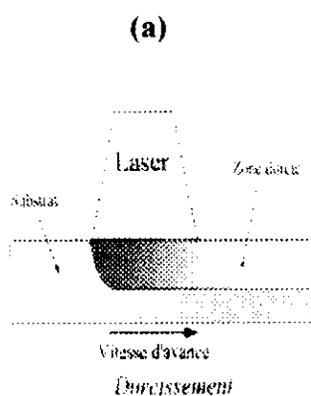
Pour les approches classiques, cela correspond à des profondeurs de quelques dixièmes de millimètres.

## 1.10. Les différents traitements de surface par laser

Les traitements de surface réalisables par laser peuvent être regroupés en 4 procédés :

1. Durcissement en phase solide.
2. Refusions.
3. Alliage.
4. Revêtement

Dans notre étude, nous avons choisi de travailler sur le durcissement en phase solide, pour le grand intérêt qu'elle apporte aux types du matériau utilisé.





**Figure 1.11 :** Les différents traitements de surface par laser.

- Durcissement en phase solide.
- Refusion.
- Alliage de surface.
- Rechargement.

### 1.10.1. Durcissement en phase solide

Ce traitement (figure I.11.a), réalisable sur des matériaux présentant une transformation allotropique, s'applique principalement aux fontes et aux aciers trempables. Il consiste à irradier la surface à durcir de telle manière que celle-ci, tout en restant à l'état solide, soit portée à une température supérieure à la température d'austénitisation. L'auto trempe de la pièce traitée permet alors d'obtenir la formation d'une martensite très fine et très dure en surface. Pour ces types de traitement, réalisés avec des faisceaux largement défocalisés, la répartition d'énergie dans le faisceau est un facteur critique. Le problème étant la faible absorption du rayonnement laser par les fontes et les aciers à l'état solide, l'application d'une couche permettant d'augmenter cette absorption s'avère souvent nécessaire. On utilise généralement des couches de graphite.

### 1.10.2. Refusion

Elle consiste à porter la surface traitée au delà de sa température de fusion et de la resolidifier très rapidement par autotrempe (figure I.11.b). Ceci se fait en utilisant un faisceau offrant une grande densité de puissance (de l'ordre de  $10 \text{ kW/mm}^2$ ) avec des temps d'interaction faisceau/matière très courts et inférieurs à 100 ms. Avec des vitesses de 100 mm/min à 10m/s, ce procédé permet d'obtenir des structures très fines et assez homogènes et apparition de phase hors équilibres.

Ces structures présentent généralement une dureté et une résistance à la corrosion plus élevées que le matériau non traité. Avec ce procédé, le gradient des propriétés chimiques et physiques entre substrat et couche traitée est faible. La refusion est aussi parfois utilisée pour densifier des couches poreuses.

### 1.10.3. Alliage de surface

Le procédé d'alliage de surface, consiste à modifier la composition chimique de la surface traitée par l'apport de nouveaux éléments (figure I.11.c). Ceci peut se réaliser soit par la refusion d'une couche prédéposée par une quelconque méthode, soit par injection de poudre lors du passage du faisceau laser.

#### 1.10.4. Revêtement

Il s'agit ici de créer un nouvel alliage de surface, métalliquement lié au substrat, dans lequel les éléments provenant du substrat ne sont présents qu'en faible quantité.

Ceci s'effectue par apport d'un matériau que l'on fond à la surface du substrat. La technique d'apport la plus commune consiste à injecter des poudres par l'intermédiaire d'une buse (figure I.11.d).

### I.11. Conclusion partielle : pourquoi utilise-t-on le laser ?

Le laser joue un rôle important dans une multitude de procédés industriels, mais ses domaines d'application débordent largement ce secteur [8] :

- Secteur industriel : transformation des matériaux (soudage, perçage, traitements thermiques), électriques, télécommunications, mesures industrielles...
- Secteur médico-chirurgical : ophtalmologie, dermatologie, urologie, gynécologie...
- Secteur militaire : détection (télémétrie, mesures de vitesse, guidage), simulation, neutralisation, destruction...

Pour le domaine qui nous intéresse à savoir traitement de surface par trempe superficielle, l'avantage est basé sur la possibilité d'obtenir des quantités considérables d'énergie sur une surface à traiter très petite ( $10^4 \text{ W/cm}^2$  à  $10^6 \text{ W/cm}^2$  et plus). Ses avantages sont nombreux :

- Précision de la localisation de la zone d'interaction ;
- Possibilité de contrôle des temps d'application de l'énergie ;
- Possibilité de contrôle de l'éclairement et très bonne reproductibilité des paramètres du faisceau ;
- Capacité de travail en atmosphère libre (contrairement aux faisceaux d'électrons) ;
- Facilité de modulation ;
- Vitesse de travail élevée ;

Les lasers à diode permettent notamment une régulation de la puissance moyenne délivrée en agissant directement sur le courant d'alimentation. Fonctionnant en mode continu ou impulsionnel, ils rendent possible l'apport concentré d'une énergie considérable [8,15].

**CHAPITRE II**  
**PROPRIETE DES ALLIAGES DE TITANE ET LES ACIERS**

## Propriétés des alliages de titane et les aciers

### II.A. Le matériau titane

#### II.A.1. Historique

Le titane a été découvert par le moine anglais **Gregor** en 1790. Cependant, sa métallurgie extractive étant très difficile, il a fallu attendre les années 1940 pour que des solutions exploitables industriellement soient établies. Ce n'est qu'en 1950 que le démarrage de l'industrie de titane a commencé [16].

On peut schématiquement séparer les propriétés du titane et de ses alliages en deux classes :

- Celle conditionnée par la nature de sa surface : la résistance à la corrosion est en effet excellente et, associée à une bonne souplesse de mise en œuvre.
- Celle des propriétés mécaniques qui sont élevées et d'un niveau comparable aux aciers ; comme la densité est en revanche plus faible, les alliages de titane sont des matériaux de choix dans l'aéronautique en particulier.

#### II.A.2. Le titane à l'état naturel

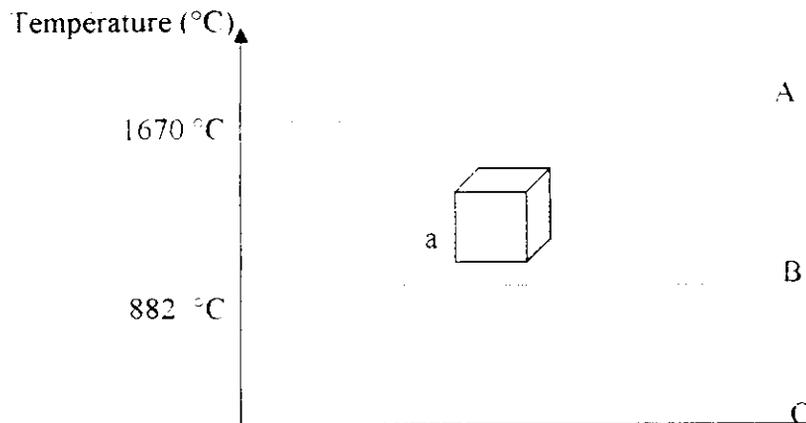
Relativement abondant dans l'écorce terrestre, on extrait le minerai de titane d'un grand nombre de roches et de sables (roches marines, alluvions...). Dans ceux-ci, le métal se trouve principalement sous forme oxydée  $TiO_2$ , cristallisé sous trois formes : l'anatase, la brookite et le rutile, plus rarement sous forme d'anasowite ( $Ti_3O_5$ , structure orthorhombique).

L'anatase a une structure quadratique, elle contient 99 %  $TiO_2$ , avec une faible teneur en fer. La brookite de structure orthorhombique, contient 94 à 99 %  $TiO_2$  et son impureté principale est le silicium. Le rutile quand à lui cristallise sous forme quadratique et a une teneur d'environ 97 % en  $TiO_2$  [17].

#### II.A.3. Transformation allotropique -

Le titane pur est le siège d'une transformation allotropique de type martensitique au voisinage de 882 °C. En dessous de cette température, la structure cristallographique est hexagonale pseudo-compacte (appelé phase  $\alpha$ ) de paramètres  $a = 0.2950$  nm et  $c = 0.4682$  nm ; il s'ensuit que le rapport  $c/a$ , égale à 1.587 est notablement inférieur à la valeur théorique de 1.633 relative à la structure hexagonale compacte classique [16,18].

Au dessus de 882 °C, et jusqu'à sa température de fusion (1670 °C), le titane pur présente la structure stable à haute température, cubique centrée (0.332 nm de paramètre cristallin) qui est appelée phase  $\beta$  (figure II.1).



- A : état liquide.  
 B: phase  $\beta$  cubique centre.  
 C: phase  $\alpha$  hexagonale pseudo-compact.

**Figure II.1** : Cristallographie du titane [18].

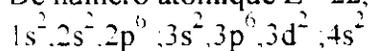
La température de transition  $\alpha \rightarrow \beta$  est appelée transus  $\beta$  ou  $T_\beta$  en abrégé. Pour les alliages, cette température est éminemment variable en fonction des éléments d'addition [17].

#### II.A.4. Propriétés physiques du titane

Le titane, comme ses alliages, présente des caractéristiques résumées comme suit :

##### II.A.4.1. Structure électronique

Le titane est un métal de la colonne IIB de la classification périodique des éléments. De numéro atomique  $Z=22$ , sa configuration électronique est la suivante [18] :



##### II.A.4.2. Structure cristallographique

Le titane pur se présente sous forme cristallisée, avec deux variétés allotropiques  $\alpha$  et  $\beta$ . Le titane  $\alpha$ , stable jusqu'à 882 °C, cristallise dans le système hexagonal compact tandis que le titane  $\beta$  cristallise dans un système cubique centré, moins dense que le précédent, et est stable de 882 °C jusqu'au point de fusion [18,19].

##### II.A.4.3. Masse volumique

La masse atomique du titane est de 47.90 ; sa densité est donc voisine de celle de l'os. La masse volumique d'un cristal Ti  $\alpha$  est de 4.505 g/cm<sup>3</sup>, et celle de la variété allotropique  $\beta$  est de 4.319 g/cm<sup>3</sup> [18,20].

### II.A.5. Propriétés chimiques

Le titane est un métal extrêmement oxydable. Il se place au voisinage de l'aluminium, entre le magnésium et le zinc.

	<i>Titane</i>	<i>Aluminium</i>	<i>Fer</i>	<i>Cuivre</i>
<i>Potentiel standard (V)</i>	-1.75	-1.65	-0.42	+0.52

*Tableau II.2* : Potentiel standard de quelques métaux [33].

L'une des causes de la résistance à la corrosion du titane et de ses alliages est le développement d'une couche sous forme passivée de quelque fraction de micromètre, composé principalement de rutile, mais aussi de TiO et de Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Le titane est très sensible à l'action des gaz. Il a une affinité toute particulière pour l'oxygène. Mais aussi pour l'azote (la cinétique est en revanche plus lente), et pour l'hydrogène (cette réaction est réversible) à température élevée [21].

### II.A.6. Propriétés mécaniques et thermiques

Son module d'élasticité est de 110000 MPa. La conductivité thermique de ce métal est de 21.6 W/m.K, sa diffusivité thermique de  $7.7 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ , sa température de fusion est de 1662 °C et sa chaleur latente de fusion de 5 kcal/mole. De plus sa dilatation thermique est isotrope (le coefficient de dilatation linéaire est de l'ordre de  $12 \cdot 10^{-6}/\text{°C}$ ) [18, 20, 21].

### II.A.7. Transformation de phase

La présence dans le titane et la plupart de ses alliages, de deux structures différentes selon la température, impose l'existence d'une transformation allotropique. Nous allons montrer les particularités de cette transformation en fonction de ses caractéristiques cristallographiques [22].

#### II.A.7.1. Cristallographie de la transformation de phase

La transformation allotropique  $\alpha \leftrightarrow \beta$  du titane, présente les caractères spécifiques de la transformation martensitique. La Cristallographie montre que l'on peut passer de la forme cubique centrée à la forme hexagonale par un faible déplacement (inférieur à une distance inter atomique) de quelques atomes et par un léger réarrangement de ceux-ci : ce mécanisme est caractéristique des réactions sans diffusion.

Dans cette transformation, on a les correspondances suivantes :

Plan  $\{110\} \beta // \{0001\} \alpha$

Direction  $(111) \beta // (1120) \alpha$

Il faut en ajouter que :

- La transformation cc  $\rightarrow$  hc du titane se produit toujours par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique (formation, sans diffusion de phase  $\alpha$  martensitique) suivie

eventuellement, dans le cas des refroidissements lents (de l'ordre de  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) d'une croissance thermiquement activée :

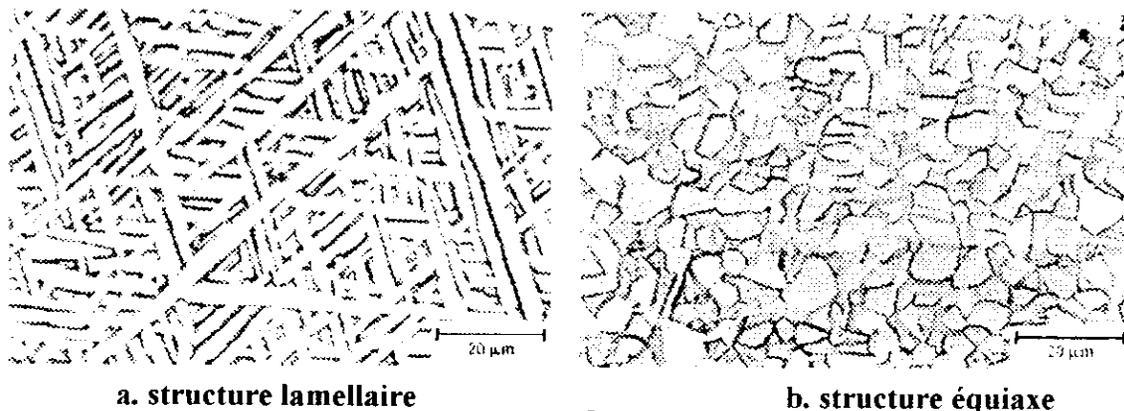
- Les plaquettes  $\alpha$  qui se forment par refroidissement lent ou par transformation isotherme ont avec la phase mère  $\beta$  les mêmes correspondances cristallographiques et les mêmes plans d'accrolement que la martensite obtenue par trempe.
- Bien qu'il existe théoriquement pour un monocristal, de nombreuses orientations possibles après double traversée du point de transformation (41 pour le cycle  $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$  et 57 pour le cycle  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ ), on ne trouve en fait qu'une seule orientation : celle de départ, ce qui caractérise une hérédité cristallographique très forte qui est par exemple mise en évidence lors de l'examen des textures.

#### **II.A.8. Les diverses morphologies obtenues**

Si pour le titane pur, la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  est sans diffusion, il n'en est pas de même pour les alliages.

Pour un alliage de type  $\alpha$  ou  $\alpha + \beta$ , un refroidissement rapide de la phase  $\beta$  conduit à une structure aiguillée fine (morphologie  $\alpha$  aiguillée). Quand la vitesse de refroidissement diminue, le diamètre des aiguilles augmente puis les aiguilles se transforment en lamelles d'épaisseur de plus importante (morphologie  $\alpha$  lamellaire (figure II.3 a).

Par traitement thermomécanique (déformation à chaud ou simple traitement thermique sur structures déformées), on peut briser les lamelles  $\alpha$  et les faire recristalliser en nodules sphériques. On obtient alors la morphologie  $\alpha$  équiaxe (figure II.3 b).



**Figure II.3 :** Exemples de morphologies de TA6V [16].

##### **II.A.8.1. Structures obtenues après traitement dans le domaine $\beta$**

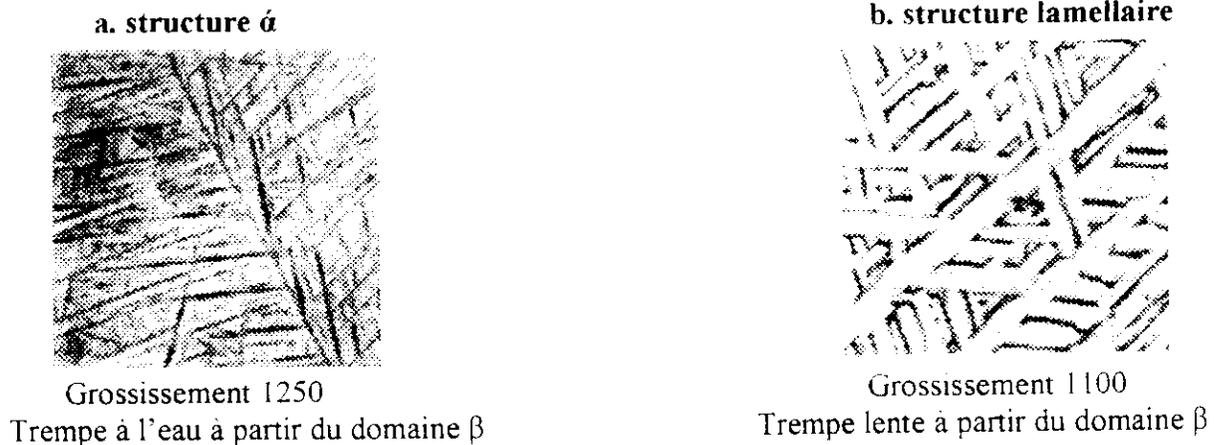
Il faut distinguer 4 cas :

1. *les alliages contenant peu d'éléments betagènes :*

Pour ce type d'alliage, la phase  $\beta$  stable à haute température est susceptible, comme dans le cas du métal non allié, de subir une transformation martensitique au moins partielle, lors d'une trempe énergétique. Dans ce type d'alliage, la phase martensitique obtenue (phase  $\alpha$ ) possède la structure hexagonale du titane mais la composition chimique de la phase  $\beta$  dont

elle est issue : formée sans diffusion, elle est donc hors d'équilibre. Elle est par conséquent apte au durcissement après retour à l'équilibre structural lors d'un maintien à température moyennement élevée. C'est le cycle classique de durcissement par trempe et revenu.

L'observation micrographique, permet de voir l'aspect aciculaire de la martensite, l'orientation des plaquettes  $\alpha$  étant en relation cristallographique avec celle de la phase mère  $\beta$  (figure II.4.a et 4.b).



**Figure II.4 :** Exemples de morphologie que l'on peut obtenir à partir du domaine  $\beta$  [18].

2. *Au delà d'une certaine teneur en élément  $\beta$ agerne :*

Dans ce cas la phase  $\beta$  peut être conservée à l'ambiante à l'état métastable  $\beta_m$  lors d'un refroidissement énergétique. Cette phase  $\beta_m$  peut également être durcie par retour à l'état d'équilibre lors de revenus.

3. *pour des teneurs élevées :*

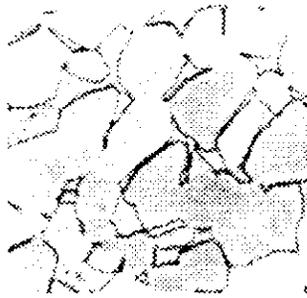
La phase  $\beta$  est fortement stabilisée : on peut distinguer, comme dans le cas des aciers, les alliages mécaniquement stables et instables. Pour ces derniers, la phase  $\beta$  métastable obtenue par trempe se transforme en phase  $\alpha'$  sous l'effet d'une déformation plastique à la température ambiante (martensite mécanique d'écroutissage).

4. *les alliages  $\beta$  parfaitement stables :*

Ce type d'alliage est inapte à tout type de traitement thermique (hormis l'adoucissement des contraintes appliquées).

#### II.A.8.2. Structures obtenues par traitement dans le domaine $\alpha + \beta$

La figure II.5 rassemble des microstructures typiques pour le TA6V :  
Si on fait une trempe rapide depuis le haut du domaine  $\alpha + \beta$ , toute la phase  $\beta$  se transforme en phase  $\alpha$ , dans ce cas il est bien évident que la phase  $\alpha$  ne subira pas de transformation : par contre, sa présence modifiera profondément les mécanismes de germination.  
Cas où le refroidissement est un peu plus lent que précédemment, ce qui a permis une décomposition de la phase  $\beta$  (auto revenu, figure II.5.a).

**a. Structure équiaxe**

Grossissement 1100  
Trempe lente dans le domaine  $\alpha-\beta$

**b. Structure duplex**

Grossissement 1100  
Trempe rapide dans le domaine  $\alpha-\beta$

**Figure II.5 :** Exemples de morphologie que l'on peut obtenir à partir du domaine  $\alpha+\beta$  [18].

**II.A.8.3. Structures obtenues par traitement thermique dans le domaine  $\alpha$** 

Le traitement thermique des alliages de titane a pour base le fait que l'on peut obtenir, par trempe de la phase  $\beta$  stable à haute température, une forme métastable ( $\alpha + \beta_m$ ) qui sera susceptible de modification par retour à l'équilibre structural.

Il s'ensuit donc que les alliages  $\alpha$ , pour lesquels la rétention de la phase  $\beta$  est impossible, ne répondent pas (ou très faiblement) aux traitements thermiques.

Les seuls traitements thermiques qui leur sont applicables sont le recuit dont le but est de relaxer les contraintes ou de recristalliser une structure écrouie en vue d'obtenir une structure d'équilibre stable et homogène.

**II.A.9. Caractéristiques principales des différents types d'alliages de titane**

Le tableau II.1. nous montre quelques caractéristiques des principaux alliages de titane

Type d'alliage	Avantages	Inconvénients
$\alpha$	Bonnes stabilités sous contrainte à chaud et faible allongement de fluage jusque vers 650°C. Bonne soudabilité.	Ductilité au pliage inférieur à celle des alliages $\alpha+\beta$ et considérablement plus faible que celle des alliages $\beta$ . Transformation à chaud demandant plus de puissance mécanique. Peu de réponse aux traitements thermiques.
$\alpha + \beta$ faiblement stabilisé	Caractéristiques mécaniques élevées par traitements thermiques, assez bonne ductilité, y compris au pliage. Bonne stabilité sous contraintes à chaud jusque vers 500°C. Assez bonne résistance à l'oxydation.	Soudabilité fonction de la nuance et du procédé de soudage; ductilité des soudures inférieures à celle des alliages $\alpha$ . Trempabilité limitée. Ductilité au pliage inférieure à celle des alliages $\alpha + \beta$ fortement stabilisés.
$\alpha + \beta$ fortement stabilisé	Excellente ductilité et résistance moyenne à l'état trempé. Possibilité d'obtention de très haute résistance, éventuellement après conformation à froid. Trempabilité élevée.	Moins bonne tenue à l'oxydation et au fluage. Faible stabilité à chaud sous contrainte. Température maximale d'emploi : environ 350°C (sauf certaines nuances 450°C).

**Tableau II.1 :** Quelques caractéristiques des principaux alliages de titane [18].

### II.A.10. Application des alliages de titane

Le titane est un matériau encore peu employé à ce jour. Il peut être considéré comme un matériau encore relativement confidentiel. En effet, sa consommation mondiale en 2000 est estimée à environ 50 à 60 000 t. Son prix moyen est assez élevée. Il est d'environ 18 euros/Kg, soit deux fois celui du nickel, 8 fois celui de l'aluminium et 12 fois celui de l'acier inoxydable, malgré cela, ses applications sont relativement diversifiées et concernent de nombreux secteurs dont les principaux sont [18, 23] :

- ▶ L'énergie, la chimie, la pétrochimie (environ 48 %) : les usines de dessalement et de production de chlore, de chlorate et d'urée, les échangeurs de chaleur, les papeteries, les vannes, les pompes, la robinetterie... etc.
- ▶ L'aéronautique civile (environ 35 %) et l'aéronautique militaire (environ 7%) : pièces moteur, turbines d'hélicoptères, pièces de structure d'aéronefs, éléments de trains d'atterrissages.
- ▶ Le médical (environ 5.5%) : les prothèses de hanches, de rachis, de genoux, les tiges fémorales, agrafes, vis, crochets.
- ▶ Le bâtiment (environ 1%) : matériau de surface.

► Divers ( environ 2% ) : la lunetterie (monture), l'horlogerie (boîtier), pièces de voiture de compétition ( soupape, ressort, culbuteur, bielle ), le militaire ( blindage, canon léger, fusil d'assaut ), le soudage par ultrasons (sonotrode), instrument de musique (flûte)...

## II.B. Les aciers

### II.B.1. Quelques rappels sur les aciers

L'acier est un alliage de fer et de carbone renfermant au maximum 2 % de ce dernier élément. Il peut contenir de petites quantités d'autres éléments incorporés, volontairement ou non, au cours de son élaboration. On peut également y ajouter des quantités plus importantes d'éléments d'alliage; il est considéré alors comme un acier allié. La teneur en carbone de certains de ces aciers alliés peut parfois dépasser 2 % [24].

Contrairement à la fonte, qui contient plus de 2 % de carbone, l'acier est un métal ductile; il peut subir des changements de forme par compression ou extension à chaud ou à froid. Il est caractérisé, en outre, par une propriété fondamentale qui est la raison du développement considérable de ses emplois: il "prend la trempe"[24, 25], c'est-à-dire qu'il est susceptible d'acquérir une grande dureté lorsqu'il est chauffé à une température suffisamment élevée et refroidi à une vitesse assez grande. Cependant, cette propriété ne se rencontre pas dans certains aciers alliés, qui doivent leur utilisation à d'autres caractéristiques. L'acier peut durcir également sous l'effet d'autres traitements que la trempe, par exemple par écrouissage (travail mécanique à froid).

### II.B.2. Constituants des aciers

Rappelons que le fer existe sous deux variétés allotropiques différentes, c'est-à-dire avec deux formes cristallines.

Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, ses atomes sont disposés suivant un réseau cubique centré, c'est-à-dire qu'ils occupent les sommets et le centre d'un cube: on l'appelle alors fer  $\alpha$ . Aux températures supérieures à 910 °C et jusqu'à 1 392 °C, le réseau cristallin est du type cubique à faces centrées, c'est-à-dire que les atomes sont disposés aux sommets du cube et au centre de ses faces. On l'appelle fer  $\gamma$ . Au-dessus de 1 392 °C et jusqu'au point de fusion, à 1 535 °C, le fer retrouve la structure cubique centrée du fer  $\alpha$ : on l'appelle alors fer  $\delta$  pour distinguer son domaine de stabilité. Lors d'un chauffage, la transformation du fer  $\alpha$  en fer  $\gamma$  se fait avec diminution de volume et absorption de chaleur. La transformation inverse se fait avec dilatation [24, 25].

