

*République Algérienne Démocratique et Populaire*

*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

## École Nationale Polytechnique



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

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

Thème :

# Caractérisation de la précipitation dans l'alliage de titane TA6V

Proposé par

Nabil KHERROUBA

Encadré par

Pr. Mabrouk BOUABDALLAH

Nabil KHERROUBA

Réalisé par

Omar DIB

Youcef STAMBOULI

Promotion juin 2013

# Remerciements

Nous remercions, en premier lieu, notre dieu le très miséricordieux qui a bien voulu nous donner la force et le courage d'effectuer le présent travail.

Nous tenons à remercier nos deux promoteurs Pr. M.BOUABDALLAH et Mr. Nabil KHERROUBA pour avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir durant les moments difficiles de l'élaboration de ce projet.

Nous remercions Mr. M.E.DJAGHLAL d'avoir accepté de présider le jury de notre thèse. Nous remercions Mr. K.ABADLI et Mr. SALHI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble du personnel technique et administratif du Centre Nationale de Recherche en Soudage et contrôle à Cheraga (CSC) et plus précisément l'adjoint du directeur Mr Riad BADJI et le chef de division de mécanique et matériaux Mr. Nasser TALA IGHIL.

Sans oublier de remercier Mr. Sofiane DJERRAF, Mr. Billel CHENNITI et Mr. Brahim MEHDI pour leur aide durant le stage pratique du projet.

Nos remerciements aussi à tous les enseignants de l'école nationale polytechnique, en particulier ceux du département de métallurgie, pour nous avoir offert un agréable cadre de formation.

Que toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail, trouve ici l'expression de nos vifs remerciements et notre profonde gratitude.

# Dédicace

Nous dédions ce modeste travail,

À nos très chers parents, qui nous ont accompagnés durant les moments les plus difficiles de ce parcours de notre éducation depuis notre tendre jeunesse, qui ont fait preuve de ces plus copieux desseins pour nous permettre de chercher la voie de nos vies avec leurs précieux conseils, incessamment source de motivation, qui ont sacrifiés tant de choses afin de nous voir grandir et réussir dans le parcours d'études supérieurs. Ils ont toujours été à nos côtés dans les moments les plus dures de nos vies.

À nos chères frères et sœurs. À nos amis et nos collègues.

À toute la famille Dib et la famille STAMBOULI sans exception.

## ملخص

نتطرق في هذا الموضوع إلى دراسة التغيرات التي تطرأ على خليط التيتان TA6V, عند تعرضه لمجموعة معالجات حرارية متمثلة في تسخين عينات من هذا الأخير إلى درجة 1100°م وتثبيت عند هذه الدرجة لمدة 20 دقيقة, ثم تبريد سريع جدا في الماء, ثم معاودة التسخين إلى درجة 800°م وتثبيت هذه العينات عند هذه الدرجة لمدات زمنية مختلفة, ثم بعد هذه المعالجات ندرس التغيرات الطارئة عن طريق التشخيص بالمجهر الضوئي.

دراسة حركية التحولات التي حدثت في الخليط تم بواسطة تتبع الأجزاء المتحولة بدلالة الزمن (عن طريق المقاومة الكهربائية وباستخدام نموذج JMA)

## الكلمات المفتاحية:

خليط التيتان, المعالجة الحرارية, التغيرات الميكروهيكلية, نموذج JMA.

## Résumé

Notre travail consiste à caractériser et étudier la cinétique de transformation de phase dans l'alliage de titane TA6V, lorsque ce dernier subit une série de traitements, qui consiste en une mise en solution à 1100 °C, suivie d'une trempe à l'eau, puis un revenu à 800 °C pendant différentes durées. Nous observons ensuite les changements survenus par microscopie optique.

L'étude de la cinétique de transformation de phase s'est faite à l'aide de la méthode de la résistivité électrique et le modèle de Johnson-Mehl-Avrami ( JMA).

Mots clés :

Alliage de titane TA6V, traitement thermique, transformations de phases, modèle de JMA.

## Abstract

The objectif of this work is to characterize and study the kinetic of phase transformation in the titanium alloy TA6V, when this one undergoes a serie of heat treatments, which consists in a solution treatment at 1100 °C for 20 minutes, followed by a water quenching, then a tempering at 800 °C for different durations. After that, we observe the changements that occurred by optical microscopy.