Cette existence des deux variétés allotropiques du fer joue un grand rôle pour les propriétés de l'acier. Le fait essentiel réside dans la différence de solubilité du carbone dans chacune de ces formes. Alors que cette solubilité du carbone est nulle ou extrêmement faible dans le fer  $\alpha$ , elle est notable dans le fer  $\gamma$ , voisine de 2 % à 1 145 °C. Cette solution de carbone dans le fer  $\gamma$  est appelée austénite, tandis que la solution (très diluée: 0,0218 % à 727 °C) dans le fer  $\alpha$  est appelée ferrite. En raison de cette faible solubilité, le carbone forme un troisième constituant, le carbure de fer  $\text{Fe}_3\text{C}$  ou cémentite.

Ainsi, un acier, alliage de fer et de carbone est constitué à la température ordinaire d'un mélange de ferrite et de cémentite. Mais à température plus élevée, alors que le fer  $\alpha$

s'est transformé en fer  $\gamma$ , il comporte un seul constituant, l'austénite. Le chauffage destiné à provoquer cette transformation de l'acier est appelé austénitisation.

La présence du carbone, entraîne d'ailleurs des modifications de la température à laquelle se fait la transformation. Ces modifications sont exprimées dans le diagramme fer-carbone.

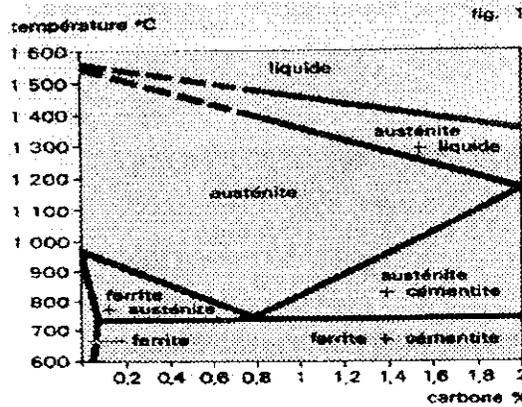


Figure II.6 : Diagramme fer-carbone [24].

*Le diagramme simplifié représente en fonction de la température et de la teneur en carbone les domaines d'existence des différents constituants des aciers.*

Ce schéma fait abstraction du domaine du fer  $\delta$  existant entre 1392 °C et le point de fusion pour les aciers à faible teneur en carbone. Un point remarquable doit être noté, correspondant à la teneur de 0,8 % de carbone. Ce point est dit eutectoïde ; les aciers qui contiennent moins de 0,8 % de carbone sont dits hypoeutectoïdes et ceux qui sont plus carburés, hypereutectoïdes.

Dans les aciers, la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  commence dès 730 °C et se poursuit dans un intervalle de température variable suivant la teneur en carbone. Pour un acier eutectoïde ayant une teneur en carbone de 0,8 %, la transformation entière se produit à 730 °C.

### II.B.3. Structure des aciers

Les aciers sont, à la température ambiante, constitués essentiellement par des mélanges de ferrite et de cémentite. Mais la superposition de ces deux constituants peut prendre des formes très différentes selon les conditions dans lesquelles ils ont pris naissance. Les structures de l'acier peuvent ainsi être extrêmement variées; elles sont aisément mises en évidence par les techniques de la métallographie.

Ces structures dépendent des conditions dans lesquelles l'acier a été refroidi depuis le moment où, chauffé au-dessus du point de transformation, il était constitué par de l'austénite.

En particulier, suivant la vitesse de refroidissement, on peut avoir dans le cas de faibles vitesses, une répartition dans la ferrite de particules très grossières de cémentite, ou, au contraire, dans le cas de plus grandes vitesses, une superposition des deux constituants en éléments extrêmement fins, discernables seulement avec de très forts grossissements. À l'extrême, on peut arriver à une solution de carbone dans une ferrite déformée, solution en état de faux équilibre, puisque la solubilité du carbone dans la ferrite est extrêmement faible; la structure formée est la martensite ; dès qu'un échauffement aura restitué aux atomes de

carbone une certaine mobilité, ils se sépareront de la ferrite sous forme de carbure, tandis que la ferrite retrouvera sa cristallisation cubique centrée normale.

La transformation de l'austénite lors du refroidissement a accompli de grands progrès grâce à l'étude de cette transformation en conditions isothermes à diverses températures. Lorsqu'on prend un échantillon d'un acier chauffé dans le domaine de l'austénite, qu'on le refroidit brusquement à une température inférieure à son point de transformation – par exemple, à 600 °C – et qu'on le maintient à cette température pendant une durée suffisante, on peut suivre, par différentes méthodes, la transformation de l'austénite en fonction du temps. On constate alors que cette transformation débute seulement après un "temps d'incubation" qui dépend de la composition de l'acier et, pour un acier donné, de la température. Il peut être d'une fraction de seconde, de quelques minutes ou de quelques heures. Après cette période d'incubation, la transformation commence par l'apparition de ferrite ou de cémentite, suivant que l'acier est hypo- ou hypereutectoides. Cette formation de ferrite ou de cémentite correspond à un enrichissement ou à un appauvrissement en carbone de l'austénite non transformée. Le phénomène se poursuit jusqu'au moment où le mélange atteint la teneur eutectoïde de 0,8 % de carbone. A partir de ce moment, le constituant formé est un agrégat de ferrite et de cémentite. La transformation continue progressivement jusqu'à ce quelle soit complète.

Sur la figure II.7, on voit qu'à 700 °C la transformation commence, après environ 20 secondes, par un dépôt de cémentite; après 40 secondes, la transformation produit ferrite et cémentite. Vers 300 secondes, il y a 50 % d'austénite transformée et la transformation est complète après une heure environ. Lorsque la température baisse, la transformation est de plus en plus précoce et de plus en plus rapide. Vers 450 °C, elle débute en moins d'une seconde; elle est terminée en 3 à 4 secondes. Aux températures inférieures, elle est de nouveau plus lente.

Au-dessous d'une certaine température désignée par  $M_s$  – dans ce cas vers 190 °C –, la transformation prend un tout autre caractère. Elle n'est plus fonction du temps mais seulement de la température: à chaque température, une certaine fraction de l'austénite est transformée instantanément et il faut encore un abaissement de la température pour provoquer la transformation d'une nouvelle fraction.

L'intérêt de l'étude des transformations isothermes de l'austénite ne réside pas seulement dans l'observation de la cinétique de cette transformation. Elle réside aussi dans la caractérisation des structures obtenues à chacune des températures, structures qui, en raison de l'isothermie de la transformation, sont homogènes. La structure observée après un refroidissement continu est, au contraire, souvent beaucoup plus complexe: elle comporte un mélange des structures élémentaires. Ces structures élémentaires sont les suivantes:

– Par transformation peu au-dessous du point  $A_{c1}$ , on obtient une structure dite perlite globulaire: il s'agit d'une dispersion de globules de cémentite dans la ferrite, la densité de ces globules étant d'autant plus grande que le pourcentage de carbone est lui-même plus élevé. C'est l'état d'équilibre normal entre ferrite et cémentite, vers lequel tend la structure par maintien suffisamment prolongé à une température élevée mais inférieure à  $A_{c1}$ . On la rencontre dans l'acier parfaitement recuit. Elle correspond à la plus faible dureté.

– A de plus basses températures, on a, à côté de la ferrite ou de la cémentite, une perlite lamellaire constituée par des lamelles alternées de cémentite et de ferrite. Ces lamelles sont

d'autant plus fines que la température de transformation est plus basse. Elles finissent par ne plus être perceptibles en microscopie optique. On a alors une structure dite troostite. La dureté de l'acier croît avec la finesse de cette structure perlitique.

Aux températures encore plus basses – disons vers 400 °C – une nouvelle structure, dite bainite, apparaît dont l'éventualité est beaucoup plus fréquente dans les aciers alliés que dans l'acier au carbone. Cette bainite a une apparence aiguillée, elle est aussi d'autant plus fine que la température est plus basse. On distingue parfois une bainite supérieure, assez grossièrement aiguillée et une bainite inférieure qui ne peut plus être micrographiquement résolue. Là encore, la dureté croît en même temps que la finesse des constituants (figure II.7) et de façon relativement considérable. Alors qu'après transformation à 650 °C (perlite lamellaire souvent grossière) la dureté, mesurée avec une machine Rockwell est 25 dans l'échelle C (empreinte réalisée avec un cône en diamant), elle devient 59 à 250 °C, après transformation en bainite inférieure.

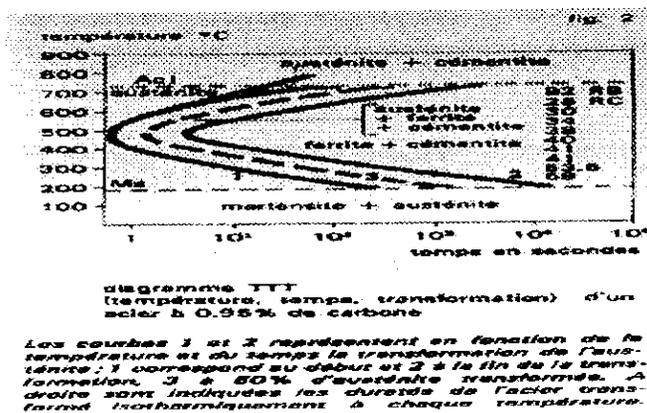


Figure II.7 : La courbe TTT  
d'un acier 0.95% de carbone [24].

Le mode de transformation que nous venons de décrire s'arrête au point dit Ms : comme nous l'avons dit, les processus deviennent alors tout à fait différents et ne dépendent plus du temps, mais seulement de la température. Le constituant formé est alors la martensite, solution métastable de carbone dans une ferrite dont le réseau cubique est déformé et devenu quadratique. Cette martensite est le constituant des aciers trempés ; elle est d'autant plus dure que l'acier est plus carburé. À chaque température, la martensite existe en présence d'une certaine quantité d'austénite non transformée, quantité d'autant plus faible que la température est plus basse. Il existe une température, dite  $M_f$  à laquelle la transformation martensitique est complète ; mais cette température est souvent inférieure à la température ambiante. À moins de traitements spéciaux, il persiste alors, à côté de la martensite, une certaine quantité d'austénite dite résiduelle ; dans certains cas, cette austénite ne peut pas se transformer par refroidissement, même à très basse température, le point  $M_f$  étant inférieur aux températures atteintes.

La martensite est, par nature, instable. Il suffit d'un chauffage et d'un maintien vers 100°C pour qu'elle rejette une très grande partie du carbone qu'elle tient en solution. À mesure de ce rejet, elle revient vers le réseau normal cubique centré de la ferrite. Le carbone ainsi précipité l'est sous forme d'un carbure spécial de formule voisine de  $Fe_3C$ . À plus haute température, ce carbure se transforme lui-même en cémentite  $Fe_3C$ .

L'étude de la transformation isotherme de l'austénite conduit ainsi à la connaissance des constituants pouvant en résulter et des domaines de température dans lesquels ils apparaissent. Mais dans la pratique, les aciers subissent le plus souvent, un refroidissement

continu depuis l'instant où ils sont purement austénitiques. À moins que l'abaissement de la température ne soit assez lent pour que la transformation se fasse tout entière dans le domaine perlitique, ou assez rapide pour que toute transformation soit évitée avant le point Ms, la structure sera plus complexe: on observera la superposition de constituants formés à mesure du passage dans les divers domaines. Ce phénomène est peu sensible avec les aciers au carbone, pour lesquels la transformation est rapide (quelques secondes vers 500 °C), mais devient prépondérant avec les aciers alliés pour lesquels les structures sont souvent extrêmement complexes.

Les courbes de transformation en refroidissement continu sont alors assez notablement modifiées. Si on trace à travers ce diagramme une courbe correspondant à une vitesse déterminée de refroidissement, on relève la suite des transformations successives et la proportion des divers constituants. Ces diagrammes présentent un très grand intérêt pratique.

#### **II.B.4. Facteurs influençant la structure**

Les conditions de la transformation de l'austénite et, par conséquent, la structure d'un acier à la température ordinaire ne dépend pas uniquement de la vitesse de refroidissement. Elles sont fonction, entre autres facteurs, de la composition de l'acier. En effet, un acier même non allié, n'est pas seulement un alliage de fer et de carbone. Il contient une certaine quantité d'autres éléments, ajoutés volontairement au cours de l'élaboration pour répondre à certaines nécessités, ou provenant d'impuretés apportées par les matières premières et qui n'ont pas pu être entièrement éliminées. Il n'est pas rare que la teneur totale en ces éléments dépasse la teneur en carbone de l'acier.

Tous ces éléments, qu'on appelle souvent "oligo-éléments" (à cause de leur faible concentration dans le mélange final), jouent à côté du carbone, un rôle important lors de la transformation de l'austénite et agissent donc sur les propriétés de l'acier. Ils modifient les vitesses de transformation, dans un sens ou dans l'autre mais généralement en les diminuant, c'est-à-dire que les courbes du diagramme TTT sont plus ou moins reportées vers la droite.

La présence d'éléments autres que le carbone est aussi importante en raison de leur action sur la position des courbes de transformation, donc sur les constituants de l'acier après un cycle de refroidissement. Mais elle se manifeste également par leur effet sur un caractère important d'un acier: sa grosseur de grain à l'état austénitique.

Les méthodes de la métallographie montrent qu'une solution solide métallique, ce qui est le cas de l'austénite, est constituée par une juxtaposition de grains ayant chacun une orientation cristalline déterminée. Cette caractéristique s'explique par les processus de germination et de croissance, le développement d'un cristal à partir d'un germe étant limité par celui des cristaux voisins. Entre ces "grains", une zone de transition désorientée constitue le "joint de grain". La "grosseur de grain", mesurée par le nombre de cristaux dans un certain volume ou, plus simplement, par le nombre de cristaux rencontrés dans une coupe de section déterminée, joue un rôle important. On montre qu'elle dépend, d'une part, de la température à laquelle l'acier est chauffé et de la durée du maintien à cette température, d'autre part, d'un caractère inhérent à l'acier qui le rend plus ou moins sensible à un grossissement des grains pendant le chauffage, caractère qui est lié à la présence de certaines impuretés ou constituants de l'acier, tels que le nitrure d'aluminium, des oxydes ou des carbures peu solubles. On a montré, par exemple, qu'à un grain plus gros correspondait un déplacement vers la droite des

courbes du diagramme TTT, donc une plus grande stabilité de l'austénite et une transformation plus lente.

Ainsi, de multiples facteurs agissent sur la vitesse de transformation de l'austénite et, par conséquent, sur la structure et les propriétés de l'acier. On retrouve, en particulier, l'influence de toute l'histoire de l'acier, celle des matières premières dont il provient, des détails du processus d'élaboration et des déformations et traitements qu'il a subis. Cela explique la complexité des phénomènes et le fait qu'ils ne soient connus que depuis peu de temps.

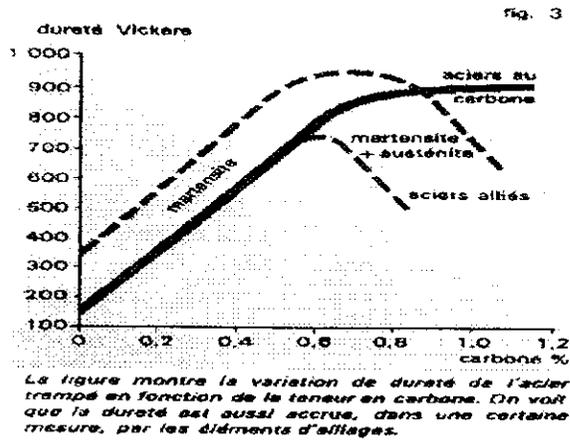
### II.B.5. Traitements thermiques des aciers

Ces considérations sur la structure de l'acier, fonction des conditions de refroidissement ont une grande importance pratique. Elles sont, en effet, à la base des divers traitements thermiques qui permettent d'attribuer à un acier un large éventail de propriétés.

Le plus simple de ces traitements est le recuit, qui comporte soit un chauffage au-dessus du point de transformation suivi d'un refroidissement très lent, soit un chauffage un peu au-dessous du point de transformation, avec un maintien très prolongé à cette température, suivi d'un refroidissement qui peut être assez rapide, à l'air, par exemple. La vitesse du refroidissement, dans le premier cas et la durée du maintien du chauffage, dans le second cas, sont fonction de la composition de l'acier. Le recuit fait disparaître toutes les contraintes qui pouvaient subsister dans l'acier à la suite des déformations et des traitements thermiques ou mécaniques qu'il avait antérieurement subis. Il le ramène dans un état voisin de l'état d'équilibre avec une structure de cémentite, souvent globulaire, dispersée dans la ferrite. C'est l'état d'adoucissement maximal qui est parfois le plus favorable pour l'usinage.

Un autre traitement thermique souvent pratiqué est la normalisation : celle-ci comporte un chauffage au-dessus du point de transformation, suivi d'un refroidissement à l'air. Il en résulte un adoucissement et l'élimination d'une grande partie des contraintes, mais la structure et les propriétés ne sont pas toujours bien définies puisque la vitesse de refroidissement est fonction de la dimension de la barre ou de la pièce. La normalisation permet cependant de mettre le métal dans un état bien reproductible, compte tenu de ces réserves.

Mais le durcissement par trempe est peut-être le traitement thermique le plus important. Il consiste à chauffer l'acier au-dessus du point de transformation – c'est ce que nous avons appelé l'austénitisation – et à le refroidir brusquement par immersion dans un liquide, eau ou huile, ou même simplement à l'air pour certains aciers (dits parfois autotrepnants). L'alliage acquiert alors une grande dureté, d'autant plus grande qu'il est plus carburé.



*Figure II.8 : Variation de la dureté de l'acier en fonction de la teneur en carbone [24].*

Rappelons que, dans cet état, la structure de l'acier est dite martensitique; elle comporte parfois des restes d'austénite non transformée, ce qui explique la dureté moindre des aciers alliés très carburés. Cette structure est fondamentalement instable, le carbone se trouvant en sursaturation dans la ferrite.

La déformation du réseau cubique centré de la ferrite en un réseau quadratique est la cause de la dureté élevée de la martensite. Mais elle provoque également une fragilité, d'autant plus grande que la teneur en carbone est plus élevée. Le durcissement par trempe est donc accompagné d'une fragilisation. C'est pour cette raison que le traitement de trempe est habituellement suivi d'un revenu qui est un chauffage avec maintien plus ou moins prolongé à une température inférieure au point de transformation. Ce revenu a pour effet un adoucissement avec, simultanément, une diminution de la fragilité. Il permet d'ajuster les caractéristiques de résistance et de ductilité de l'acier à celles qui conviennent pour l'emploi envisagé.

Les phénomènes se produisant au cours du revenu sont parfois très complexes. Dans le cas des aciers non alliés, la cémentite précipite puis se "coalesce" à mesure que la température s'élève ou que la durée du revenu s'accroît: la dureté diminue progressivement. En présence d'éléments d'alliage, la précipitation de carbures alliés autres que la cémentite, complique beaucoup les phénomènes. Il peut même se produire, dans certaines zones de température, des durcissements secondaires. Il faut tenir compte, enfin, de la décomposition de l'austénite résiduelle éventuelle, soit au cours du revenu, soit pendant le refroidissement consécutif à ce traitement. Les conditions du revenu, c'est-à-dire la température atteinte et la durée du maintien, doivent être fixées, suivant le but visé, en tenant compte de la composition de l'acier et de cette complexité des phénomènes.

Il existe bien d'autres traitements thermiques pouvant être appliqués aux aciers, en particulier certaines variantes dans le processus même de la trempe: on peut, par exemple, immerger l'acier non pas dans un liquide froid mais dans un bain à température plus ou moins élevée et l'y maintenir un certain temps. On peut modifier ainsi les structures de trempe ou éviter des déformations et obtenir une grande variété de résultats.

Dans certains cas, ces traitements thermiques ne sont appliqués qu'à une partie d'une pièce d'acier, en général la surface et sur une profondeur limitée. Cela peut être obtenu en chauffant la pièce partiellement, soit en la maintenant dans un four un temps insuffisant pour laisser la chaleur pénétrer jusqu'au centre, soit en appliquant des modes de chauffage particuliers qui n'intéressent que la surface (chalumeaux, chauffage par induction, laser...).

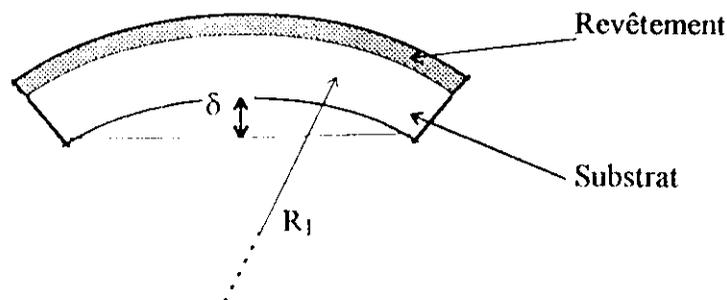
**CHAPITRE III**  
**CONTRAINTES RESIDUELES**

## CONTRAINTES RESIDUELLES

### III. 1. Contraintes résiduelles

On définit les contraintes résiduelles, appelées aussi contraintes internes ou propres comme étant les contraintes multiaxiales statiques d'origine mécanique, thermique ou chimique qui peuvent être détectées aux échelles microscopiques et /ou macroscopiques de la structure. Elles existent dans une structure mécanique isolée non sollicitée (c'est-à-dire soumise à aucune force ni moment extérieur) Si cette structure est soumise à n'importe quel type de chargement, les contraintes demeurent après cessation de ce chargement ou même après annihilation des différents défauts de structure (dislocation par exemple). Par ailleurs, un système est en équilibre mécanique en présence des contraintes résiduelles [26, 27].

Un matériau plan et mince contenant des contraintes résiduelles se déforme pour minimiser son énergie tout en maintenant l'équilibre statique des forces internes et des moments liés à ces contraintes. Pour une éprouvette parallélépipédique de faible épaisseur, cette déformation est représentée par la flèche  $\delta$  (figure III.1) que peut prendre l'éprouvette en absence de tout effort extérieur. La flèche  $\delta$  développée dépend directement de la nature et de l'intensité de contraintes résiduelles en cause [26, 28].



*Figure III.1* : déformation d'une structure plane affectée par des contraintes résiduelles.

### III.2. Différents ordres de contraintes résiduelles

Lorsque les matériaux présentent un caractère hétérogène, les sources de contraintes résiduelles peuvent provenir de déformations aux échelles macro, micro ou submicroscopiques. Dans ce cas, le concept des contraintes résiduelles est complexe et peut être dissocié selon un classement en trois ordres lié à l'échelle dimensionnelle :

#### III.2.1. Les contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> ordre ( $\sigma_R^1$ )

Les contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> ordre sont homogènes sur un très grand domaine du matériau (plusieurs grains – donc échelle de quelques dixièmes de millimètres). Les forces

internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section et les moments liés à ces contraintes sont nuls autour de tout axe. Des variations dimensionnelles macroscopiques résultent toujours d'une modification de l'équilibre des forces et des moments liés à ces contraintes  $\sigma_R^I$  [26, 27].

### **III.2.2. Les contraintes résiduelles du 2<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma_R^{II}$ )**

Les contraintes résiduelles du 2<sup>ème</sup> ordre sont homogène sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase : donc échelle de quelques dizaines de micromètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibres dans un assez grand nombre de grains. Des variations dimensionnelles macroscopiques peuvent résulter d'une modification de cet équilibre.

### **III.2.3. Les contraintes résiduelles du 3<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma_R^{III}$ )**

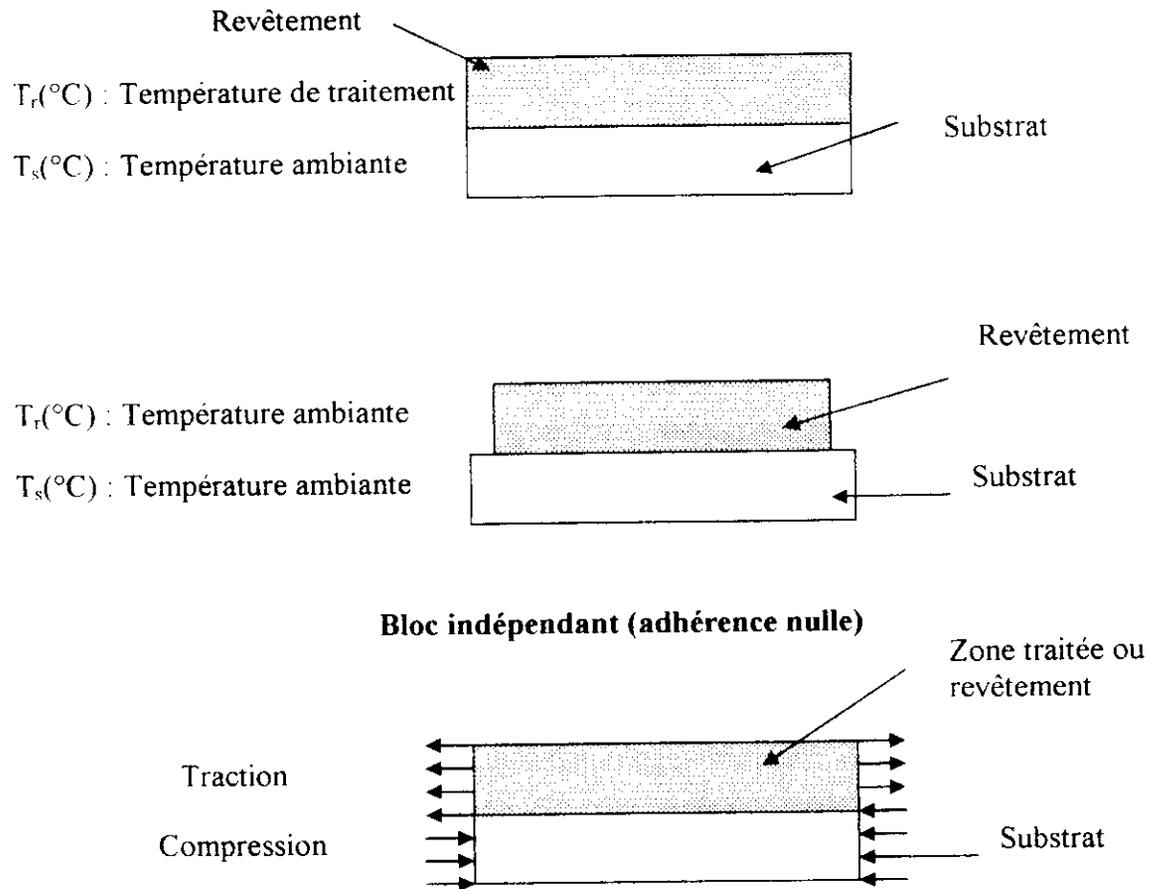
Les contraintes résiduelles du 3<sup>ème</sup> ordre sont inhomogènes sur les plus petits domaines du matériau (quelques distances interatomiques : donc échelle de quelques dizaines de nanomètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines. Les modifications d'équilibres n'entraînent aucune variation dimensionnelle macroscopique.

Dans le cas de matériaux réels, l'état de contraintes résiduelles résulte de la superposition des contraintes d'ordre 1, 2 et 3 dans le cas d'un matériau monophasé. L'état final de contraintes résiduelles résulte de la superposition des ordres 1, 2 et 3. Il est difficile de séparer ces différents ordres de contrainte en particulier les contraintes résiduelles d'ordre 2 et d'ordre 3. C'est pourquoi, on divise généralement les échelles de contraintes uniquement en deux catégories :

- ▶ Les macro contraintes qui correspondent aux contraintes résiduelles d'ordre 1.
- ▶ Les macro contraintes qui sont reliées aux déformations introduites par les défauts existant dans la microstructure (joints de grain et de phase, sous joints, précipités, défaut du réseau cristallin, dislocation, atomes étrangers, lacunes...etc.) au niveau de chaque grain ou de chaque phase et qui correspondent à la somme des ordres 2 et 3. Ces dernières contraintes n'ayant qu'une influence très localisée, il faut éviter de les ignorer car elles peuvent intervenir lors de l'évaluation des contraintes résiduelles à l'échelles macroscopique.

## **III.3. Contraintes résiduelles dans les revêtements et les couches traitées thermiquement**

Quelque soit la méthode d'élaboration utilisée ou leur mode d'application, les revêtements minces ou épais sont dans un état de contraintes résiduelles non nulles. Le modèle des blocs représenté à la figure III.2 permet de comprendre la genèse des contraintes résiduelles. Ce modèle est valable encore dans le cas d'une trempe superficielle, en effet on considère deux matériaux (revêtement et substrat dans le cas d'un revêtement et la zone trempée et le substrat dans le cas d'une trempe). Ceci est possible dans le cas des traitements superficiels dans la zone traitée où la température peut atteindre quelques milliers de degrés [28, 29, 32].



### Blocs liés (revêtement solidaire à son substrat)

*Figure III.2* : Principe du modèle des blocs.

Après refroidissement, la couche traitée ou le revêtement vont s'allonger s'ils ne sont pas liés au support. Cependant, si les deux matériaux sont bien adhérents, le support va empêcher le revêtement ou bien la couche traitée de se contracter ou de s'allonger pour retrouver sa longueur initiale. Dans ces conditions, le revêtement ou la zone traitée va être dans un état de contraintes résiduelles important qui peut entraîner, dans certain cas, la délamination dans le cas des revêtements et des fissures dans le cas des zones traitées superficiellement [28,30,31,32].

Lorsque le revêtement ou la zone traitée superficiellement atteint un seuil de contraintes résiduelles, le système se courbe (en présentant un rayon de courbure). La surface du revêtement sera convexe dans le cas où les contraintes résiduelles sont de compression et concave lorsque les contraintes sont de tension [30,32].

### III.4. Différentes causes susceptibles de provoquer les contraintes résiduelles

Parmi les principales causes susceptibles de provoquer les contraintes résiduelles dans le cas des traitements superficiel par laser citons :

#### III.4.1. les contraintes résiduelles thermiques

Lorsque un matériau subit un traitement thermique superficiel par laser, la température à la surface de ce dernier peut atteindre quelques milliers de degrés. Le gradient thermique ainsi créé entre la zone traitée et le volume du substrat conduit à des vitesses de refroidissement importantes, des contraintes résiduelles d'origine thermique se développent.

Les deux principales causes à l'origine de ces contraintes sont :

- ▶ La contraction de la couche traitée au cours du refroidissement rapide à température ambiante.
- ▶ Les variations de volume associés à toute transformation de phase.

#### III.4.2. les contraintes résiduelles intrinsèques

La contrainte résiduelle intrinsèque ( $\sigma_{in}$ ) peut être estimée à partir de la contrainte résiduelle totale ( $\sigma_t$ ) et la contrainte résiduelle d'origine thermique ( $\sigma_{th}$ ) décrite par l'équation ci-dessous, par :

$$\sigma_{in} = \sigma_t - \sigma_{th} \quad \text{[III.1]}$$

### III.5. méthodes de détermination des contraintes résiduelles

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer les contraintes résiduelles dans un matériau massif en terme de macro déformation. Nous distinguons deux grandes catégories : les méthodes non destructives et les méthodes destructives [28, 32].

#### III.5.1. Les méthodes non destructives

##### III.5.1.a. Diffraction des rayons X et des neutrons

Les méthodes de diffraction des rayons X et de neutrons sont très utilisées pour déterminer les contraintes résiduelles dans le cas des matériaux cristallins, polycristallins, de l'assemblage de matériau organique/inorganique et pour les matériaux organiques contenant des charges cristallines.

Le principe de ces méthodes revient à mesurer les variations du déplacement aux raies de diffraction correspondant à la famille de plans (hkl) et de relier ce déplacement aux contraintes par la loi de Hooke en élasticité linéaire.

Le principe est de prendre comme jauge de déformation la distance  $d_{hkl}$  entre les plans cristallographiques (hkl) du réseau cristallin. En fonction de l'orientation de ces plans, la présence d'un champ de contraintes va se traduire par une variation des distances inter réticulaires notée  $\Delta d$ . Cette variation  $\Delta d$  est calculée par différenciation de loi de Bragg ( $\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$ ). Il s'en suit l'estimation de la déformation ( $\epsilon$ ) :

$$\varepsilon = \Delta d/d = - \Delta\theta \cdot \cotg\theta \quad \text{[III.2]}$$

Avec :

$\varepsilon$  : déformation.

$\theta$  : angle de Bragg.

Cette relation montre que la mesure de la déformation se fait à partir de la détermination de déplacement angulaire ( $\Delta\theta$ ), c'est-à-dire du déplacement des raies de diffraction correspondant à la famille de plans (hkl) déformés.

La méthode par diffraction des neutrons est similaire à celle des rayons X. Cette méthode correspond à une mesure dite en volume car la profondeur examinée est plus grande que celle en rayons X. Elle nécessite une durée de mesure importante. La technique par diffraction des neutrons est encore en voie de développement.

#### ***III.5.1.b. Méthodes ultrasonores***

Ces méthodes permettent la mesure des contraintes résiduelles dans les matériaux en volume à l'aide d'ondes longitudinales ou transversales. La présence d'un champ de contraintes résiduelles dans un matériau, modifie les vitesses de propagation des ondes ultrasonores. Des mesures de vitesse, de fréquence et de phase des ondes incidentes et transmises sont les paramètres ciblés caractérisant les contraintes résiduelles.

Les ondes de surface ou encore ondes de Rayleigh sont bien adaptées à la mesure des contraintes résiduelles à la surface d'un matériau (jusqu'à une profondeur de l'ordre de 250  $\mu\text{m}$ ). Cependant, d'autres paramètres comme la variation de la dureté, de la texture cristallographique, de la densité de dislocation, ... etc ont également une influence significative sur les paramètres mesurés.

#### ***III.5.1.c. Méthodes magnétiques***

Ces méthodes, limitées aux matériaux ferromagnétiques sont basées sur le fait qu'un champ de contraintes résiduelles est susceptible de modifier les directions de facile aimantation et entraîne la mobilité des domaines ou parois détectables par écoute du bruit ferromagnétique (bruit de Barkhausen). Les contraintes résiduelles de compression diminuent l'intensité de bruit tandis que celles de tension l'augmentent.

#### ***III.5.2. Méthodes destructives***

##### ***III.5.2.a. Méthode du trou et de la rosette***

Cette méthode consiste à réaliser un trou dans une zone de matériau soumise à des contraintes. Cette opération va provoquer la relaxation des contraintes au voisinage de la périphérie du trou. Les déformations engendrées après usinage du trou sont mesurées par des jauges extenso métriques. Les déformations sont reliées aux contraintes principales par les lois de l'élasticité linéaire. Cette méthode a ouvert le champ à d'autres techniques de mesure

des contraintes résiduelles telle que la méthode du trou incrémental dont l'enlèvement de matière est progressive. Cela va permettre de tracer un profil en profondeur de la distribution des contraintes résiduelles.

### III.5.2.b. Méthode de déflexion ou de courbure

La méthode de déflexion dite aussi de la flèche a été développée par Flavenot et Niku-Lari. Elle permet la détermination de la distribution des contraintes sur des échantillons minces et plans. L'éprouvette affectée par les contraintes résiduelles présente une flèche ( $f$ ) qui est une fonction directe de la nature et de l'intensité des contraintes résiduelles. Par usinage de nature chimique ou mécanique, on enlève progressivement de fines couches du matériau.

L'équilibre initial (flèche initiale  $f(h_0)$ ) est donc perturbé et un nouvel état d'équilibre (flèche ( $h$ )) s'établit. Pour chaque enlèvement de couche, la déflexion ( $f$ ) de l'échantillon est relevée à l'aide d'un simple comparateur. Les auteurs ont alors relié la flèche ( $f$ ) à la distribution des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de l'échantillon par :

$$\sigma = \left( \frac{4.E}{3.L^2} \right) \cdot (-h^2 \cdot \frac{df}{dh} + 6.h.(f(h_0) - f(h)) + 2.e \cdot df) \cdot 1/(1-\nu) \quad \text{III.3}$$

avec:

$\sigma(h)$ : contrainte résiduelle d'une fibre située à la distance  $h$  de la surface inférieure (référence de l'échantillon).

$L$ : distance entre appui utilisée pour mesurer la flèche

$E$ : Module d'Young du matériau.

$h_0$ : épaisseur initiale de l'éprouvette

$h$ : épaisseur résiduelle de l'éprouvette après enlèvement de couche

$f(h_0)$ : flèche initiale de l'éprouvette.

$f(h)$ : flèche de l'éprouvette après enlèvement d'une couche.

$e$ : variable de l'épaisseur de l'éprouvette.

La méthode de la flèche nécessite une éprouvette d'épaisseur suffisante pour éviter lors de l'enlèvement de couches superficielles, sa déformation, par les différentes méthodes d'usinage.

### III.6. La méthode de calcul théorique des contraintes résiduelles

#### III.6.1. Calcul théorique de la flèche

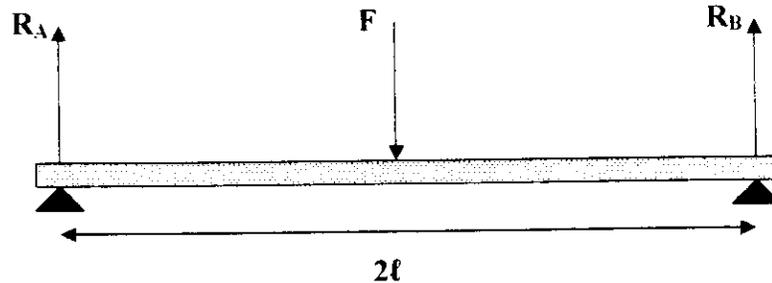


Figure III.3 : Calcul théorique de la flèche

#### ► Equilibre des forces

Equilibre des moments en A

$$\left. \begin{array}{l} F = R_A + R_B \\ F.l = R_B \cdot 2.l \end{array} \right\} R_A = F/2$$

$$\begin{aligned} d^2y/dx^2 &= -M(x)/E.I \\ &= F.x/2.E.I \end{aligned}$$

$$dy/dx = F.x^2/4.E.I + C$$

Calcul de C :

$$dy(l)/dx = 0 = F.l^2/4.E.I + C \rightarrow C = -F.l^2/4.E.I$$

D'où

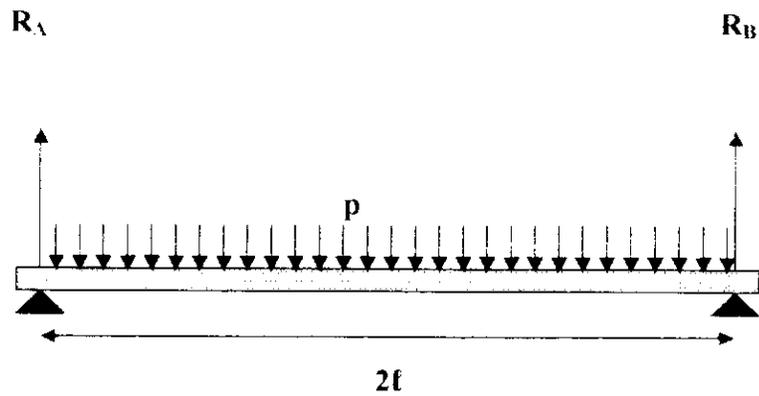
$$dy/dx = (F/4.E.I).(x^2 - l^2)$$

$$y(x) = (F/4.E.I).x.(x^2/3 - l^2)$$

flèche en C

$$y(l) = F.l^3/6.E.I$$

## ► cas d'une force répartie



*Figure III.4* : Calcul théorique de la flèche dans les cas d'une force

Pour une force répartie, la formule est identique en remplaçant  $F = p.l$

$$y(l) = p.l^4/6.E.I$$

$$\sigma = M.e/l.2 = F.l.e/2.2.I$$

$$y(l) = F.l^3/6.E.I = 2. \sigma.l^2/3.E.e$$

$$\sigma = y.3.E.e/2.l^2 \quad [III.4]$$

avec :

$2l$  : longueur de l'éprouvette.

$y$  : la flèche mesurée.

$e$  : épaisseur de l'éprouvette.

$E$  : module de Young du matériau étudié.

# PARTIE PRATIQUE

**CHAPITRE IV**  
**ETUDE EXPERIMENTALE, RESULTATS**

## ETUDE EXPERIMENTALE, RESULTATS

### IV.1. Laser utilisé

#### IV.1.1. Le système utilisé et ses caractéristiques

Pour faire subir une trempe superficielle à nos échantillons ainsi que l'étude des contraintes résiduelles, nous avons utilisé un laser modèle **ROFIN DL X06** (laser à diode) qui se trouve au laboratoire de **STMS** du département **LTDS** de l'Ecole Centrale de Lyon. Les caractéristiques du système utilisé sont les suivantes :

- Source laser : **diode** ;
- Longueur d'onde :  **$940 \pm 10$  nm** ou  **$808 \pm 10$  nm** en option ;
- Fréquence ajustable : **0.33 à 1.923 KHz** ;
- Distance de travail : **100 mm** ;
- Echange de donnée avec des systèmes de gestion et supervision ;
- Puissance : **1 à 60 W** ;

Le système que nous avons mis en place est constitué, comme le montre la figure I.1 :

- Une diode laser ;
- Une table laser permettant de fixer la tête du laser et de le faire transporter ;
- Un bloc refroidisseur qui permet de refroidir les diodes laser à une température de  $22^{\circ}\text{C}$  ;
- Une table de 2 axes fournissant une vitesse de balayage allant de 0.1 de 50 mm/s ;
- Un pyromètre, couplé à un micro-ordinateur, qui permet le contrôle des procédés laser par mesure des température de surface, et éventuellement ajustement des puissances laser ou vitesse de balayage ;

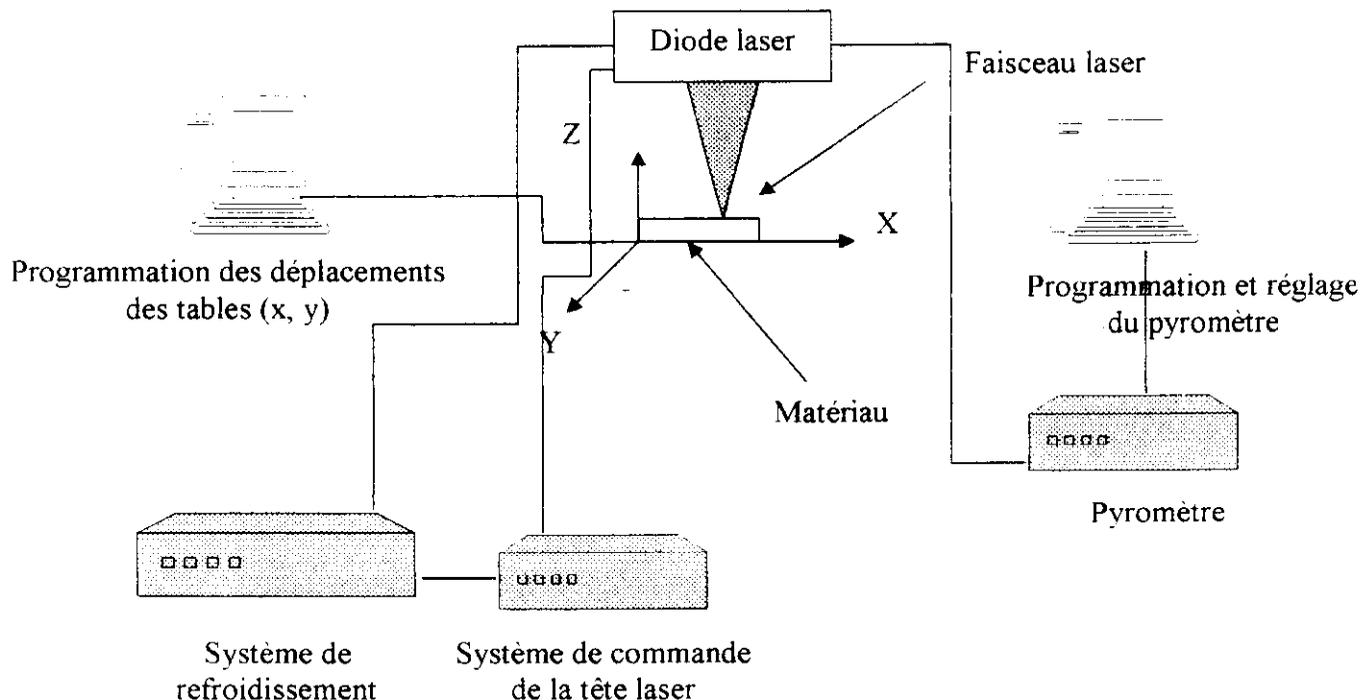


Figure IV.1 : Dispositif expérimental de la diode laser.

Le réglage et la mise en route du laser sont extrêmement simples, il faut seulement ajuster les paramètres de traitement à savoir :

- La vitesse du déplacement de l'échantillon (mm/s).
- La fréquence des impulsions du laser (Hz) si le travail est en mode impulsionnel.
- La puissance du travail.

Une fois que ces paramètres ont été réglés, on place l'échantillon sur le plateau de chargement de pièces.

Pour le choix des paramètres, nous ne disposons d'aucune référence, il a donc fallu faire plusieurs essais sur les échantillons pour déterminer les jeux de paramètres à essayer.

#### ▲ *Attention !*

Lors de l'opération du traitement superficiel, quelques consignes de sécurité sont à respecter. Ce laser correspond à la classe de risque 4 conformément à la norme **DIN EN 60825 (VDE 0837)**, sécurité des équipements laser.

Le rayonnement émis par ce laser est invisible à l'œil nu ! Ce qui rend le port de lunettes teintées et l'éloignement du faisceau laser obligatoire.

L'opération de traitement superficiel ne dure que quelques secondes (elle dépend surtout de la vitesse de déplacement des échantillons) mais l'énergie délivrée est telle que pour certains jeux de paramètres, l'échantillon tout entier peut être très chaud.

#### *IV.1.2. Ajustement des paramètres*

Vu la faible puissance du laser et vu le faible coefficient d'absorption des métaux, lors de l'expérimentation, nous nous sommes placés à la puissance maximale de 60 W. La surface de la tâche laser valait 1 mm<sup>2</sup>.

La tâche du laser avait une forme carrée de dimension de 1x1 mm<sup>2</sup> avec a = 1 mm et b = 1 mm. La puissance surfacique moyenne est équivalente pour une tâche rectangulaire à :

$$P_m = P_0/a.b \quad [IV.1]$$

Ce qui correspond à une puissance surfacique de l'ordre de  $1.91 \times 10^7$  W/m<sup>2</sup>.  
Pour une tâche circulaire d'un faisceau gaussien pour (r = 0) :

$$P_m = 2.P_0/\pi w^2 \quad [IV.2]$$

P<sub>0</sub> représente la puissance globale du laser, w le rayon du faisceau et r la coordonnée sphérique représentative de la distance par rapport au centre du faisceau.

Si dans le cas de notre étude, nous supposons que le laser utilisé est un faisceau gaussien avec une tâche circulaire, nous calculons alors le rayon de la tâche laser hypothétique.

La puissance surfacique moyenne de la tâche rectangulaire est équivalente à celle de la tâche circulaire :

$$P_0/a.b = 2.P_0/\pi.w^2 \quad \text{[IV.3]}$$

Nous obtenons donc :

$$w = (2.a.b/\pi)^{1/2}. \quad \text{[VI.4]}$$

Il est possible alors d'obtenir le rayon  $w$  qui est équivalent à 0.79 mm.

### *IV.1.3. Notation portant sur les lasers*

Selon le mode du laser, continu ou impulsif, les notations sont complémentaires. En mode continu, il existe :

- La puissance du laser  $P$  ;
- La durée d'irradiation  $t$  (s) ;
- L'énergie délivrée  $E$  (J) :  $E = P.t$  ;
- Le diamètre de la tâche du laser à la surface du matériau  $d$  (cm ou mm) ;
- La puissance surfacique  $P_{\text{surf}}$  ( $\text{W}/\text{cm}^2$  ou  $\text{W}/\text{mm}^2$ ) :  $P_{\text{surf}} = P/\pi.(d/2)^2$  ;
- La fluence  $F$  ( $\text{J}/\text{cm}^2$  ou  $\text{J}/\text{mm}^2$ ) :  $F = E/\pi.(d/2)^2$  ;

En mode impulsif, le laser produit une impulsion d'une durée propre ( $t_{\text{imp}}(\text{s})$ ) sur une durée totale équivalente à l'inverse de la fréquence choisie ( $T = 1/\nu$ ),  $T$  en seconde. Nous considérons ici, la puissance sur l'intervalle de temps qui correspond à l'inverse de la fréquence, temps pendant lequel le laser tire uniquement pendant  $t_{\text{imp}}(\text{s})$ . Il intervient alors une troisième durée qui est le temps d'irradiation du laser :  $t$  (s).

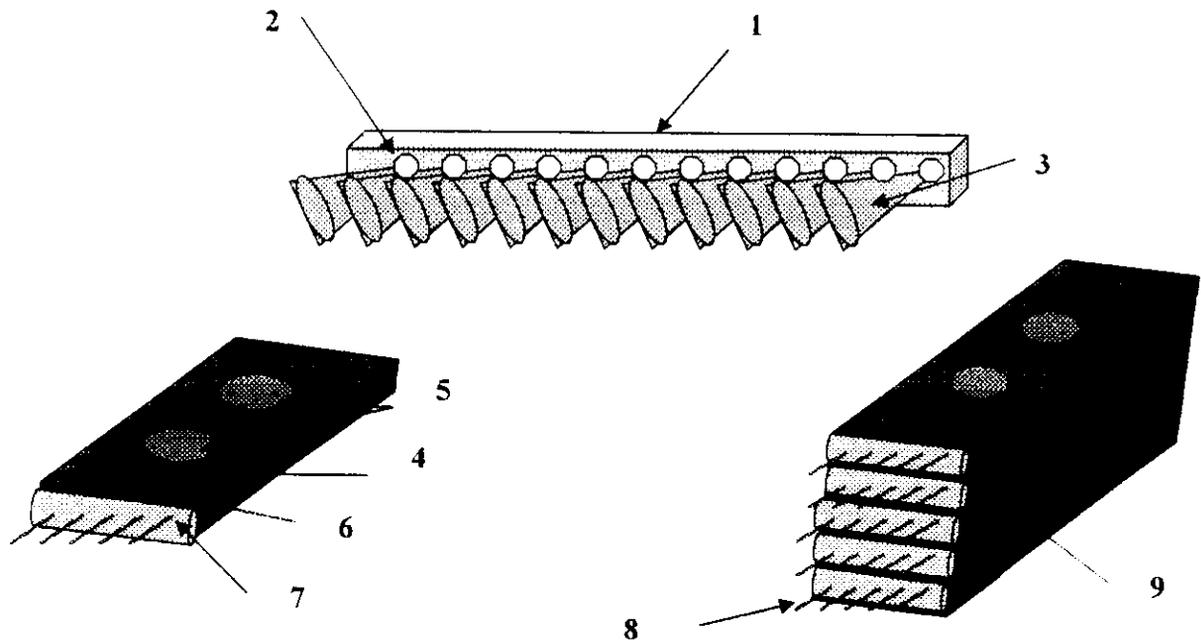
Si nous considérons le temps d'irradiation du laser, les notations précisées pour le laser en mode continu sont valables ici mais les valeurs de la puissance, énergie, puissance surfacique et fluence restent des moyennes.

Si nous nous basons sur la durée de l'impulsion, il est possible d'obtenir la puissance crête (W) (puissance délivrée pendant  $t_{\text{imp}}$ ). Cette valeur divisée par la surface de la tâche du laser donne accès à la puissance crête surfacique.

## **IV.2. Principe de fonctionnement de la diode laser Rofin DL X06 [26]**

Les émetteurs laser (2) sont de taille très réduite. Jusqu'à 25 émetteurs laser constituent une barre laser (1). Le rayonnement laser (3) s'échappe des émetteurs laser avec un angle de divergence élevé.