The study of the phase transformation kinetic was done using the electrical resistivity method and the JMA model.

Key words :

Titanium alloy TA6V, heat treatment, phase transformations, JMA model.



# Table des matières

Introduction générale	1
<b>I Etude bibliographique</b>	<b>3</b>
<b>1 Généralités sur le titane et ses alliages</b>	<b>4</b>
1.1 Le titane . . . . .	4
1.1.1 La transformation $\alpha/\beta$ . . . . .	6
1.2 Alliages de titane . . . . .	7
1.2.1 L'effet des éléments d'addition . . . . .	7
1.2.2 Les différents types d'alliages de titane . . . . .	9
1.3 Le TA6V . . . . .	11
1.3.1 Diagramme d'équilibre Ti-Al . . . . .	11
1.3.2 Diagramme d'équilibre Ti-V . . . . .	11
1.3.3 Diagramme d'équilibre ternaire Ti-Al-V. . . . .	11
<b>2 Traitements thermiques</b>	<b>15</b>
2.1 Introduction . . . . .	15
2.2 Effet d'un traitement thermique sur la microstructure . . . . .	15
2.3 Les différents traitements thermiques des alliages de titane . . . . .	19
2.3.1 Traitement de relaxation . . . . .	19
2.3.2 Les recuits . . . . .	19
2.3.3 Mise en solution et vieillissement . . . . .	19
2.4 Transformations isothermes . . . . .	20
2.4.1 Diagramme TTT . . . . .	20
2.4.2 Diagramme TTT du TA6V . . . . .	21
2.5 Transformation anisotherme . . . . .	21
2.5.1 Changement de phase en conditions anisothermes . . . . .	21
<b>3 La cinétique de transformation</b>	<b>25</b>
3.1 Introduction . . . . .	25
3.2 Rappels sur la germination . . . . .	25
3.2.1 Germination homogène . . . . .	25
3.2.2 Germination hétérogène . . . . .	27
3.3 Le modèle de JMA pour les transformations isothermes . . . . .	29

3.4	Détermination des paramètres de la cinétique de transformation . . . . .	31
<b>II</b>	<b>Etude Expérimentale</b>	<b>32</b>
<b>4</b>	<b>techniques experimentales</b>	<b>33</b>
4.1	Introduction . . . . .	33
4.2	Analyse de la composition chimique . . . . .	33
4.3	Préparation des échantillons . . . . .	35
4.3.1	La découpe des échantillons . . . . .	35
4.3.2	L'enrobage des échantillons . . . . .	35
4.3.3	Le polissage . . . . .	35
4.3.4	L'attaque chimique . . . . .	36
4.3.5	L'observation au microscope optique . . . . .	36
4.4	Les traitements thermiques . . . . .	37
4.4.1	La mise en solution . . . . .	37
4.4.2	Le revenu . . . . .	37
4.5	Caractérisation par DRX . . . . .	38
4.6	Mesure de la résistivité électrique par la méthode des quatre points . . . .	40
<b>5</b>	<b>Résultats et interprétations</b>	<b>42</b>
5.1	L'analyse métallographique . . . . .	42
5.1.1	L'alliage à l'état reçu . . . . .	42
5.1.2	Effet des traitements thermiques . . . . .	43
5.2	Caractérisation par DRX . . . . .	48
5.2.1	Indexation des pics du diffractogramme . . . . .	48
5.2.2	Calcul des paramètres de la maille . . . . .	48
5.3	Etude de la cinétique . . . . .	50
5.3.1	Estimation de la fraction transformée . . . . .	50
5.3.2	Modélisation par l'équation de JMA . . . . .	52
	<b>Conclusion générale</b>	<b>56</b>