La barre laser (6) avec les diodes de laser est brasée sur un refroidisseur en cuivre (4). Le refroidisseur est constitué de micros conduits qui sont alimentés par les orifices d'eau de refroidissement (5) en eau réfrigérante.



**Figure IV.2 :** Principe de fonctionnement de la diode laser Rofin DL X06 [26]

Une micro optique (7) permettant de centrer le rayonnement laser (8) est collée devant chaque barre laser. Un de ces composants, pris à part, ne dépasse pas la taille d'un trombone, mais est capable d'atteindre une puissance de 60 watts.

Ces diodes de laser avec les refroidisseurs peuvent être empilées. Pour cette raison, ces composants sont appelés pile de diodes (9) ou « stack de diodes ». Elles peuvent atteindre des puissances de sortie de plusieurs kilowatts.

En outre, des optiques de formation du faisceau laser placées en amont ou des macro optiques permettent de focaliser le rayonnement laser des piles de diodes.

Le rayonnement laser des piles de diodes s'échappe au niveau de l'optique de focalisation.

### IV.3. Matériaux utilisée

Les matériaux utilisés pour l'étude de l'influence de la vitesse de déplacement et le nombre de passes sur les contraintes résiduelles sont le TA6V et le zircaloy-4.

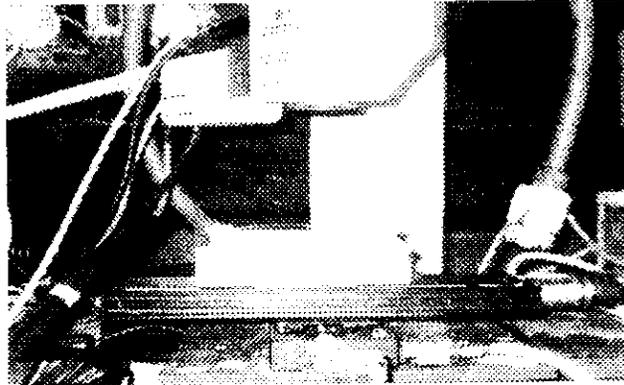
Les matériaux utilisés pour l'étude de la transformation de phase et de leurs trempabilités en fonction de la vitesse de déplacement et le nombre de passe sont le T40 et le 45 Si 7.

### IV.4. Etude des contraintes résiduelles

#### IV.4.1. Matériaux et dispositif de mesure

Les échantillons choisis pour l'étude des contraintes résiduelles sont le TA6V et le zircaloy-4 de dimension  $83 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ .

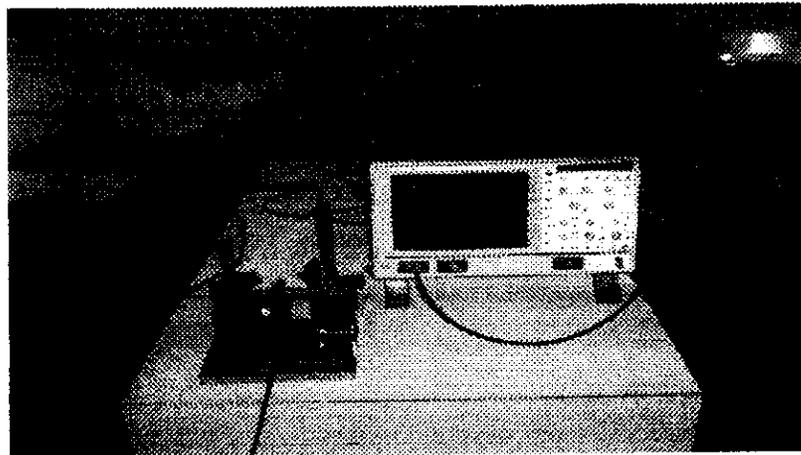
La technique utilisée, était de brider les échantillons sur une plaque de cuivre de dimension  $100 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ , puis les faire irradier par la source laser à différentes vitesses et à une multitudes de passes et voir ensuite l'influence de ces paramètres sur la mesure de la flèche et les contraintes résiduelles (figure IV.1).



*Figure IV.3* : Echantillon TA6V brider sur une plaque en cuivre.

La mesure de la flèche a été réalisée par un capteur de déplacement laser de type **KEYENCE** série **LK 2000** (mesure par réflexion spéculaire).

Le capteur a été installé au dessous de la lame en flexion et nous avons relevé les valeurs de différentes flèches grâce à un oscilloscope.



*Figure IV.4* : Dispositifs de mesure de la flèche par capteur de déplacement à laser.

Les résultats sont reportés dans les tableaux IV.1 et IV.2 ainsi que leurs contraintes résiduelles respectivement en utilisant la formule énoncée dans le chapitre III.

► Pour le TA6V

échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ (Mpa)	$\sigma_{x,max}$ (Mpa)	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.401	0.620	0.05	135.270	209.147	151.8	1
I.2	60	8	0.323	0.590	0.03	108.959	199.027	91.08	1
I.3	60	9	0.244	0.308	0.025	82.309	103.899	75.9	1
I.4	60	10	0.160	0.301	0.048	53.973	101.537	145.728	1
I.5	60	11	0.339	0.379	0.140	114.693	128.186	425.04	1
I.6	60	12	0.077	0.128	0.025	25.975	43.179	75.9	1
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.923	1.292	0.232	311.359	435.835	704.352	2
I.2	60	8	0.301	1.271	0.82	101.537	410.53	2489.52	2
I.3	60	9	0.738	0.814	0.075	248.952	274.589	227.7	2
I.4	60	10	0.568	1.001	0.315	191.605	337.671	956.34	2
I.5	60	11	0.829	0.929	0.600	279.986	331.719	1821.6	2
I.6	60	12	0.424	0.738	0.089	143.029	248.952	270.204	2
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.738	1.183	0.444	248.952	399.065	1347.984	3
I.2	60	8	0.540	1.256	1.094	182.160	423.691	3321.38	3
I.3	60	9	0.750	1.149	0.294	253.000	387.596	892.584	3
I.4	60	10	0.636	1.183	0.663	214.544	399.065	2012.868	3
I.5	60	11	0.910	1.229	0.810	306.973	414.919	2459.16	3
I.6	60	12	0.533	1.012	0.267	179.799	341.381	810.612	3
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.909	1.336	0.533	337.333	450.677	1618.188	4
I.2	60	8	0.990	1.436	1.067	333.950	484.410	3239.412	4
I.3	60	9	0.855	1.326	0.438	288.410	447.300	1329.768	4
I.4	60	10	0.834	1.330	0.868	281.336	448.653	2635.248	4
I.5	60	11	1.009	1.501	1.240	340.706	506.674	3764.640	4
I.6	60	12	0.711	1.430	0.321	239.84	482.386	974.556	4

**Tableau IV.1 :** Mesure de la flèche et des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes et de la vitesse de déplacement pour l'alliage de TA6V.

► Pour le zircaloy-4

échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.39	0.5	0.27	117.208	150.266	730.266	1
I.2	60	8	0.39	0.43	0.18	117.208	129.229	486.864	1
I.3	60	9	0.34	0.41	0.09	102.181	123.218	243.430	1
I.4	60	10	0.18	0.23	0.24	54.096	69.122	649.152	1
I.5	60	11	0.1	0.13	0.08	30.05	39.07	216.384	1
I.6	60	12	0.09	0.1	0.02	27.048	30.053	54.096	1
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.41	0.89	0.68	123.218	267.218	1839.26	2
I.2	60	8	0.46	0.62	0.36	138.245	186.330	108.191	2
I.3	60	9	0.62	0.8	0.36	186.330	240.426	108.191	2
I.4	60	10	0.41	0.55	0.36	123.218	165.293	108.191	2
I.5	60	11	0.08	0.12	0.09	24.042	36.063	24.343	2
I.6	60	12	0.02	0.05	0.04	6.011	15.026	108.192	2
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.38	0.48	0.68	114.202	114.256	1832.264	3
I.2	60	8	0.68	0.96	0.77	204.362	288.512	2082.696	3
I.3	60	9	0.73	1.39	0.8	219.389	417.741	2163.84	3
I.4	60	10	0.80	1.12	0.68	240.426	336.6	1839.26	3
I.5	60	11	0.13	0.14	0.11	39.069	42.074	33.059	3
I.6	60	12	0.02	0.07	0.03	6.01	21.037	8.114	3
échantillon	Puissance (w)	Vitesses (mm/s)	$f_{x,min}$ (mm)	$f_{x,max}$ (mm)	$f_y$ (mm)	$\sigma_{x,min}$ Mpa	$\sigma_{x,max}$ Mpa	$\sigma_y$ (Mpa)	Nombre de passes
I.1	60	6	0.34	0.73	0.98	102.181	219.39	2650.704	4
I.2	60	8	0.84	1.23	0.87	252.45	369.655	2353.176	4
I.3	60	9	0.75	1.39	0.93	225.4	417.741	2515.464	4
I.4	60	10	0.72	1.30	0.82	216.383	390.7	2217.936	4
I.5	60	11	0.14	0.18	0.15	42.074	54.096	40.572	4
I.6	60	12	0.27	0.48	0.16	81.144	144.256	43.277	4

**Tableau IV.2 :** Mesure de la flèche et des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes et de la vitesse de déplacement pour Le zircaloy-4.

IV.4.2. Variation des contraintes résiduelles en fonction de la vitesse de déplacement

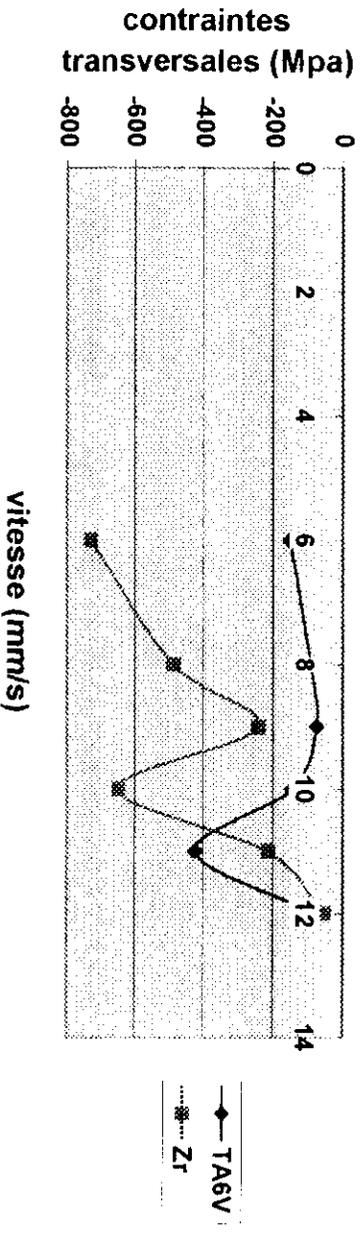
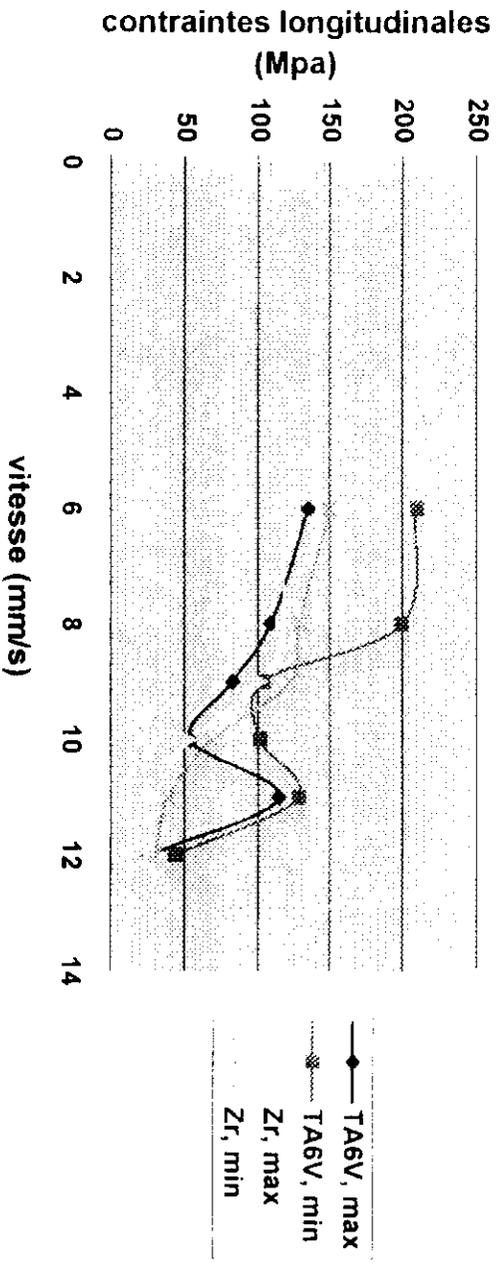
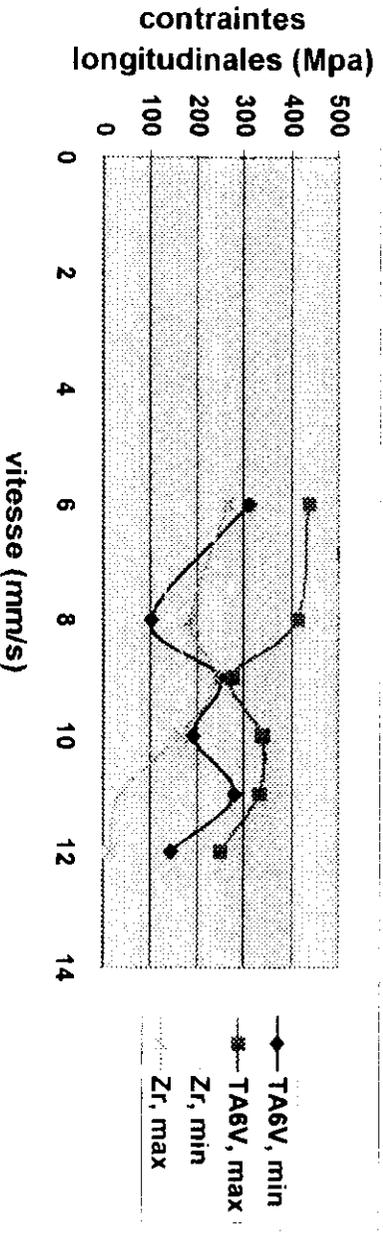


Figure IV.5 : Variation des contraintes résiduelles en fonction de la vitesse de déplacement pour une passe.



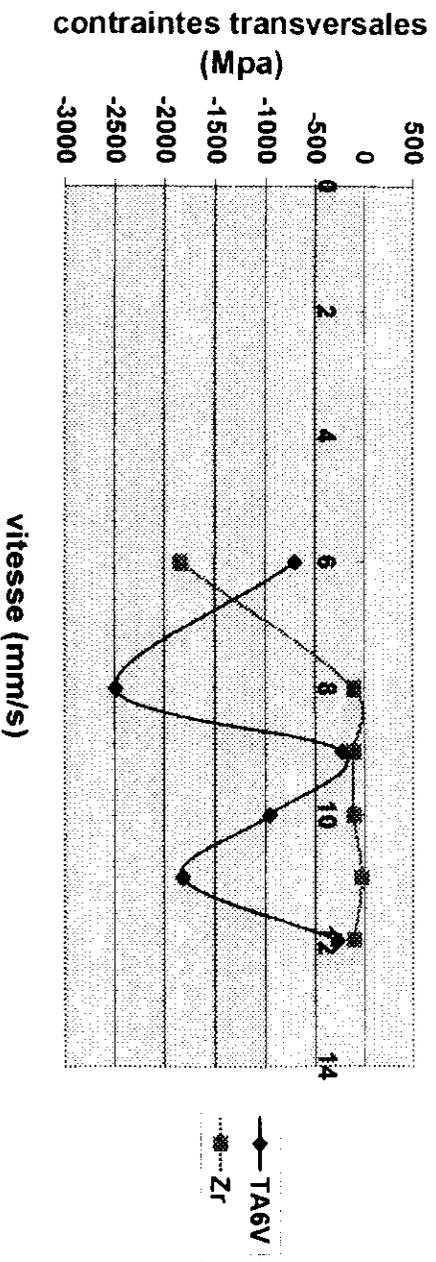


Figure IV.6 : Variation des contraintes résiduelles en fonction de la vitesse de déplacement pour 2 passes.

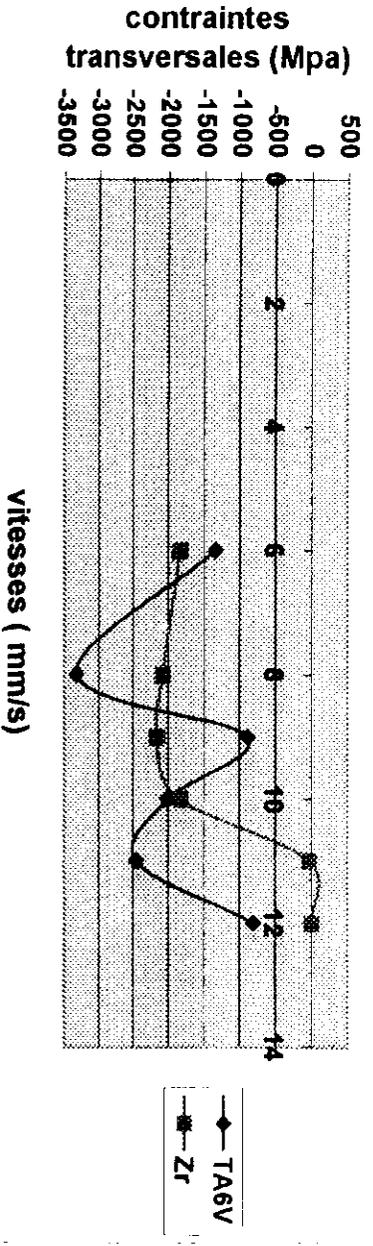
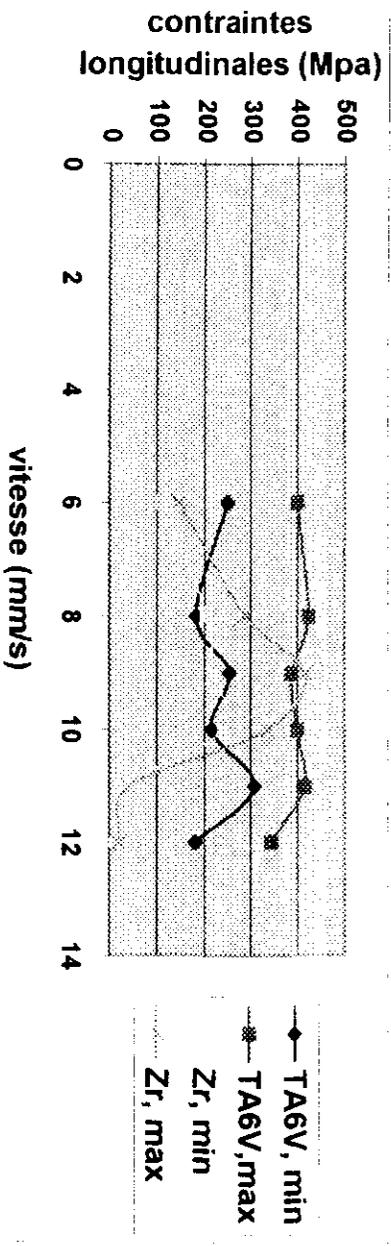


Figure IV.7 : Variation des contraintes résiduelles en fonction de la vitesse de déplacement pour 3 passes.

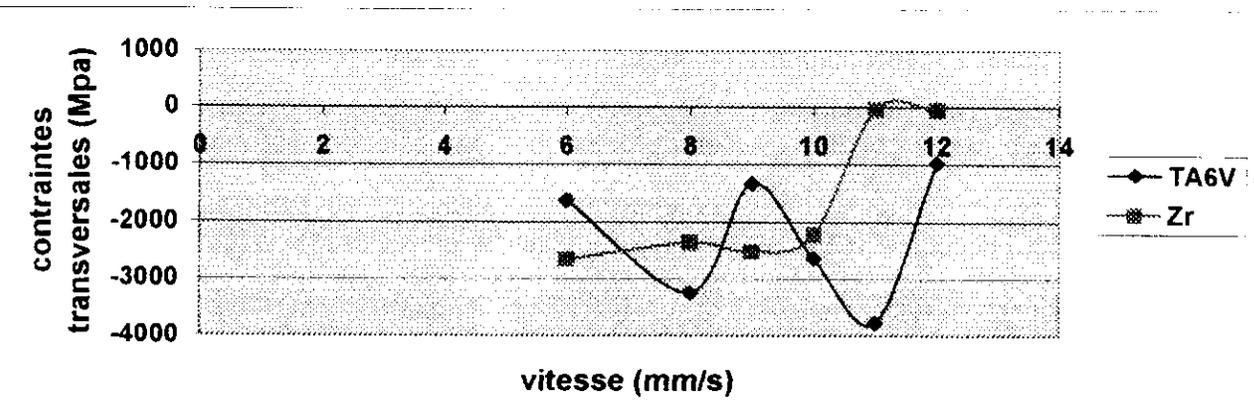
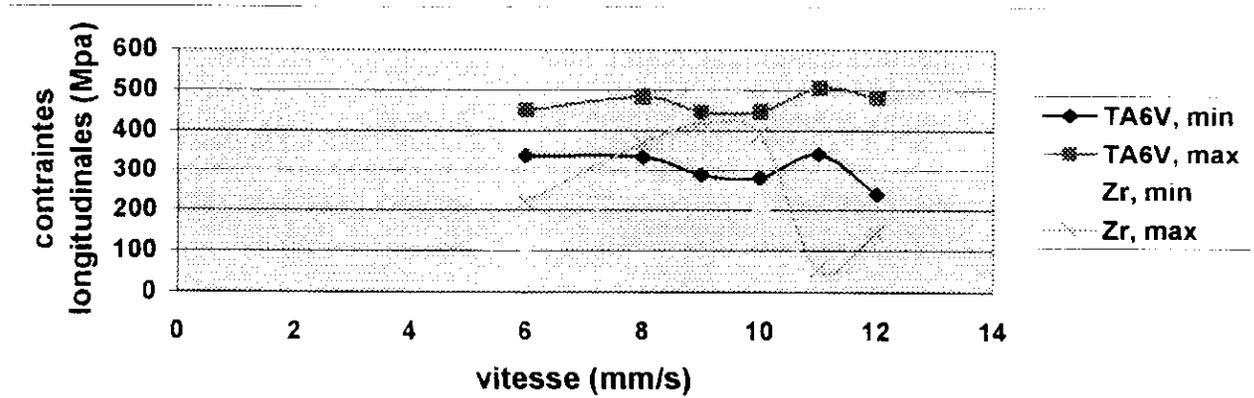
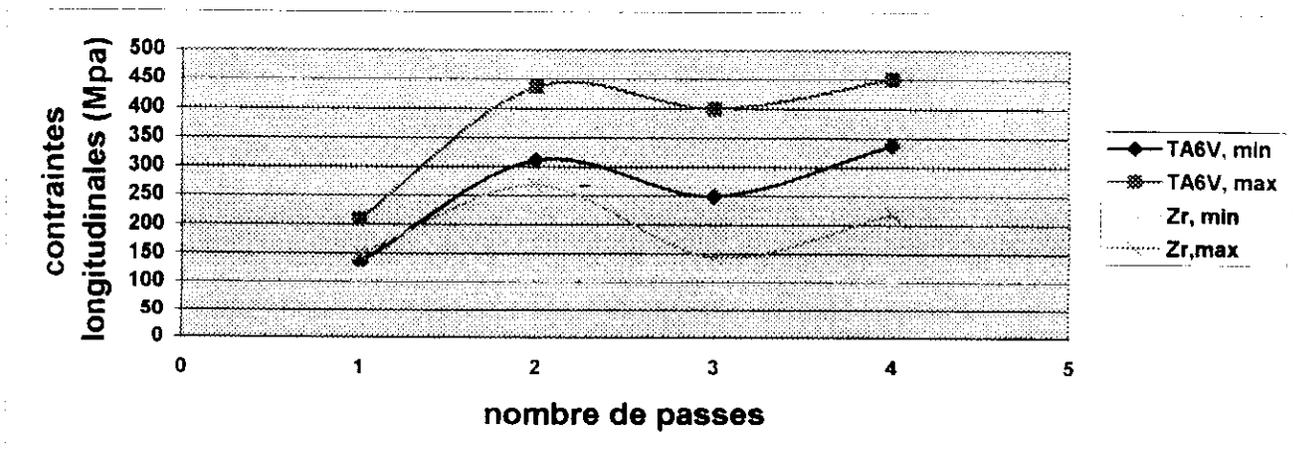


Figure IV.8 : Variation des contraintes résiduelles en fonction de la vitesse de déplacement pour 4 passes.

IV.4.3. Variation des contraintes résiduelles en fonction de nombre de passes



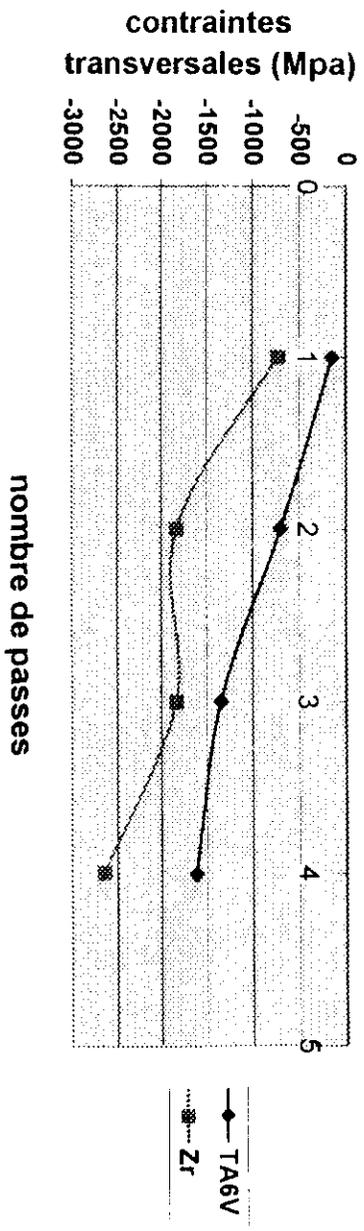


Figure IV.9. Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=6\text{mm/s}$ .