# Table des figures

1.1	Formes allotropiques du titane. . . . .	5
1.2	Module de Young en fonction de l'angle de déclinaison. . . . .	6
1.3	Représentation de la transformation $\alpha/\beta$ dans le titane. . . . .	6
1.4	Diagramme binaire Ti-Al. . . . .	8
1.5	Diagramme binaire Ti-Mo. . . . .	9
1.6	diagramme d'équilibre Ti-V. . . . .	12
1.7	Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 1400 °C. . . . .	12
1.8	Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 1200 °C. . . . .	13
1.9	Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 980 °C. . . . .	13
1.10	Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 900 °C. . . . .	14
1.11	Diagramme pseudo-binaire d'un alliage de titane. . . . .	14
2.1	Structure du TA6V (mill annealed), la structure est composée de grains $\beta$ globulaires dans une matrice $\alpha$ . . . . .	17
2.2	Effet du refroidissement sur la microstructure d'un alliage. . . . .	18
2.3	Relation entre temps et relaxation pour différentes températures (TA6V). . . . .	19
2.4	Diagramme TTT . . . . .	20
2.5	Diagramme TTT pour le TA6V après une remise en solution à 1025 °C pendant 30 min. . . . .	21
2.6	Diagramme TRC du TA6V à partir du domaine $\beta$ (1025 °C) . . . . .	23
3.1	Le changement de l'énergie libre de la germination homogène suivant le rayon r. . . . .	26
3.2	Différents cas rencontrés dans les transformations de phases. . . . .	27
3.3	Germe de taille critique pour une germination en joint de grain. . . . .	28
3.4	Germe de taille critique ayant une relation d'orientation avec l'un des grains. . . . .	28
3.5	la variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de n. . . . .	30
3.6	La variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de K. . . . .	30
4.1	Les résultats de la composition chimique de l'alliage étudié par EDX. . . . .	34
4.2	Position de notre alliage dans le diagramme pseudo binaire. . . . .	34
4.3	Micro tronçonneuse. . . . .	35
4.4	Polisseuse. . . . .	36
4.5	Microscope optique couplé avec le PC pour voir la microstructure plus nette. . . . .	36
4.6	Le traitement de mise en solution. . . . .	38
4.7	Le traitement de revenu. . . . .	38

4.8	Interprétation conventionnelle de la loi de Bragg. . . . .	39
4.9	Aperçu de l'interface du logiciel MAUD. . . . .	40
4.10	Schéma représentatif du matériel de la methode des quatre points. . . . .	41
4.11	Schéma représentatif du dispositif de mesure de la résistivité. . . . .	41
5.1	Microstructure de l'échantillon non traité de l'alliage TA6V : a) x200, b) x500, c)x1000, d)x1500. . . . .	43
5.2	Point triple non équilibré. . . . .	44
5.3	Microstructure de l'échantillon mis en solution et hypertrempé de l'alliage TA6V : a) x100, b) x200, c) x500, d)x1000 . . . . .	45
5.4	Microstructure des échantillons mis en solution puis maintenus à 800 °C (x200). a) échantillon maintenu pendant 5 minutes. b) échantillon maintenu pendant 10 minutes. c) échantillon maintenu pendant 15 minutes. d) échantillon maintenu pendant 3 heures. . . . .	46
5.5	Microstructure des échantillons mis en solution puis maintenus à 800 °C (x500). a) échantillon maintenu pendant 5 minutes. b) échantillon maintenu pendant 10 minutes. c) échantillon maintenu pendant 3 heures. . . . .	47
5.6	indexation des pics du diffractogramme . . . . .	48
5.7	Courbe de la cinetique de transformation $y = f(t)$ . . . . .	52
5.8	Courbe de $\ln \left( \ln \left( \frac{1}{1-y} \right) \right) = f(t)$ . . . . .	53
5.9	Superposition des deux courbes calculée et pratique de la cinetique de transformation $y = f(t)$ . . . . .	54
5.10	Courbe décrivant la vitesse de transformation $dy/dt= f(t)$ . . . . .	54

# Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques du titane. . . . .	5
2.1	Propriétés en fonction des traitements . . . . .	16
2.2	Propriétés en fonction des traitements . . . . .	17
4.1	Traitement correspondant à chaque échantillon . . . . .	37
5.1	Valeurs des paramètres a et c de la structure HC . . . . .	49
5.2	Valeur du paramètre a de la structure CC. . . . .	49
5.3	Paramètres des mailles calculés, ceux fournis par MAUD et ceux de la littérature. . . . .	49
5.4	$G_7$ correspondant aux différents rapports W/S. . . . .	50
5.5	Différentes épaisseurs mesurées à partir des échantillons ainsi que les différents rapport W/S. . . . .	51
5.6	Valeurs de la tension moyenne mesurées pour chaque échantillon ainsi que les résistivités électriques surfacique et volumique moyennes calculée à partir des mesures. . . . .	51
5.7	Valeurs de $\gamma$ en fonction de t. . . . .	52

# Introduction générale

Le titane et ses alliages sont largement utilisés dans l'industrie (particulièrement l'industrie aéronautique) et ce, grâce aux propriétés qu'ils exhibent (très bonne résistance à la corrosion, très bonne ductilité et biocompatibilité) et à leur abondance dans la croûte terrestre.

Le titane est le siège d'une transformation allotropique puisqu'il passe, à la température de  $882^{\circ}\text{C}$  (appelée transus  $\beta$ ) d'une phase appelée  $\alpha$  (de structure hexagonale compacte) stable à basse température vers une phase appelée  $\beta$  (de structure cubique centrée) stable à haute température. Le transus  $\beta$  ainsi que les fractions des deux phases étant tributaires des taux d'éléments d'addition.

Le TA6V est l'un des alliages de titane les plus utilisés, sa microstructure biphasée lui confère des propriétés très intéressantes, entre autres, la possibilité d'améliorer ses propriétés par traitement thermique.

Ce travail rentre dans le cadre d'un projet de recherche initié par le Centre National de Recherche en Soudage et Contrôle (C.S.C) et proposé par la compagnie aérienne nationale Air Algérie. En effet, la compréhension des modifications que subissent les alliages de titane durant les cycles thermiques de soudage (chauffage et refroidissement) permettent d'optimiser les conditions de leur utilisation et de pouvoir prévoir les microstructures obtenues par modélisation des cinétiques de transformation de phases.

Le modèle utilisé dans ce travail est celui proposé par Johnson-Mehl-Avrami (JMA) pour les transformations de phases en conditions isothermes.

Par ailleurs, la connaissance des cinétiques de transformations isothermes permet, d'un côté, de caractériser ces transformations ayant lieu à température constante et, d'un autre côté, d'être un outil pour étudier les cinétiques de transformation dans les conditions anisothermes.

C'est dans cette optique que nous nous proposons de réaliser cette étude.

Pour cela nous avons divisé notre travail en deux grandes parties elles même scindées en plusieurs chapitres. Une première partie dédiée à une recherche bibliographique. Cette partie comporte trois chapitres :

1. Dans le chapitre 1 sont regroupés des rappels sur le titane et ses alliages
2. Le chapitre 2 est consacré aux traitements thermiques que subissent les alliages de titane ainsi que les modifications qu'ils génèrent.
3. Dans le chapitre 3 on s'intéresse au modèle proposé par JMA avec quelques rappels sur la germination et la croissance des précipités.

La deuxième partie est consacrée au travail expérimental entrepris, elle se compose de deux chapitres :

1. Dans le chapitre 4 on énumère avec une description détaillée l'ensemble des techniques expérimentales utilisées.
2. Le chapitre 5 est consacré au traitement et à l'interprétation des résultats obtenus. Ce travail est terminé par une conclusion générale dans laquelle on regroupe l'essentiel des constatations relevées ainsi que les perspectives que peut offrir cette étude.

**Première partie**  
**Etude bibliographique**



# Chapitre 1

## Généralités sur le titane et ses alliages

### 1.1 Le titane

Le titane fut découvert en 1790 par le moine anglais Gregor, depuis, plusieurs tentatives d'extraction ont été faites, mais les produits n'étaient pas satisfaisants car sa grande réactivité avec l'oxygène et l'azote rendait son extraction difficile. Ce n'est qu'aux environs de 1940 qu'un procédé inventé par Kroll a rendu l'extraction à l'échelle industrielle possible. Ce procédé consiste à réduire le tétrachlorure de titane ( $\text{TiCl}_4$ ) avec le magnésium sous gaz inerte, le produit résultant été poreux, d'où sont appellation « titane spongieux ». Ce procédé a permis le démarrage de l'industrie du titane aux environs de 1950 et reste utilisé jusqu'à ce jour [1].