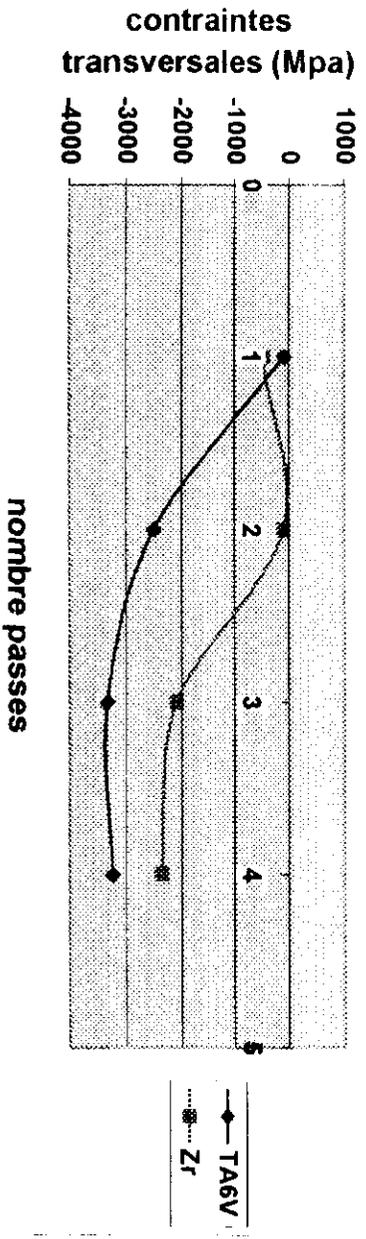
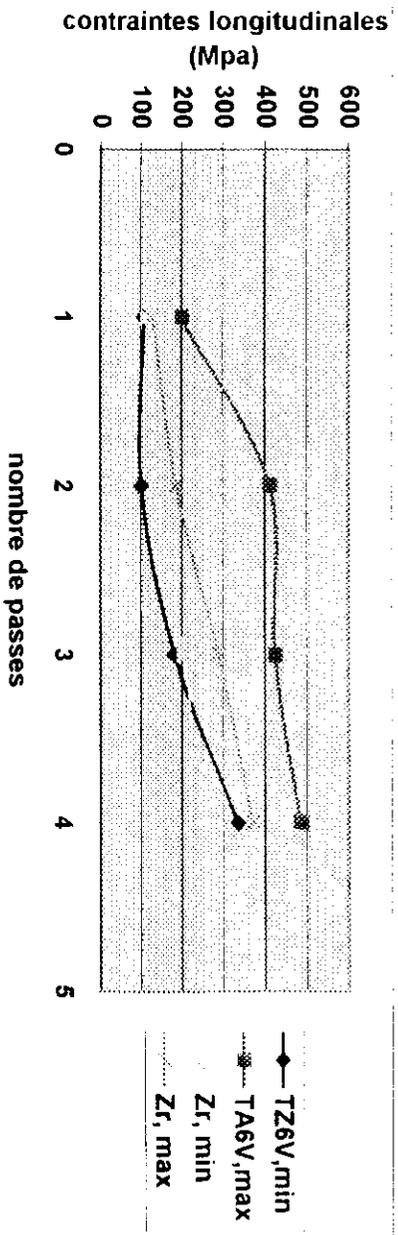


Figure IV.10 : Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=8\text{mm/s}$ .

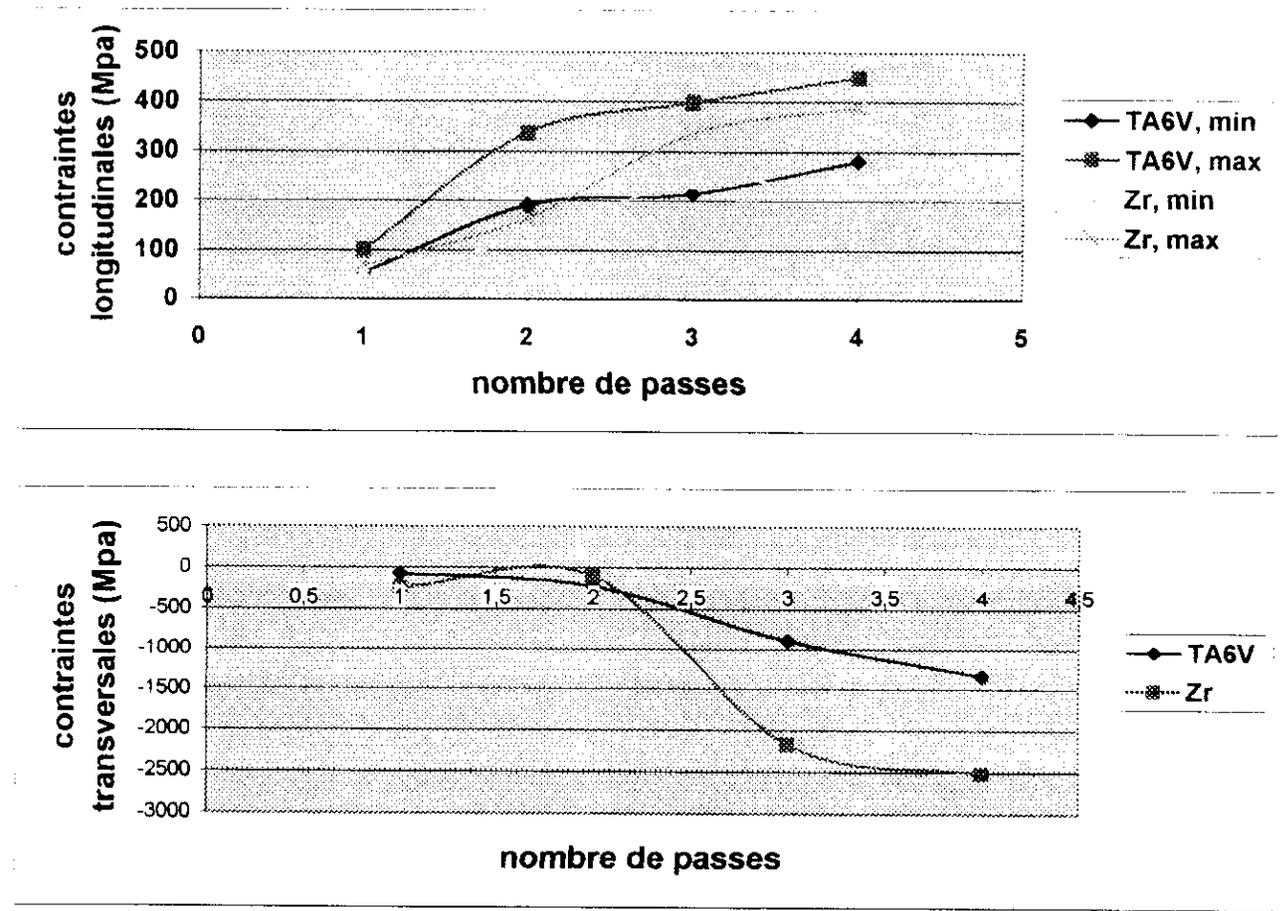
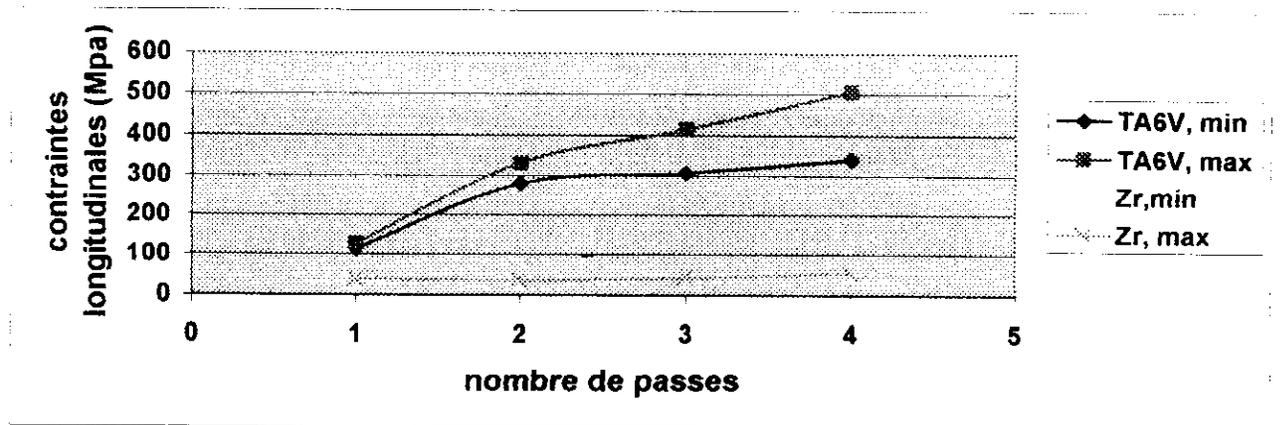


Figure IV.11 : Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=9\text{mm/s}$ .



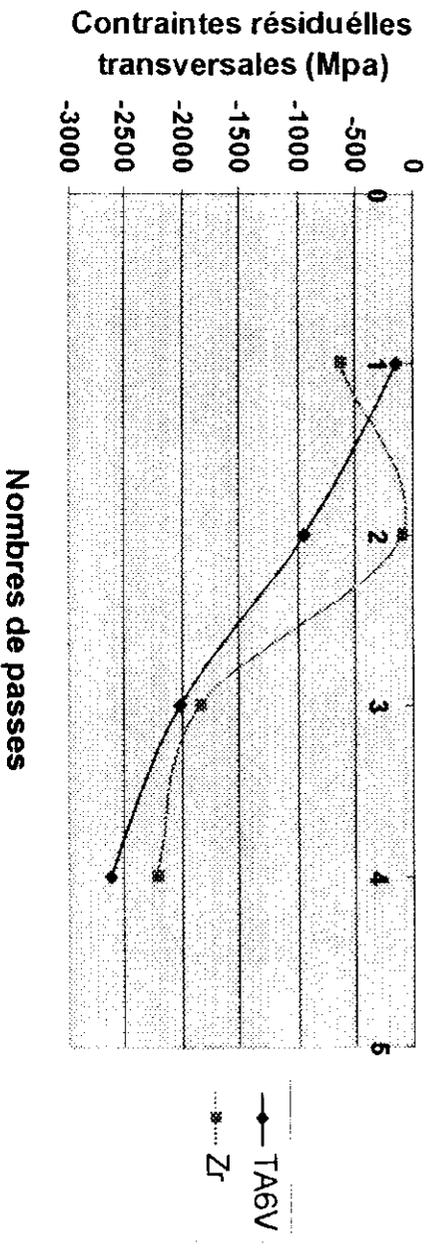


Figure IV.12 : Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=10\text{mm/s}$

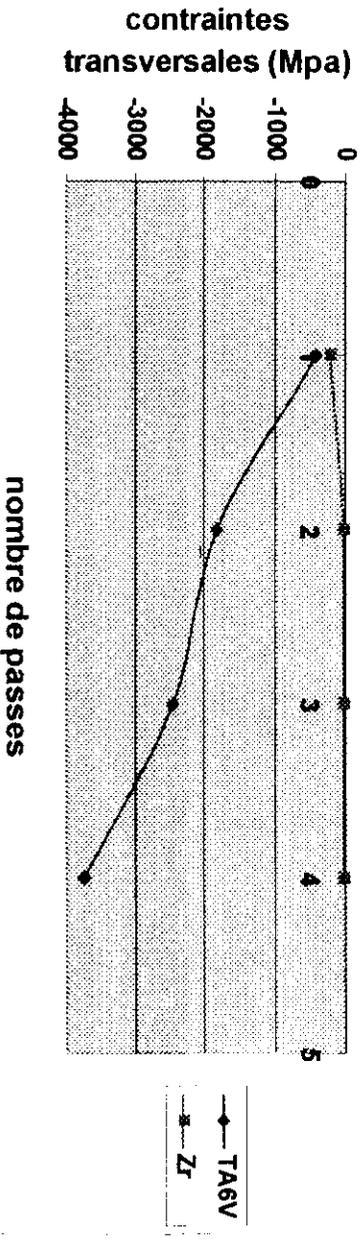
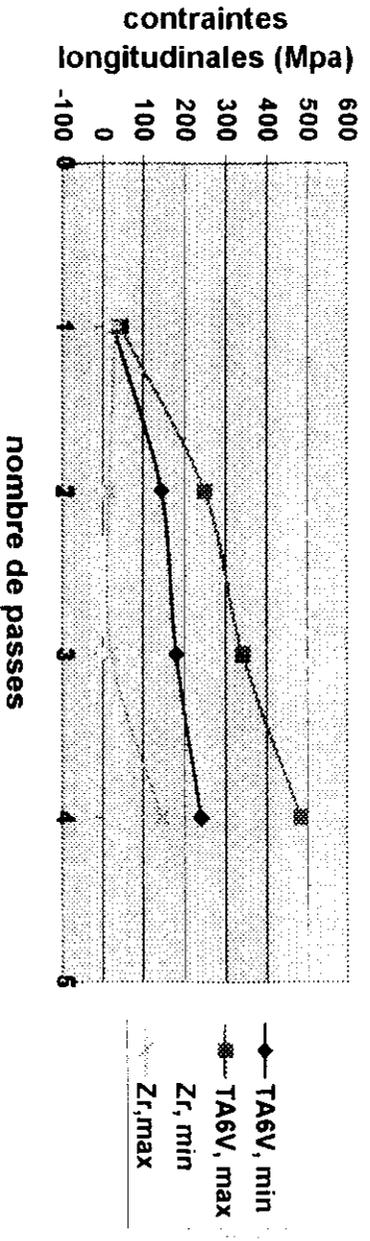
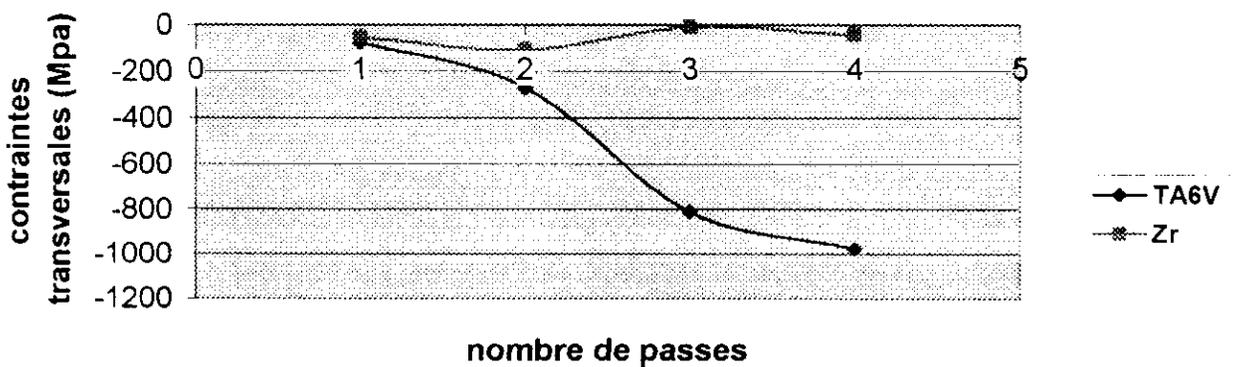
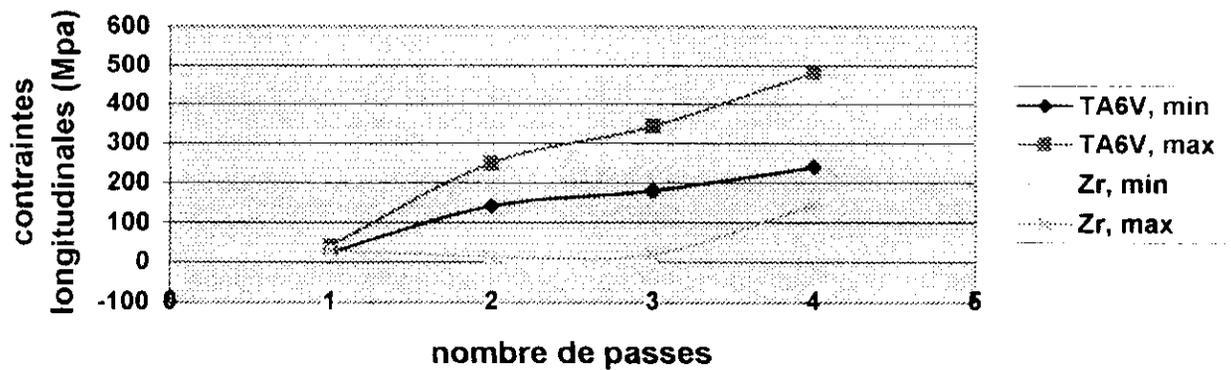


Figure IV.13 : Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=11\text{mm/s}$ .



**Figure IV.14** : Variation des contraintes résiduelles en fonction du nombre de passes pour  $v=12\text{mm/s}$ .

#### IV.4.4. Conclusion

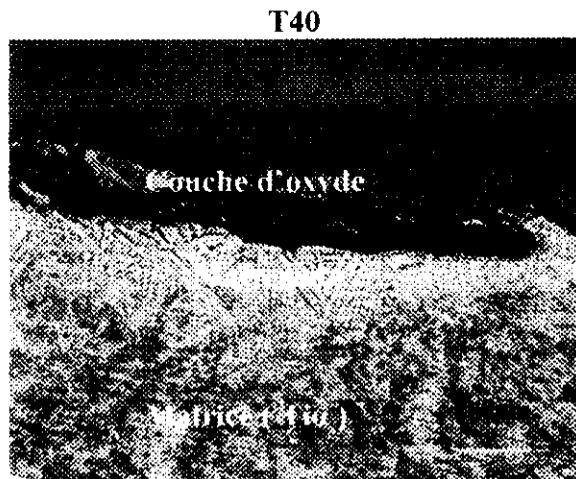
Nos résultats nous ont permis de conclure qu'à chaque fois que le nombre de passes augmente, les contraintes augmentent et l'écart entre les contraintes maximales et minimales pour chaque échantillon augmente pour des vitesses basses. Cela peut être expliqué soit par l'influence de la température soit par l'épaisseur du substrat. Dans notre cas, on s'intéresse uniquement à l'influence de la température causée par la vitesse de déplacement du faisceau laser et le nombre de passes, en effet plus la température du substrat est importante, plus les contraintes résiduelles de compression sont fortes surtout au niveau de l'interface ZAT/substrat.

Ainsi, nous constatons l'importance des différents paramètres sur la valeur de la contrainte résiduelle. C'est le changement structural du au gradient thermique qui permet de mieux comprendre la formation des contraintes dans ce type de structure. Sans avoir détailler l'influence de chaque paramètre, nous avons quand même mis en évidence le rôle de certains paramètres qui jouent un rôle très important sur le niveau de contraintes résiduelles ; il est évident que tous les paramètres n'ont pu être cités car certains axes de recherche sont encore à explorer.

On pense que la technique de mesure utilisée est beaucoup plus précise que les autres méthodes car elle nous permet de comparer la courbure d'un échantillon avant et après le traitement.

### IV.5. Traitement superficiel par laser

Le durcissement superficiel des matériaux métalliques par transformation structurale en phase solide au laser à Diode, consiste à chauffer localement la pièce traitée par absorption de l'énergie radiative du faisceau. Au passage du spot laser, un chauffage intense puis un refroidissement rapide sont atteints. La faible dimension de la zone affectée thermiquement devant celle caractéristique de la pièce, détermine des vitesses de refroidissement élevées et entraîne la formation de structures hors équilibre (figure IV.15).



**Figure IV.15** : Structure hors équilibre, échantillon de titane ET8, puissance 60 W, vitesse de balayage 0,1mm/s, nombre de passes 3.

Le refroidissement rapide par conduction de la chaleur vers l'ensemble du domaine, conduit à une auto trempe qui entraîne la formation de la martensite et confère à l'échantillon traité des propriétés physico-chimiques parfaitement définies.

L'efficacité du traitement passe en premier lieu, par la capacité à maîtriser les évolutions spatio-temporelles des champs de températures induites dans le matériau. Ces évolutions qui conditionnent la cinétique de chauffe ainsi que la profondeur et la largeur de la zone traitée, dépendent des paramètres suivants :

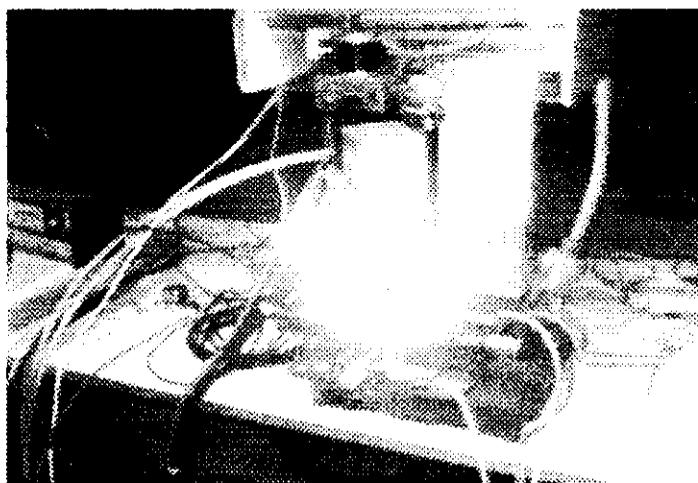
- la puissance du laser et la taille du faisceau ;
- l'interaction du faisceau avec le matériau (absorption et durée d'interaction) ;
- les transferts thermiques : les propriétés thermo physiques du matériau (conductivité thermique, capacité thermique, chaleur latente de changement de phase).

#### IV.5.1. Préparation de la surface à traiter

Le traitement thermique au laser est l'un des moyens utilisés pour améliorer les propriétés physico-chimiques des surfaces traitées. Ceci est dû au fait que les microstructures obtenues sont métastables et fines, provenant d'une auto trempe des microstructures hors d'équilibre (à haute température).

Pour permettre une meilleure absorption du faisceau laser, les échantillons de 45Si7 et T40 utilisés, sont polis au papier abrasif 180 puis revêtus d'une couche de peinture noire. Ces revêtement de surface sont aussi des facteurs de contamination des zones traitées au laser, ils s'ajoutent à ceux dus à l'atmosphère ambiante, en absence de protection gazeuse (par exemple l'argon).

Les échantillons traités (figure IV.14) sont contaminés par l'air ambiant et par le revêtement de surface. Pour le titane, on trouve des oxydes de titane, les nitrures de titane (lorsque l'état de fusion est atteint) et pour l'acier on doit former des couches d'oxydes à identifiés par diffractions des Rayons X.



*Figure IV.16* : Échantillon de titane T40 traitée sans protection gazeuse.

#### IV.6. Paramètres du traitement

Les paramètres choisis dans notre étude sont regroupés dans le tableau (IV.3).

	45Si7	T40
<b>Puissance du laser (W)</b>	<i>60</i>	<i>60</i>
<b>Vitesse de déplacement (mm/s)</b>	<i>1</i>	<i>1</i>
<b>Puissance du laser (W)</b>	<i>60</i>	<i>60</i>
<b>Vitesse de déplacement (mm/s)</b>	<i>0.1</i>	<i>0.1</i>

*Tableau IV.3* : Paramètres pris en compte lors du traitement thermique.

Après avoir régler tout nos paramètres du traitement, nos échantillons sont bridé sur une plaque de cuivre (afin d'augmenter la vitesse du refroidissement) puis la surface est irradiée par le faisceau laser.

## IV.7. Caractérisation physico-chimiques des matériaux

Parmi les moyens utilisés pour la caractérisation de l'interface, figurent le microscope optique (MO), le microscope électronique à balayage (MEB), diffraction des rayons X et les mesures de microduretés.

Ces techniques permettent d'avoir des informations sur la microstructure, sur la morphologie ainsi que sur la formation des composés au niveau de la surface.

### IV.7.1. Observation macroscopique

Après le traitement thermique au laser des échantillons de T40, le cordon traité apparaît avec différentes colorations bleues quand la fusion n'est pas atteinte et avec une coloration dorée cuivrée dans les zones superficielles fondues.

Pour l'acier, le cordon traité présente une couleur noire (probablement des oxydes de fer).

Si le métal traité paraît coloré, c'est en raison des propriétés de la lumière blanche, composée d'un spectre de couleurs allant du rouge au bleu. Dans ce cas, on a affaire à un phénomène d'irisation, une partie de la lumière blanche est réfléchi à la surface externe, l'autre partie pénètre à l'intérieur de la couche oxydée puis à son tour elle est réfléchi par la surface métallique pure. A ce moment, il y a interférence entre ces deux rayons lumineux réfléchis et notre œil voit une couleur bleue, rouge, jaune, etc. Plus la densité de puissance du laser est élevée plus la couche oxydée devient épaisse et chaque gamme d'épaisseur engendre une couleur distincte.

### IV.7.2. Observation au Microscope Optique

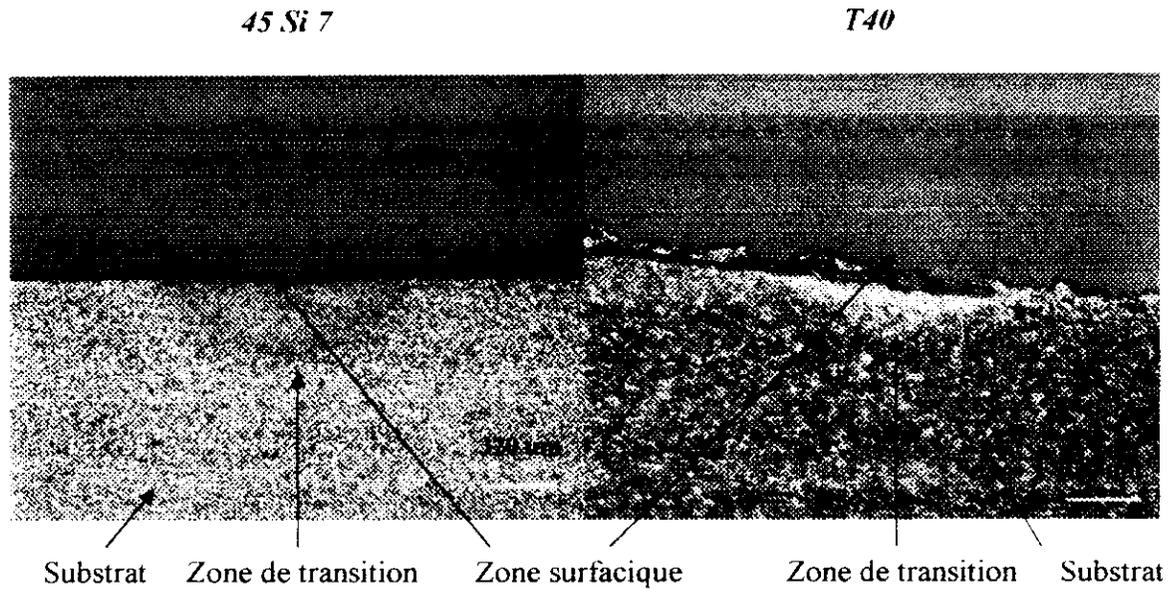
#### IV.7.2.a. Préparation métallographique des échantillons

Traitées par faisceau laser doivent être préparées en vue de leur analyse métallurgique. Cette préparation se divise en quatre étapes :

- **le tronçonnage** : cette préparation est toujours effectuée perpendiculairement à la surface traitée.
- **L'enrobage** : afin de faciliter le polissage et la netteté des bords, les échantillons sont enrobés à chaud.
- **le polissage** : comprend la gamme suivante
  - Papier au carbure de silicium (SiC) de granulométrie (400, 600, 800, 1000, 1200,4000).
  - Drap avec solution de particules de l'alumine ( $Al_2O_3$ ).
  - OPS (oxide polishing solution).
- **L'attaque chimique** : la microstructure des bases de titane et l'acier peuvent être révélés à l'aide des solutions suivantes respectivement :
  - Les alliages du titane : 5 ml HF +10 ml  $HNO_3$  + 85 ml  $H_2O$ .
  - L'acier : solution de nital.

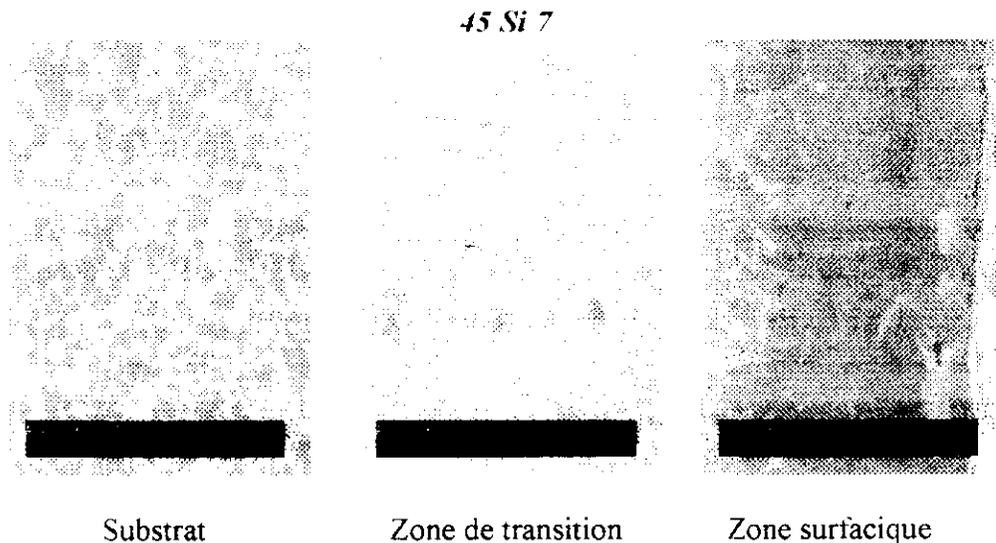
#### IV.7.2.b. L'observation au microscope optique

L'observation au Microscope Optique est effectuée sur des surfaces préparées ayant subi les polissages mécaniques sur des papiers abrasifs à granulométrie de plus en plus faible. Les micrographies obtenues montrent les deux types de matériaux étudiés, en commençant par l'acier (à gauche de la figure) puis le titane (à droite de la figure). Ces photos ont été prises après irradiation de la surface par le faisceau laser (figure IV.17).

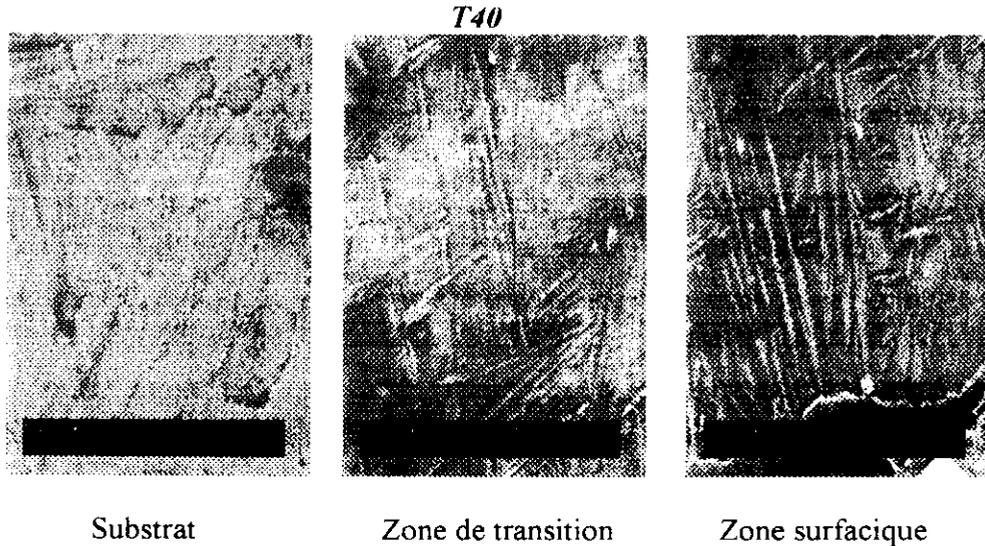


**Figure IV.17 :** Micrographie optique révélant la zone affectée par le traitement laser. Echantillons d'acier et de titane E1,ET8 (resp), puissance 60 W, vitesse de balayage 1 et 0.1mm/s (resp), nombre de passes 4 et 3 (resp).

#### IV.7.2.c. L'observation au microscope électronique à balayage



**Figure IV.18 :** Micrographie électronique à balayage de la martensite dans les trois zones de l'échantillon d'acier E1. Puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 3



**Figure IV.19 :** Micrographie électronique à balayage de la martensite dans les trois zones de l'échantillon de titane ET8. Puissance 60 W, vitesse de balayage 0,1 mm/s, nombre de passes 3.

### IV.7.3. Conclusion

L'observation au microscopique nous a révélé trois zones :

- Une zone surfacique qui révèle de la martensite;
- Une zone de transition qui présente une morphologie identique mais plus fine ;
- Le substrat qui présente la structure initiale (ferrito-perlitique pour 45Si7 et ferritique pour le T40) ;

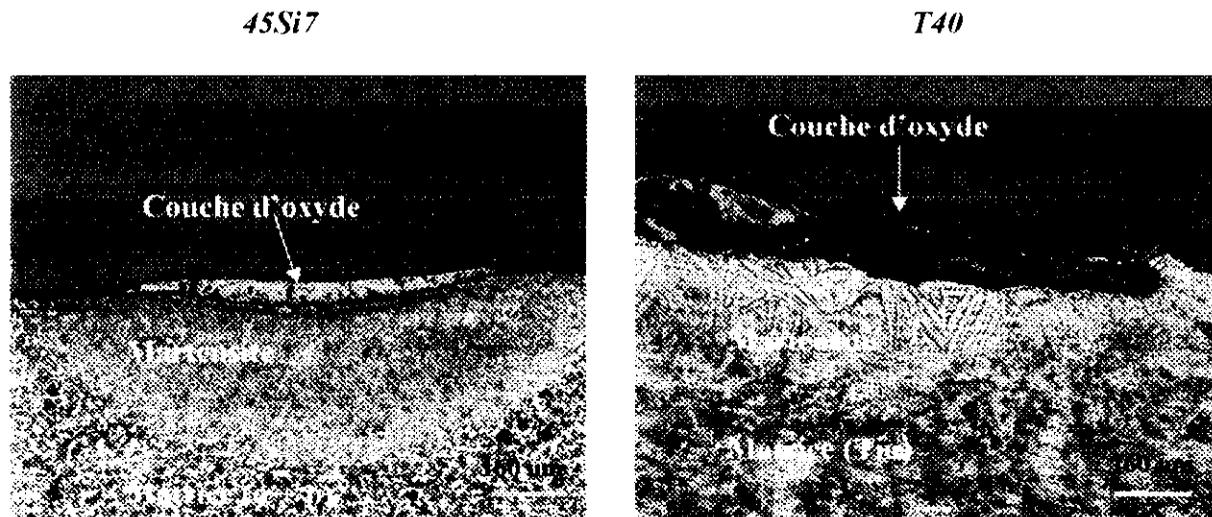
La profondeur maximale de la ZAT mesurée, dépend des conditions de traitement, à savoir la puissance utilisée, la vitesse du déplacement et le nombre de passes effectuées.

Aussi, on a étudié l'influence du nombre de passes sur la profondeur maximale de la ZAT et on a trouvé les résultats présentés sur le tableau IV.4.

Nombre de passes	T40		45Si7	
	Vitesse 0.1 mm/s	Vitesse 1 mm/s	Vitesse 0.1 mm/s	Vitesse 1 mm/s
	<b>Epaisseur de la ZAT (mm)</b>			
1	0.25	0.11	0.22	-
2	0.21	0.37	0.19	-
3	0.27	0.47	0.23	-
4	-	0.8	0.85	0.44
5	-	-	-	0.47
6	-	-	-	-
7	-	-	-	0.43
8	-	-	-	0.65

**Tableau IV.4 :** Influence du nombre de passes sur la profondeur de la ZAT.

Pour quelques échantillons et suivant les paramètres choisis, on a pu observer des oxydes et probablement des nitrures et hydrures de titane (figure IV.20).



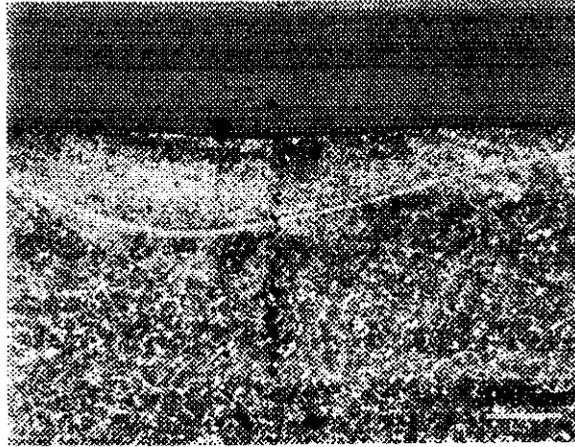
**Figure IV.20** : Détail de la zone superficielle avec formation des oxydes. Echantillon d'acier et de titane E5, ET8 (resp), puissance 60 W, vitesse de balayage 1 et 0.1mm/s (resp), nombre de passes 8 et 3 (resp).

#### IV.8. Mesure de dureté

Les variations des microduretés des microstructures obtenues dans le cas des traitements thermiques au laser, correspondent à celles des mêmes microstructures obtenues par le traitement thermique conventionnel. La microdureté est élevée uniquement dans les régions riches en carbone et/ou en oxygène et azote, lorsqu'on travaille à l'air libre. Cependant, on remarque que les aiguilles martensitiques sont plus fines dans le cas d'un traitement laser que dans les traitements conventionnels.

##### IV.8.1. Propagation des fissures

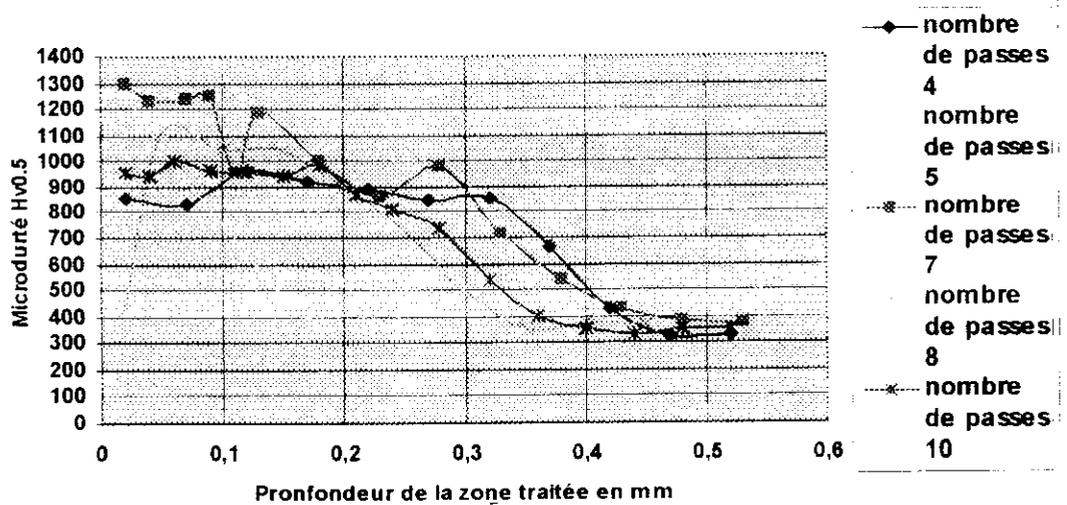
Lors du test de la microdureté, on a remarqué que certains échantillons d'aciers présentent des propagations de fissures nettes à partir d'une charge de 100g. Cette propagation part de l'empreinte laissée par l'indenteur et suit la direction de 45° par rapport à la direction du faisceau laser.



**Figure IV.21** : Propagation des fissures lors de l'application d'une masse charge de 100g. Echantillon d'acier E4, puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 3.

#### IV.8.2. Influence du nombre de passes sur la microdureté

L'influence du nombre de passes sur la microdureté de la zone traitée, nous a permis d'obtenir les résultats illustrés sur les figures IV.19, IV20, IV21 et IV22.



**Figure IV.22** : Influence du nombre de passes sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (45Si7, V=1mm/s, P=60w).

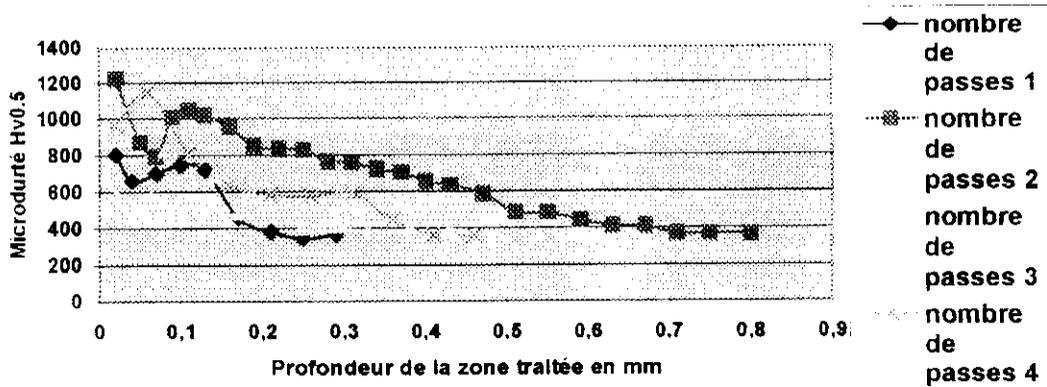


Figure IV.23 : Influence du nombre de passe sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (45Si7, V=0.1mm/s, P=60w).

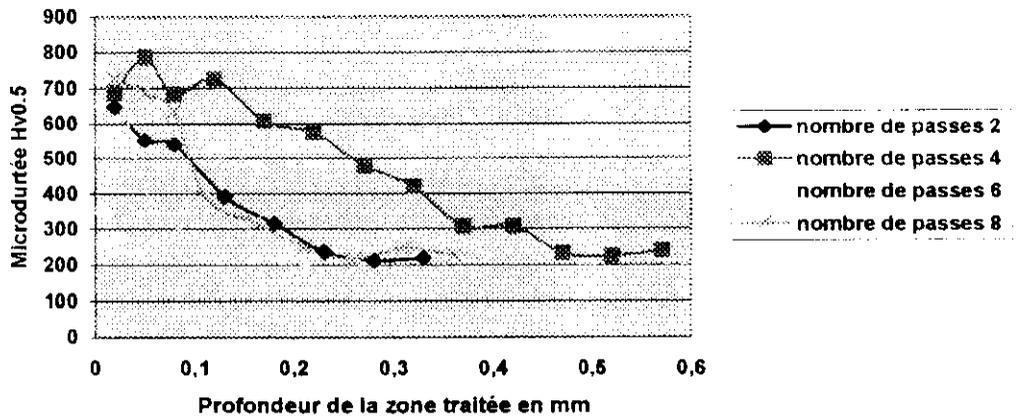


Figure IV.24 : Influence du nombre de passe sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (T40, V=1mm/s, P=60w).

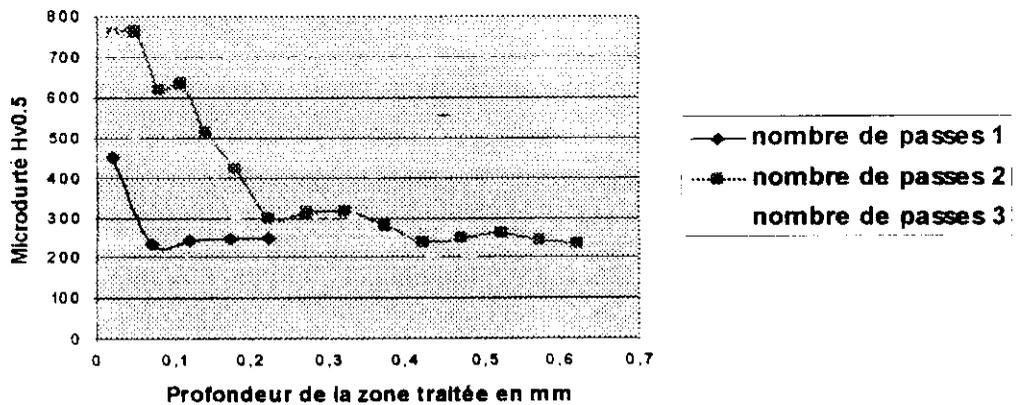


Figure IV.25 : Influence du nombre de passe sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (T40, V=0.1mm/s, P=60w).

### ***IV.8.3. Conclusion***

Les résultats ainsi trouvés, montrent que la microdureté de nos échantillons a atteint dans certains cas des valeurs proches des 1300 Hv pour l'acier et 800 Hv pour le titane. Ceci est dû à la contamination par l'oxygène et l'azote de l'air et de la création de la zone martensitique. D'une façon générale et pour le titane, on peut dire qu'à chaque fois que le nombre de passes augmente, la dureté superficielle augmente sur une épaisseur de l'ordre de 0.02 à 0.05 mm. On suppose que cela est dû aux couches d'oxydes qui se forment surtout à cause des conditions thermiques. Pour ce qui concerne l'acier, on a remarqué que pour un nombre de passes élevé, on obtient des duretés qui sont faibles comparativement à un nombre de passes moins élevé.

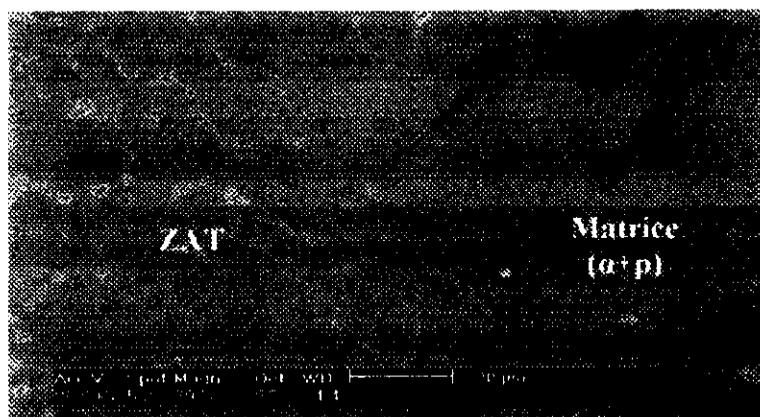
L'allure générale de ces diagrammes, concorde avec la réalité des choses. En effet, la dureté diminue de la direction de la zone traitée (c'est-à-dire affectée thermiquement) vers la zone non affectée (cœur du matériau). Cela s'explique par la formation des oxydes connus par leur haute dureté puis en deuxième lieu on a la formation de la zone martensitique par transformation structurale. Ensuite vient les différentes structures à savoir la bainite supérieur, bainite inférieur et à la fin on retrouve notre structure de départ ce qui explique l'allure du diagramme.

## **IV.9. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)**

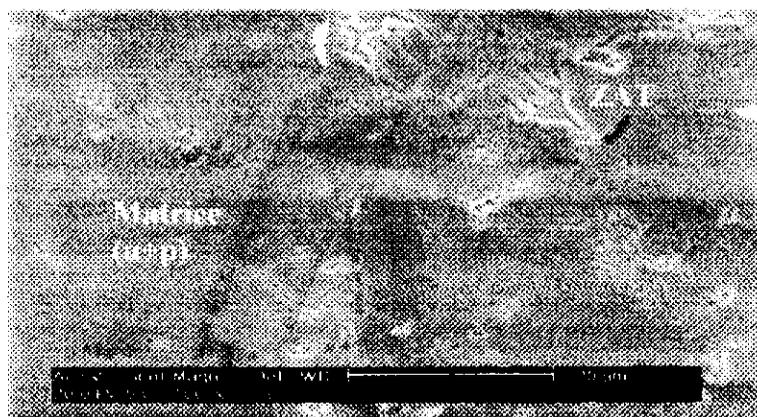
### ***IV.9.1. Observation de la surface***

L'observation au microscope électronique à balayage, nous révèle la présence dans certains échantillons des marques blanches qui parsèment la surface de l'échantillon. Les marques blanches (les plus épaisses) sont des fissures ou des aspérités.

Ces vermicelles de couleur blanche sont en réalité des fissures qui s'étendent sur plusieurs dizaines de micromètres. Elles se concentrent d'ailleurs à la frontière entre la ZAT et la structure de la matrice. Là où on pense que le nombre de passes a conduit à un durcissement beaucoup plus élevé et par conséquent à une fatigue du matériau dû essentiellement à plusieurs cycles d'échauffement et de refroidissement.



**Figure IV.26 :** Observation au MEB de la face l'échantillon X2.  
Interface entre la ZAT et la matrice. Puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 4.

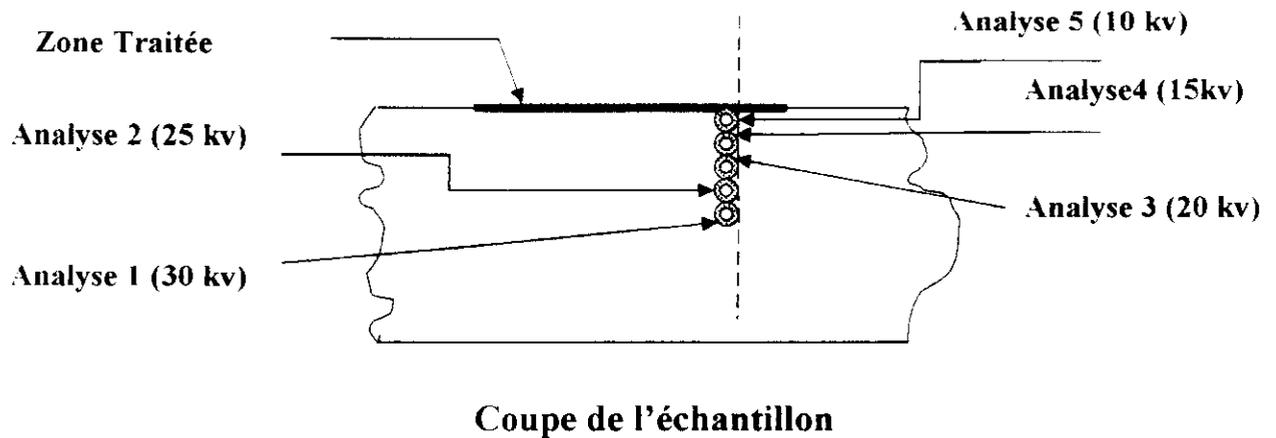


**Figure IV.27 :** Observation au MEB de la face de l'échantillon E4.  
Interface entre la ZAT et la matrice. Echantillon d'acier, puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 7.

#### **IV.9.2. Analyse chimique**

Nous avons utilisé les propriétés d'analyse des composants du microscope pour déterminer la quantité d'oxygène en fonction de la profondeur.

Prenons par exemple l'échantillon ET7 pour lequel nous avons observé une multitudes de couleurs allons du blanc vers diverses nuances du bleu et observons la proportion d'éléments à diverses profondeurs. Ainsi, nous avons exploité différentes tensions délivrées par le microscope, ce qui fera pénétrer le faisceau d'électron émis par le MEB à différentes profondeurs.



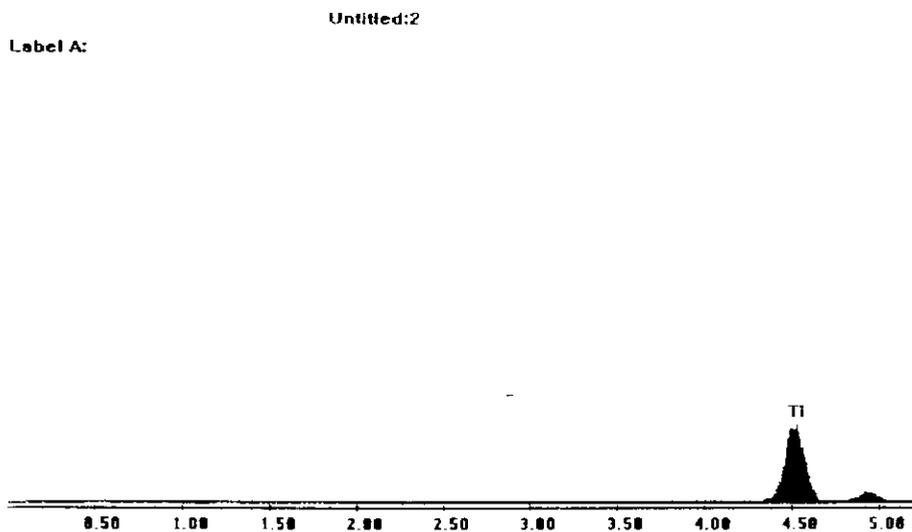
*Figure IV.28* : Principe de l'analyse chimique à différentes profondeurs.

#### *IV.9.2.1 Echantillon ET7*

Les conditions de traitement sont : Echantillon de titane, vitesse de balayage 0.1 mm/s, puissance 60 W, nombre de passes 2.

#### ► Le substrat ET7 :

Avant de commencer nos analyses, nous avons pris comme référence le résultat de l'analyse de l'échantillon ET7 dans la zone non traitée.

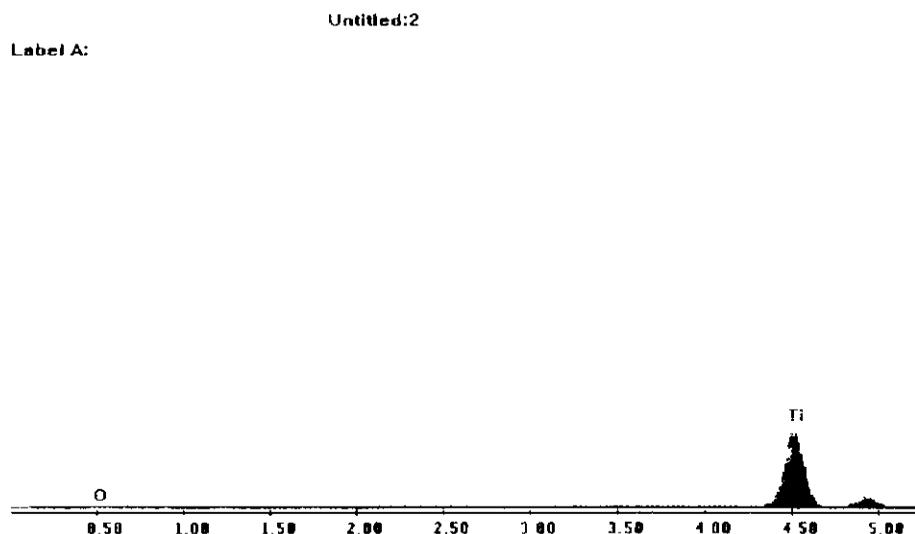


*Figure IV.29* : Analyse des spectres de raies du substrat de ET7 (zone non traitée) pour une tension de 30 kV

Nous observons que des raies de titane. Ce résultat nous paraît logique puisque l'on ne s'attend pas à ce qu'il y ait d'interaction laser matière loin de la zone traitée.

Tension délivrée 30 kV

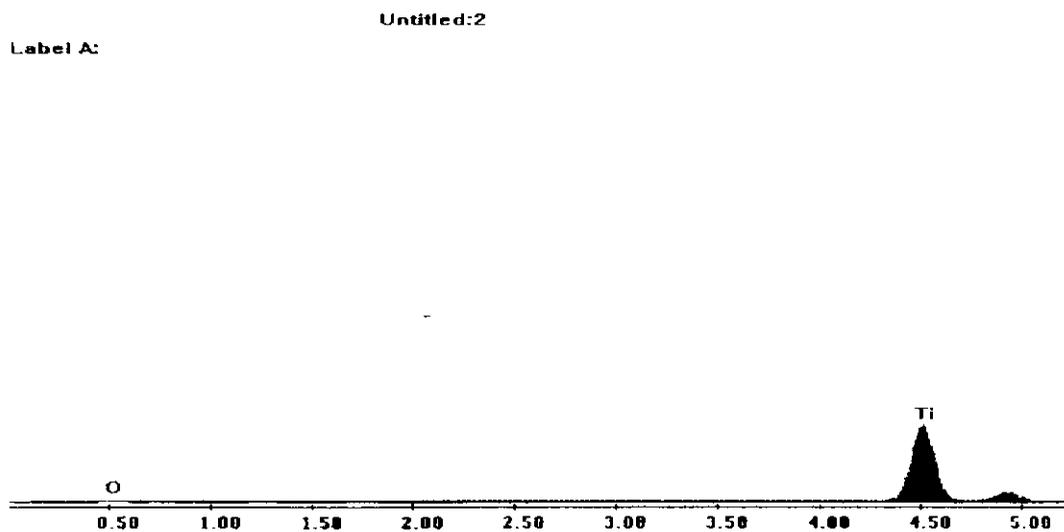
Pour notre première analyse, on délivre une tension de 30 kV. Dans le spectre obtenu, on remarque les principales raies qui correspondent au titane et à l'oxygène. La présence de l'oxygène, atteste de la formation des oxydes même en profondeur.



*Figure IV.30* : Analyse des spectres de raies de l'échantillon ET7 (face traité) pour une tension de 30 kV.

Tension délivrée 25 kV :

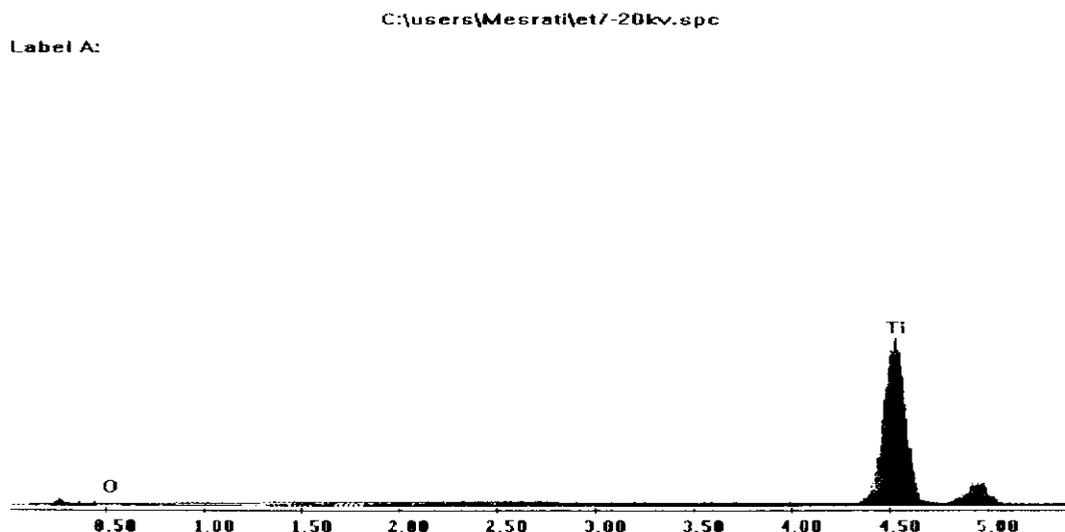
Pour une tension de 25kv, les raies observées restent les mêmes, sauf une très légère augmentation de la proportion de l'oxygène.



*Figure IV.31* : Analyse des spectres de raies de l'échantillon ET7 (face traité) pour une tension de 25 kV.

Tension délivrée 20 kV

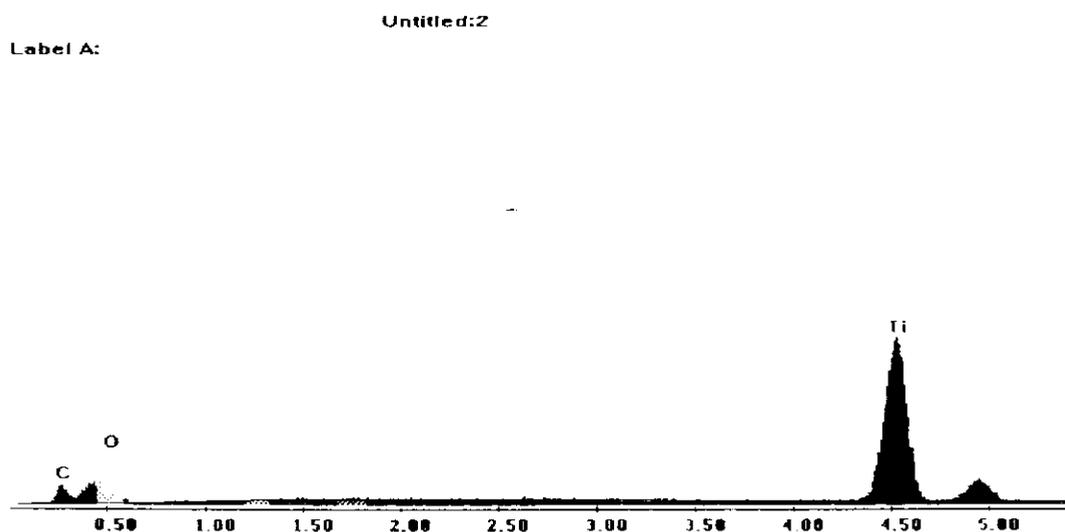
On délivre une tension de 20 kV et là aussi, on remarque une augmentation de l'oxygène.



**Figure IV.32** : Analyse des spectres de raies de l'échantillon ET7 (face traité) pour une tension de 20 kV.

Tension délivrée 15k

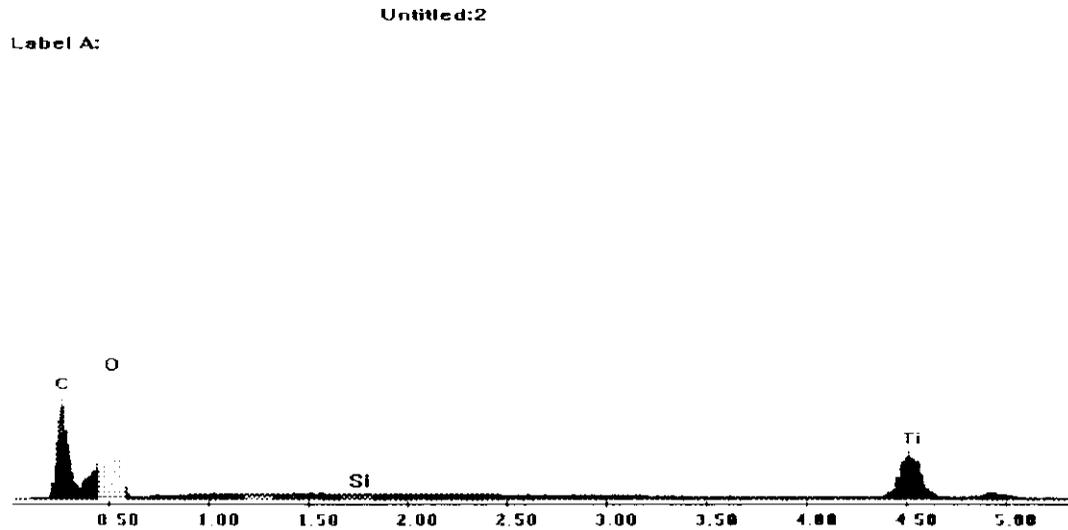
Lors de l'application d'une tension de 15 kV, on a remarqué que la quantité de l'oxygène a augmenté d'une façon remarquable en plus de l'apparition de la raie du carbone. L'apparition de la raie du carbone peut être due à une pollution lors de la préparation métallographique ou lors de l'observation au MEB.



**Figure IV.33** : Analyse des spectres de raies de l'échantillon ET7 (face traité) pour une tension de 15 kV.

Tension délivrée 10 kV

Dans ce cas, on a relevé une nette augmentation des raies d'oxygène et du carbone avec apparition d'une nouvelle raie du silicium qui provient éventuellement du polissage ou qu'il soit un résidu du minerai.



**Figure IV.34 :** Analyse des spectres de raies de l'échantillon ET7 (face traité) pour une tension de 10 kV.

### IV.9.3. Conclusion

Le microscope électronique à balayage ne donne que des proportions relatives des différents éléments composant la zone étudiée. Il ne permet donc pas de déterminer les oxydes réellement formés, ce qui est notre but principal, mais il nous informe d'une façon qualitative sur la possibilité de formation de ces oxydes.

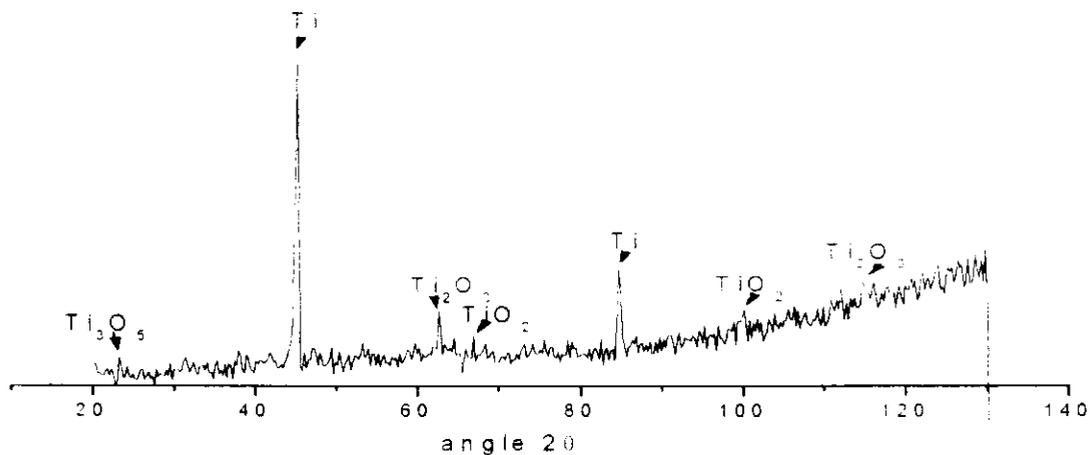
Dans notre analyse, nous avons remarqué une nette augmentation de la quantité de l'oxygène à chaque fois que la tension délivrée est diminuée. Nous rappelons que la profondeur à laquelle nos analyses sont réalisées est proportionnelle à la tension appliquée. Il apparaît donc que plus on remonte à la surface de l'échantillon plus la quantité d'oxygène augmente. Ce qui conforte notre hypothèse sur la possibilité de formation de différentes couches d'oxydes suite à l'observation macroscopique (apparition de plusieurs couleurs), l'observation au microscope optique (apparition d'une couche à la surface) et les essais de microdureté (faible dureté à la surface).

## IV.10. Analyse par diffraction des rayons X

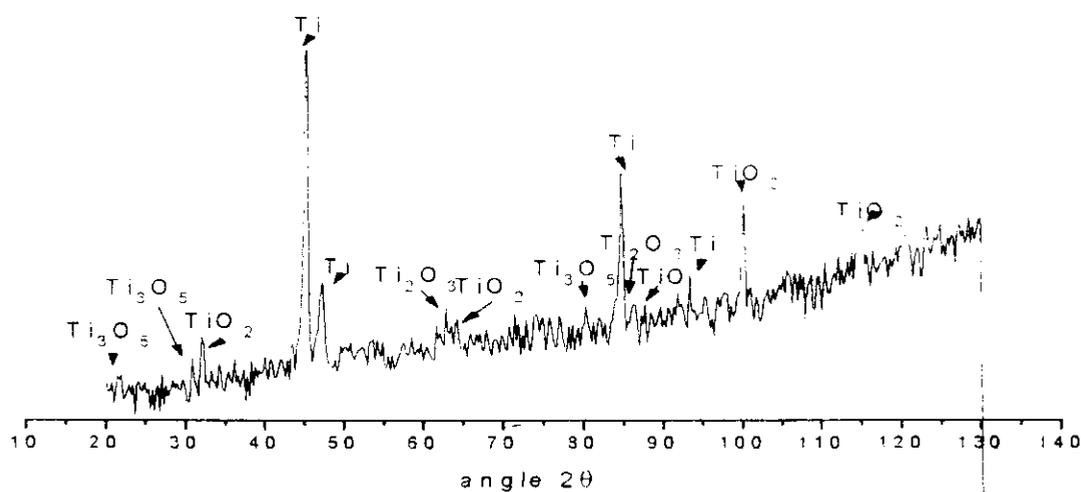
### IV.10.1. le titane T40

L'analyse au microscope électronique à balayage nous a confirmé qu'il ne se formait pas d'autres composés à part les oxydes. Nous avons essayé dans ce qui suit de déterminer la nature de ces composés qui se formaient grâce à la diffraction des Rayons X.

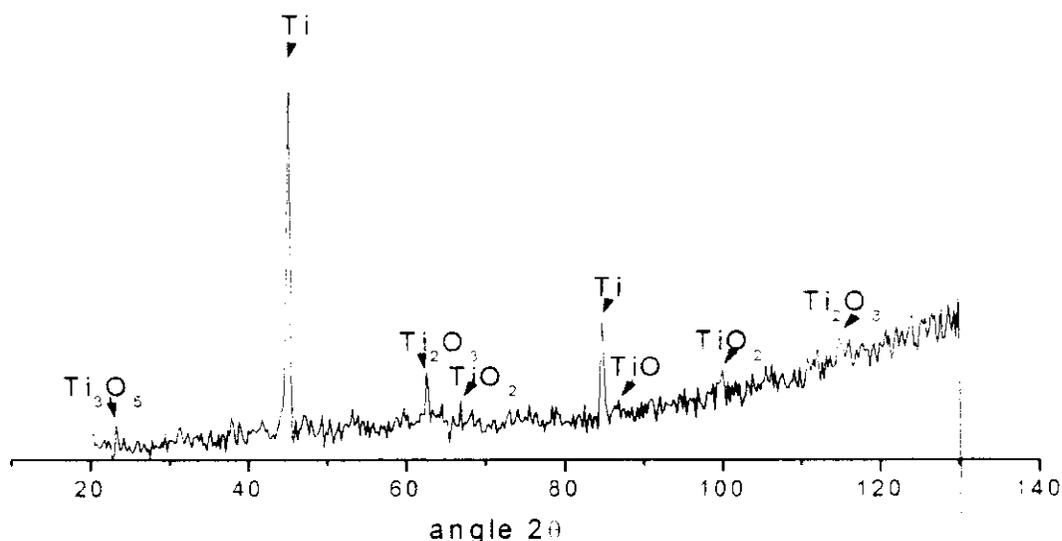
Les échantillons étudiés et à base du titane sont le ET7, ET8 et le ET4. Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures IV33, IV34 et IV35.



**Figure IV.35** : Spectre de diffraction X de l'échantillon ET7. Echantillon d'acier, puissance 60 W, vitesse de balayage 0.1mm/s, nombre de passes .



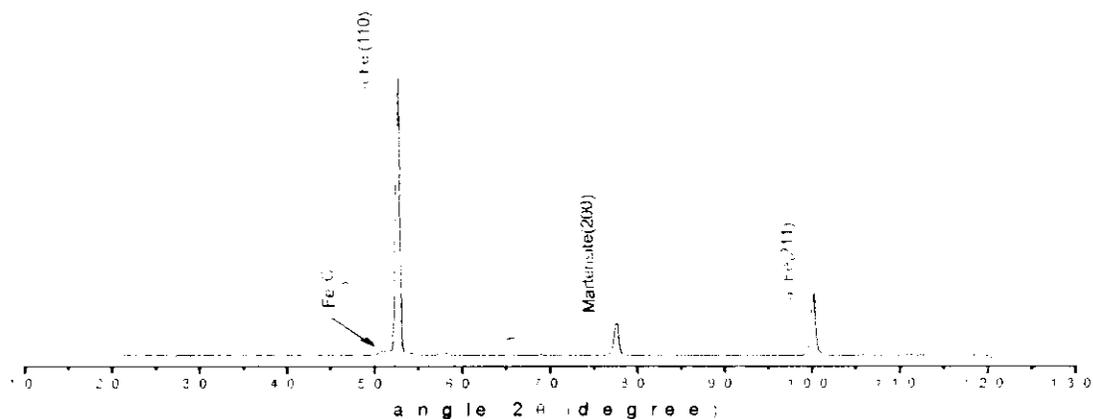
**Figure IV.36** : Spectre de diffraction X de l'échantillon ET8. Echantillon de titane, puissance 60 W, vitesse de balayage 0.1mm/s, nombre de passes 3.



**Figure IV.37 :** Spectre de diffraction X de l'échantillon ET4. Echantillon de titane, puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 1.

#### IV.10.2. Acier 45 Si 7

On a appliqué la même démarche que celle pour le titane, à savoir déterminer les différentes couches d'oxydes.



**Figure IV.38 :** Spectre de diffraction X de l'échantillon X3. Echantillon d'acier, puissance 60 W, vitesse de balayage 0.1mm/s, nombre de passes 3.

#### IV.10.3. Synthèse des résultats d'analyse X

La méthode de caractérisation par la diffraction des rayons X, nous a permis de mettre en évidence la présence de nouveaux composés dans les couches traitées du titane T40. Le tableau IV.5 résume les principaux composés obtenus.

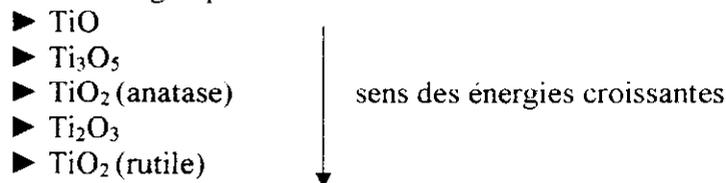
Couleur de la couche	Position du pic maximale	Nature de l'oxyde
Couche jaune	$\theta = 44^\circ$	TiO
Couche bleu-violet	$\theta = 44^\circ, \theta = 31^\circ, \theta = 40^\circ$	TiO, $Ti_2O_3$ et $Ti_xO_{2x-1}$
Couche gris ou blanc	$\theta = 40^\circ, \theta = 50^\circ$	$Ti_xO_{2x-1}, TiO_2$ (anatase et rutile)

**Tableau IV.4 :** Les principaux oxydes obtenus lors du traitement thermique.

Ces analyses indiquent donc clairement la présence de différents types d'oxydes dans les couches traitées. Ainsi, les colorations observées ne sont pas seulement liées à l'épaisseur de films formés mais également au type de produits obtenus. En effet, l'oxyde TiO est connu pour sa couleur jaune alors que le  $Ti_2O_3$  est violet. Sachant qu'une coloration bleue est caractéristique d'une déficience en oxygène dans la forme rutile du  $TiO_2$ . Concernant les produits formés au cours des différents traitements, il est à remarquer qu'aucun type d'un autre produit n'a été relevé. Les composés formés semblent correspondre très simplement à ceux prévus par le diagramme de phase.

La présence de  $TiO_2$  anatase révèle l'existence de phénomènes plus complexe. En effet, cela est relié sans doute aux conditions de refroidissement très rapides qui permettent la formation de la phase anatase métastable qui reste mêlée à la structure stable rutile.

Energétiquement le sens de la formation de ces oxydes est comme suit [21] :



Reste à confirmer si cet ordre a été respecté lors de notre traitement laser. Seul un calcul thermique nous permettra de vérifier ce résultat avec le calcul de la température atteinte lors du traitement.

Pour ce qui concerne l'acier de nuance 45 Si 7, on n'a pas pu détecter les oxydes formés bien qu'on a pu les voir grâce au microscope optique. On pense que la faible épaisseur de cette couche était la cause et il serait plus intéressant d'analyser ces échantillons aux X rasants.

L'analyse par diffraction X, nous a confirmé la formation de la martensite ce qui conforte nos résultats de microdureté.

#### **IV.10.4. Conclusion**

Nous avons donc étudié dans ce paragraphe l'effet d'une radiation d'une diode laser (**ROFIN XL06**) sur la surface de titane pur. Différentes caractérisations physico-chimiques nous ont permis de mettre en évidence l'apparition de divers oxydes de titane. Une diminution de la vitesse de balayage et une diminution du nombre de passes entraînent la formation d'oxydes de degrés supérieurs avec des pics remarquables (figure IV.34 et IV.35).

Dans nos conditions de traitement, on a pu obtenir la formation d'anatase par oxydation du T40 donc l'oxydation de T40 assisté par laser apparait être une technique très prometteuse permettant d'obtenir à moindre coût une surface réactive.

#### IV.11. Estimation de la température à la surface

Pour ce type de source (laser), l'échauffement opère par interaction avec la matière, principalement les électrons, depuis la surface irradiée.

Pour un diamètre de faisceau  $D$  et une vitesse de balayage  $v$ , le temps d'interaction est  $\tau = D/v$ .

Dans le cas du laser, l'absorption de l'onde électromagnétique par le matériau peut être caractérisée par un coefficient d'absorption  $A$ , fonction de l'indice optique du matériau ou du revêtement destiné à l'améliorer ainsi que de l'état de surface de la pièce.

Lors du traitement thermique par laser sans apport de matière, seul un vecteur d'énergie contribue à l'échauffement du substrat qui ce traduit par la partie du faisceau laser absorbée par le substrat et participe à son échauffement [36].

Le modèle de calcul que nous avons choisi, s'appuie sur le modèle de transmission de chaleur dans le cas d'un solide semi infini à la température initiale  $T_i$  qui est soumise à une densité de puissance  $Q_0$  (constante) pendant un temps d'interaction  $\tau$ . Le substrat est modélisé par le solide semi-infini,  $Q_0$  est fonction seulement de la quantité d'énergie apportée par le laser et  $\tau$  est lié à la vitesse de déplacement de la table de travail. On obtient l'expression suivante de la température à la surface du substrat en fonction du temps d'irradiation :

$$T_{i,j}(t) = T_i + 2 Q_0/k (\alpha t_j)^{0.5} \text{ierfc}_{i,j}(x) \quad 0 < t < \tau \quad [\text{IV.5}]$$

Avec

$\alpha$  : diffusivité thermique ( $\text{m}^2/\text{s}$ ).

$k$  : conductivité thermique ( $\text{W}/\text{m.k}$ ).

$Q_0$  : densité de puissance ( $\text{W}/\text{m}^2$ ).

##### IV.12.1. Résultats

Les résultats obtenus ont été réalisés par un logiciel de calcul **Mathcad Professional 2000 version U.S.**

IV.11.1.a. Acier 45 Si 7

► Pour une vitesse de balayage de 0.1 mm/s

		tj										
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Zi =	2	0	398.658	551.361	668.535	767.316	854.345	933.025	1.005.103	1.073.103	1.136.103	1.196.103
	4	0	228.289	370.582	483.069	579.04	664.144	741.401	812.646	879.097	941.608	1.001.103
	6	0	123.759	239.027	338.565	426.578	506.162	579.301	647.324	711.164	771.503	828.858
	8	0	68.482	149.945	231.165	307.363	378.533	445.293	508.266	567.98	624.867	679.278
	10	0	43.567	94.078	155.23	217.518	278.387	337.143	393.671	448.054	500.437	550.978
	12	0	34.073	61.751	104.277	152.364	202.157	252.018	301.221	349.444	396.556	442.524
	14	0	31.035	44.546	71.892	106.954	145.926	186.727	228.256	269.89	311.277	352.213
	16	0	30.221	36.144	52.427	76.601	105.768	137.966	171.955	206.955	242.466	278.162
	18	0	30.04	32.387	41.38	57.133	78.025	102.529	129.506	158.155	187.916	218.395
	20	0	30.006	30.851	35.465	45.175	59.498	77.483	98.248	121.083	145.446	170.927
		0	30.001	30.278	32.481	38.147	47.545	60.278	75.779	93.502	112.982	133.842

Tableau IV.5 : Résultats de la simulation thermique (v=0.1 mm/s).

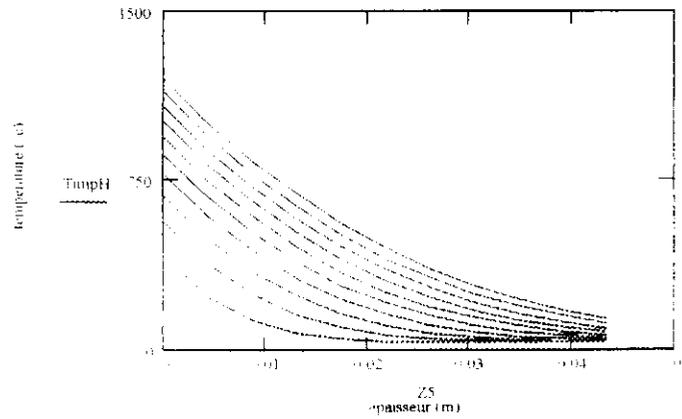


Figure IV.39: Variation de la température en fonction de l'épaisseur.

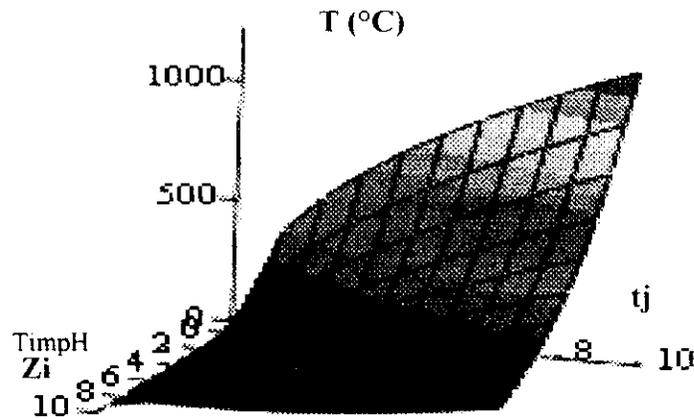


Figure IV.40 : Représentation spatiale de l'évolution de la température en fonction du temps et l'épaisseur

► Pour une vitesse de balayage de 1 mm/s

$t_j =$	$Z_i =$	$t_j$																			
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10									
0.2	0	0																			
0.4	$1.372 \cdot 10^{-3}$	0	146.58	194.869	231.922	263.16	290.681	315.561	338.442	359.738	379.74	398.658									
0.6	$2.744 \cdot 10^{-3}$	0	92.705	137.701	173.273	203.622	230.534	254.965	277.494	298.508	318.276	336.996									
0.8	$4.116 \cdot 10^{-3}$	0	59.649	96.1	127.577	155.409	180.576	203.704	225.215	245.403	264.484	282.621									
1	$5.488 \cdot 10^{-3}$	0	42.169	67.93	93.614	117.71	140.216	161.327	181.241	200.124	218.114	235.32									
1.2	$6.86 \cdot 10^{-3}$	0	34.29	50.263	69.601	89.298	108.547	127.127	145.003	162.2	178.765	194.748									
1.4	$8.232 \cdot 10^{-3}$	0	31.288	40.04	53.488	68.695	84.441	100.208	115.768	131.017	145.915	160.452									
1.6	$9.604 \cdot 10^{-3}$	0	30.327	34.6	43.247	54.338	66.659	79.562	92.694	105.86	118.948	131.893									
1.8	0.011	0	30.07	31.943	37.092	44.737	53.96	64.142	74.89	85.958	97.188	108.476									
2	0.012	0	30.013	30.755	33.599	38.58	45.187	52.936	61.466	70.526	79.937	89.576									
	0.014	0	30.002	30.269	31.728	34.799	39.328	45.016	51.582	58.803	66.507	74.565									
		0	30	30.088	30.785	32.576	35.548	39.575	44.477	50.081	56.241	62.838									
		11																			

Tableau IV.6 : Résultats de la simulation thermique ( $v = 1 \text{ mm/s}$ ).

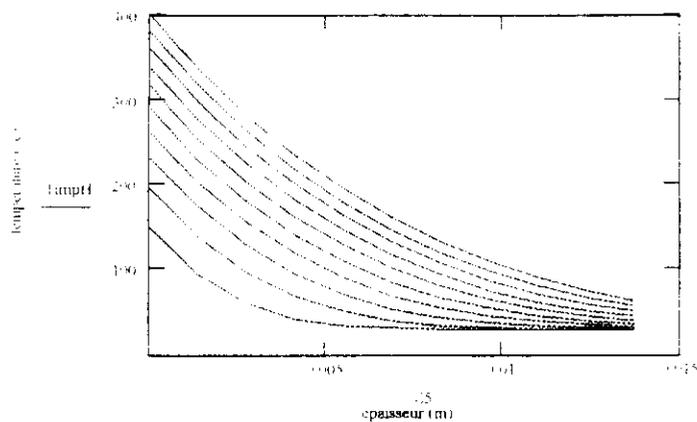


Figure IV.41: Variation de la température en fonction de l'épaisseur

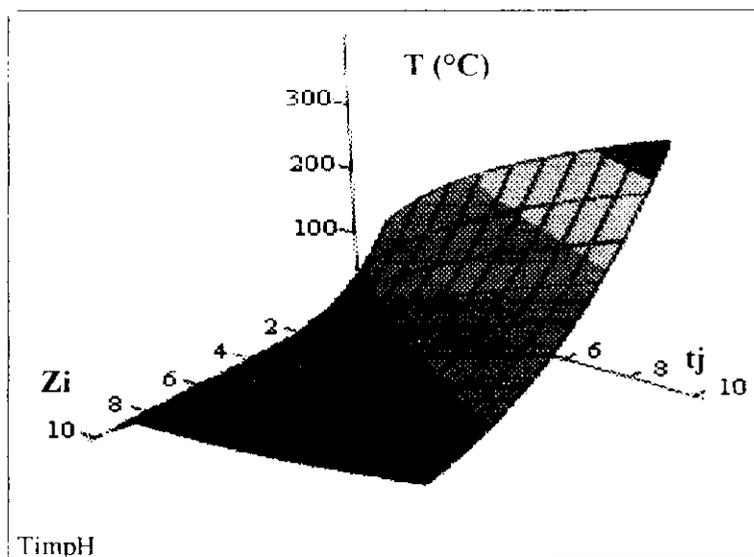


Figure IV.42 : Représentation spatiale de l'évolution de la température en fonction du temps et l'épaisseur.

IV.11.1.b. Le titane T40

► Pour une vitesse de balayage de 0.1 mm/s

$t_j =$	$Z5_j =$
2	0
4	$2.71 \cdot 10^{-3}$
6	$5.421 \cdot 10^{-3}$
8	$8.131 \cdot 10^{-3}$
10	0.011
12	0.014
14	0.016
16	0.019
18	0.024
20	0.027

	$t_j$										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$Z_i$	0	704 722	984 202	199 10 <sup>3</sup>	379 10 <sup>3</sup>	539 10 <sup>3</sup>	683 10 <sup>3</sup>	815 10 <sup>3</sup>	938 10 <sup>3</sup>	1 054 10 <sup>3</sup>	1 164 10 <sup>3</sup>
	1	0	392 911	653 337	859 212	1 035 10 <sup>3</sup>	1 191 10 <sup>3</sup>	1 332 10 <sup>3</sup>	1 462 10 <sup>3</sup>	1 584 10 <sup>3</sup>	1 698 10 <sup>3</sup>
	2	0	201 599	412 564	594 739	755 822	901 477	1 035 10 <sup>3</sup>	1 161 10 <sup>3</sup>	1 277 10 <sup>3</sup>	1 387 10 <sup>3</sup>
	3	0	100 403	249 525	398 174	537 633	667 889	790 074	905 328	1 015 10 <sup>3</sup>	1 119 10 <sup>3</sup>
	4	0	54 83	147 275	259 198	373 198	484 601	592 136	695 595	795 127	890 999
	5	0	37 455	88 111	165 943	253 953	345 084	436 34	526 391	614 649	700 876
	6	0	31 893	56 622	106 671	170 86	242 169	316 844	392 85	469 05	544 796
	7	0	30 405	41 245	71 047	115 29	168 672	227 6	289 807	353 865	418 858
	8	0	30 072	34 369	50 827	79 659	117 897	162 743	212 116	264 551	319 02
	9	0	30 011	31 558	40 002	57 775	83 988	116 905	154 908	196 701	241 29
	10	0	30 001	30 509	34 541	44 91	62 11	85 415	113 785	146 221	181 875

Tableau IV.7 : Résultats de la simulation thermique (v=0.1 mm/s)

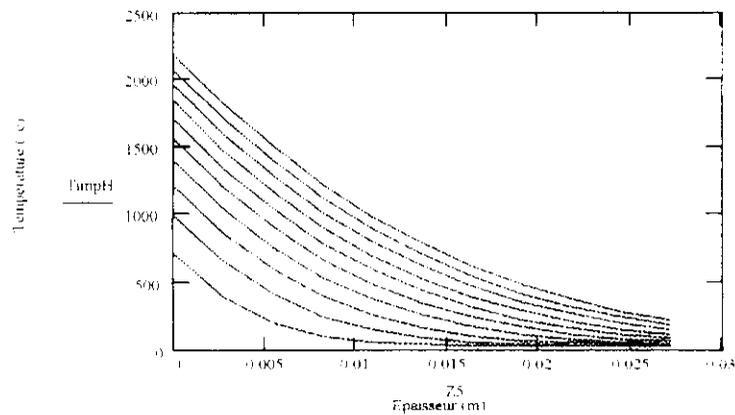


Figure IV.43 : Variation de la température en fonction de l'épaisseur.

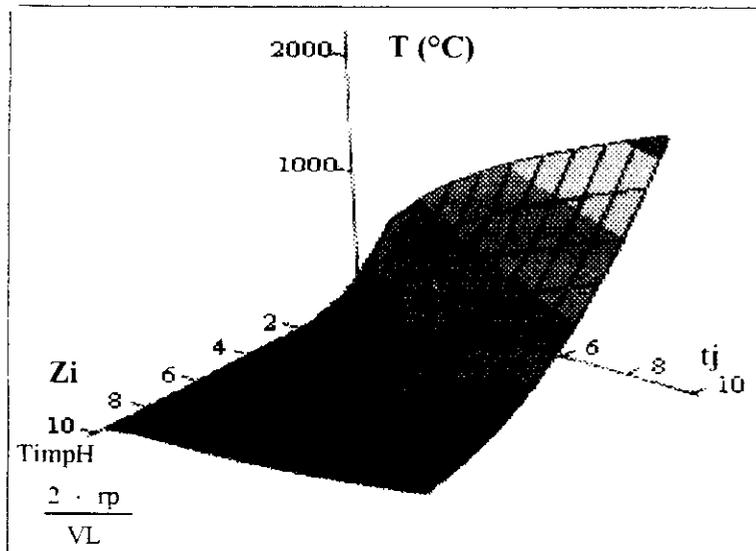
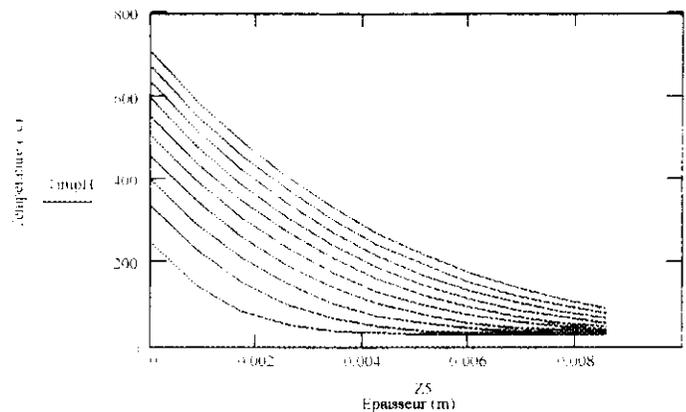


Figure IV.44 : Représentation spatiale de l'évolution de la température en fonction du temps et l'épaisseur.

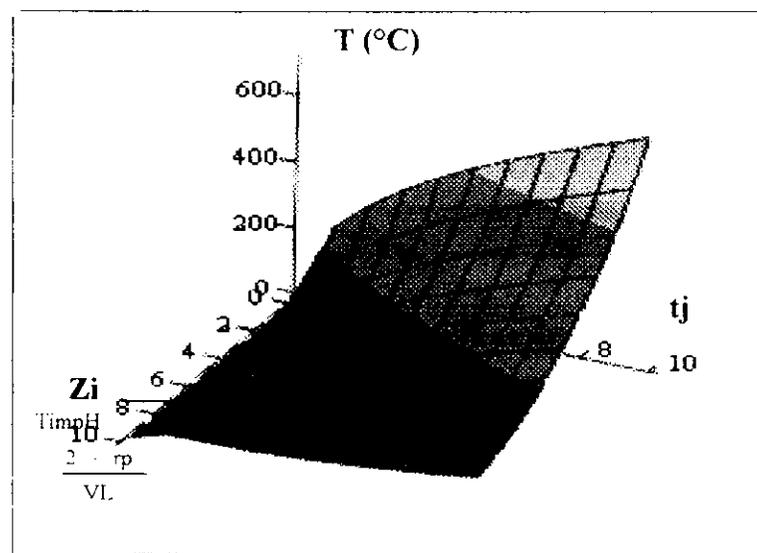
► Pour une vitesse de balayage de 1 mm/s

		tj										
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Zi	0.2	0	243.366	331.745	399.561	456.732	507.101	552.638	594.513	633.49	670.098	704.722
	0.4	$8.571 \cdot 10^{-4}$	144.763	227.116	292.22	347.765	397.02	441.733	482.967	521.427	557.606	591.867
	0.6	$1.714 \cdot 10^{-3}$	84.264	150.977	208.586	259.525	306.585	347.915	387.285	424.233	459.155	492.35
	0.8	$2.571 \cdot 10^{-3}$	52.272	99.42	146.427	190.528	231.718	270.356	306.803	341.364	374.288	405.778
	1	$3.428 \cdot 10^{-3}$	37.852	67.086	102.479	138.529	173.758	207.763	240.48	271.954	302.272	331.523
	1.2	$4.285 \cdot 10^{-3}$	32.358	48.378	72.989	100.82	129.638	158.496	186.973	214.882	242.15	268.754
	1.4	$5.142 \cdot 10^{-3}$	30.599	38.418	54.246	74.544	97.094	120.708	144.743	168.84	192.793	216.485
	1.6	$6 \cdot 10^{-3}$	30.128	33.556	42.98	56.971	73.852	92.487	112.158	132.415	152.968	173.627
	1.8	$6.857 \cdot 10^{-3}$	30.023	31.382	36.586	45.704	57.795	71.977	87.59	104.171	121.396	139.096
	2	$7.714 \cdot 10^{-3}$	30.003	30.493	33.163	38.783	47.072	57.482	69.499	82.715	96.816	111.563
	2	$8.571 \cdot 10^{-3}$	30	30.161	31.436	34.715	40.154	47.524	56.495	66.752	78.027	90.1
11												

Tableau IV.8 : Résultats de la simulation thermique (v= 1mm/s).



**Figure IV.45 :** Variation de la température en fonction de l'épaisseur



**Figure IV.46 :** Représentation spatiale de l'évolution de la température en fonction du temps et l'épaisseur.

#### **IV.11.2. Synthèses des résultats**

La température est plus faible dans les coins de l'échantillon que dans les autres parties. Ceci est cohérent avec les théories de diffusion de la chaleur dans un solide.

L'analyse des résultats obtenus lors du traitement superficiel par laser de 45Si7 et T40 à des vitesses différentes, montre que la vitesse de déplacement joue un rôle important sur la température maximale et l'augmentation du coefficient d'absorption induit une augmentation de la température maximale.

Grâce aux paramètres tels que la puissance, la vitesse et le nombre de passes, on peut agir sur la température de l'échantillon et donc sur la température maximale atteinte et ainsi sur les oxydes qui se forment.

Nous avons vu que la température maximale atteinte oscille entre 398°C et 1196 °C pour le 45Si7 ( $v = 1\text{mm/s}$  et  $0.1\text{mm/s}$  respectivement) et pour le T40 entre 704°C et 2163 °C (pour  $1\text{mm/s}$  et  $0.1\text{mm/s}$  respectivement).

Par ailleurs, lors du traitement de certains échantillons, pour des vitesses basses ( $0.1\text{mm/s}$ ) et le nombre de passes élevées (ET7, ET8), nous avons entendu le bruit caractéristique des plasmas, un sifflement aigu associé à un panache de lumière très blanche, témoignant d'une sublimation. Or, les résultats de l'équation de la chaleur ne rendent pas toujours compte d'une telle augmentation de la température. Puisque pour les deux cas des matériaux la température maximale ne dépasse pas la température de fusion sauf dans le cas du titane dans les conditions où la vitesse était de  $0.1\text{mm/s}$ . On en déduit que notre modèle choisi ne traduit pas la réalité à haute température et cela est du soit aux valeurs des paramètres qui sont pris de la littérature comme la chaleur spécifique  $c_p$ , la conductivité thermique et la densité ou à l'erreur sur la mesure du coefficient d'absorption qui lui dépend fortement de la température. Et même le modèle de transfère de chaleur est appliqué uniquement à un solide semi-infini, ce qui n'est pas le cas dans nos essais.

## CONCLUSION ET SUGGESTIONS

## CONCLUSION ET SUGGESTIONS

L'intérêt d'un traitement thermique superficiel par laser est d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées en surface au niveau des plages fonctionnelles critiques, tout en conservant à cœur une ductilité qui assure la sécurité du fonctionnement de la pièce. On peut ainsi accroître les performances des pièces sollicitées, principalement au voisinage de la surface : résistance à la fatigue notamment en sollicitations répétées non uniformes en flexion, et/ou torsion, résistance à la fatigue de surface et résistance à l'usure abrasive.

Bien que nous n'ayons pas traité les potentialités de ces traitements en termes de tenue mécanique, on pense que notre étude nous a permis une meilleure compréhension des critères d'un bon traitement thermique et des phénomènes qui en découlent (contraintes résiduelles...etc.) grâce à la compréhension de l'influence des différents paramètres. L'apprentissage des diverses techniques nécessaires à l'étude des matériaux et surfaces était indispensable et bénéfique aussi. Le tout nous a permis de converger l'étude théorique avec l'aspect pratique bien que ce n'est pas du tout évident et souvent difficile.

Notre étude a montré combien le nombre de passes est néfaste sur l'état du matériau, ainsi que l'influence de la vitesse du déplacement.

Grâce à la source de la diode laser, nous avons élaboré une gamme de couches colorées allant du blanc vers diverses nuances de bleues en passant par du jaune. Ces couches, ne se distinguent pas par leurs épaisseurs mais par leurs compositions, leurs morphologies et aussi par la nature des oxydes de titane qui sont souvent à l'origine de certaines colorations.

L'analyse par diffraction X, nous a révélé la présence des oxydes dans le titane et celle par E.D.A.X nous a aidé à comprendre le phénomène de formation de ces oxydes par le processus de diffusion de l'oxygène.

Aussi, on a tenté de déterminer la température à la surface du matériau traité bien que les résultats obtenus ne reflètent pas la réalité du terrain mais on suppose qu'on a pu justifier les transformations de phases et les conditions de refroidissements.

Les résultats ainsi obtenus par les différents tests effectués (métallographie, microdureté, MEB...) sont assez concluants. Cependant, il serait souhaitable d'approfondir cette étude par des méthodes de caractérisation performantes telles que les X-Rasants qui sûrement nous auraient permis d'obtenir plus d'informations sur les oxydes formés et leurs natures.

En guise de recommandation, nous proposons une étude portant sur l'influence de ces mêmes paramètres, sur la potentialité en terme de tenue mécanique (sollicitation répétée non uniforme en flexion, résistance à la fatigue de surface et résistance à l'usure...). De plus, on serait intéressé par une étude similaire mais en mode impulsional.

# BIBLIOGRAPHIE

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] R.Dandliker. Les lasers, principe et fonctionnement, presse polytechniques et universitaire romandes. 1996.
- [2] C.Coddet. Introduction aux traitements de surface par impact, M1640, techniques de l'ingénieur.
- [3] D.Dangoisse, D.Hennequin, V.Z.Dhaoui. Les lasers, cours et exercices corrigés, édition Dunod 1996.
- [4] J.P.Peyre, C.Tournier. Choix des traitements thermiques superficiels. Ed. CETIM, 1985.
- [5] P.Chevalier. Interaction du rayonnement avec la matière. A214, techniques de l'ingénieur.
- [6] D.Pantelis. Traitements superficiels par faisceau à haute densité d'énergie. M1240, techniques de l'ingénieur.
- [7] H.Adnani-amridjia, D.Abdi, H.Boudoukha-djabi, A.Boucenna. Correlation entre les conditions de traitement thermique par laser  $\text{CO}_2$  de puissance et les modifications structurales de surface d'alliage de titane TA6V. Elsevier, Paris Ann. Chim.Sci.Mat. 1999. 24. pp.493-503.
- [8] Rayonnement, cours de 1ère année de l'école centrale de Lyon, 1999.
- [9] M.jeandin. Traitements par laser et faisceaux d'électrons. Matériaux et techniques, p.15-22, nov-déc.1989.
- [10] G. Coquerelle, M.Collin, J.P.Massoud, J.L.Fachinetti. Traitements de surface en phase solide. Journal de physique colloque C7 supplément au n° 12. tome 48, p. 105-114. déc.1987.
- [11] A.B.Vannes. Laser et industrie de transformation. Technique et documentation Lavoisier 1986.
- [12] J.M.Pelletier, A.B.Vannes, L.Vincent. Matériaux et techniques : traitement de surface par laser et propriétés mécaniques, N°7-8, P.35, juillet-aout 1991.
- [13] C.Langlade-Bomba, B.Vannes, P.Sallamand, D.Grevey. Lasers de puissance et traitements superficiels, M1642, technique de l'ingénieur.
- [14] P.Lauens, C.Dubouchet, D.Kechemair. Application des lasers au traitement de surface. M1643, techniques de l'ingénieur.
- [15] A.E. Siegman. Lasers. Oxford University Press 1983.
- [16] Y.Combres. Propriétés du titane et de ses alliages, M557, techniques de l'ingénieur.
- [17] A.Chretien, W.Freundlich. Nouveau traités de chimie minérale, tome IX, édition Massonet, pp.1-220, 1963.

- [18] Y.Combres, B.Champin. Traitements thermiques des alliages de titanes. M 1335, techniques de l'ingénieur.
- [19] M.Verdier. Le procédé PROTAL : le couplage d'un laser impulsif et d'une torche de projection thermique pour un procédé de traitement de surface efficace et respectueux de l'environnement, CEE-colloque université industrie-le creusot 13 juin 2002, p c4.1-c6.1
- [20] J.C.Guillais. Traitement de surface, aspects économiques et perspectives, techniques de l'ingénieur M1422.
- [21] B.F.Almas, B.Isabel, S.V.Claire, Z.Ting. L<sub>3</sub>M Marquage couleur sur pièces médicales. projet d'études promotion 2005 N° 68, E.C.Lyon, 2003.
- [22] C.Langlade-Bomba, B.Vannes, P.Sallamand, D.Grevey. Notion de base sur les traitements superficiels sous faisceau laser, laserap 4, tome 1.
- [23] P.Guiraldeng. Matériaux et techniques, situation des traitements de surface du titane face à l'amélioration des propriétés tribologiques, p487-791, déc. 1987.
- [24] C.Chaussin, G.Hilly. alliages métalliques, tome 1, Ed.DUNOD.2<sup>ème</sup> édition 1976.
- [25] J.Barralis, G.Maeder. Précis de métallurgie, édition 6.AFNOR et Natan, 1991.
- [26] R.B.Thompson, W.Y.Lu, A.V.Clark. ultrasonic methods, handbook of measurement of residual stresses, Ed. (J) Lu, SEM Inc., p.149 à 178, 1996.
- [27] G.Maeder, J.L.Lebrun, J.M.Sprael. Détermination par diffraction X des contraintes internes aspects macro et microscopiques, école d'été : matériaux - mise en forme – pièces formées, 1-5 juin 1987 et 21-25 septembre 1987, île d'oléron.
- [28] F.Belahcene. Détermination des contraintes résiduelles par méthode ultrasonore, innovation, techniques de l'ingénieur.
- [29] S.Benimam. Adhérence et rupture d'un bimateriau Mo/42CD4 réalisé par projection thermique, Blida 2000, thèse de magister.
- [30] A. Proner. Revêtement par projection thermique, techniques de l'ingénieur. M1645, p 04, 1999.
- [31] G.Lemayman. Revêtements et traitements de surfaces, les dépôts par projection thermiques : application industrielles.2001 : <http://www.euroceram.org/nov.2001>.
- [32] S.L.Chu, H.Peukert, E.Schneider. Evaluation of residual stress states in welded plates using ultrasonic technique, residual stresses in science and technologie. Ed. By Macherrauch and v. Huak, vol.2, p335-341, 1986.
- [33] C.Bièvre Poulalier. Anodisation du titane. CCE-colloque université industrie- le Creusot 13 juin 2002, p A2.1-A2.8.
- [34] Manuel de l'utilisateur ROFIN DL X06, laser à diodes. 2004.

- [35] Y.Desalos, F.L.Strat. Traitements thermiques superficiel des aciers, M1205. techniques de l'ingénieur.
- [36] T.Malot. Étude des transferts thermiques avec le substrat lors du rechargement laser, CCE-colloque université industrie- le Creusot 15 juin 1995 p B4.1-B4.8.