Le titane est un métal de la colonne IVB de la classification périodique des éléments, il est connu pour sa grande résistance à la corrosion dans plusieurs milieux tels que l'eau de mer ou l'organisme humains d'où son utilisation en tant que biomatériau. Ces propriétés mécaniques sont comparables à celles des aciers tout en ayant une masse volumique nettement inférieure ( $\rho = 4.5 \text{ g.cm}^{-3}$ ). A basse température sa structure est hexagonale compacte (Ti- $\alpha$ ), avec des paramètres de maille  $a=0.295 \text{ nm}$ , et  $c=0.468 \text{ nm}$ , le rapport  $c/a$  résultant est de 1.587 et est inférieur à celui d'un hexagonale compacte idéal. à 882 °C, le titane est le siège d'une transformation allotropique, passant d'une structure hexagonale compacte à une structure cubique centrée (Ti- $\beta$ ), de paramètre de maille  $a=0.332 \text{ nm}$ , les deux structures sous lesquelles le titane peut prendre forme ainsi que leurs plans et directions denses sont schématisées dans la figure 1.1 [2].

D'autres caractéristiques du titane sont indiquées dans le tableau 1.1.

TABLE 1.1 – Caractéristiques du titane [1].

Température de fusion ( $^{\circ}\text{C}$ )	1670
Transformation allotropique ( $^{\circ}\text{C}$ )	$\beta \xrightarrow{882} \alpha$
Structure cristalline	cc $\rightarrow$ hc
Module de Young à la température ambiante (Gpa)	115
Résistance à la traction (MPa)	1000
Coefficient de dilation thermique ( $10^{-6}K^{-1}$ )	8.36
Conductivité thermique (W/mK)	14.99
Capacité calorifique spécifique (J/kgK)	523
Résistivité électrique ( $10^{-9}\Omega\text{m}$ )	564.9
Densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	4.5
Résistance à la corrosion comparative	très haute
Réactivité comparative avec l'oxygène	très haute

L'existence de deux formes allotropiques est à l'origine de la variété d'alliages de titane qu'on peut avoir. Aussi, les caractéristiques mécaniques sont directement liées à ces structures, telles que l'anisotropie de la structure hexagonale compacte. En effet le module d'Young peut varier de 100 à 145Gpa en fonction de l'angle de déclinaison que fait l'axe de traction avec l'axe perpendiculaire à la base de la maille, cette variation est schématisé par un graphe sur la figure 1.2[1].

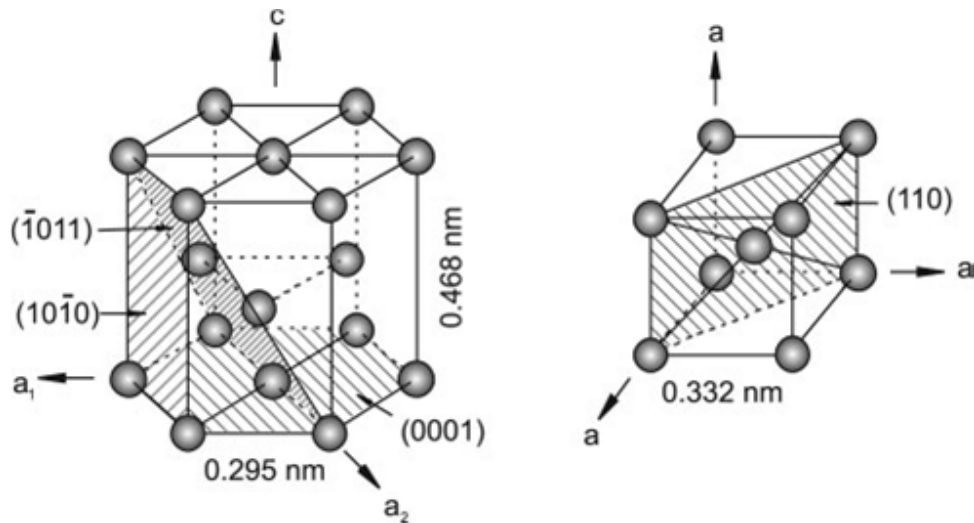


FIGURE 1.1 – Formes allotropiques du titane a) Ti- $\alpha$  structure hexagonale compacte ; b) Ti- $\beta$  structure cubique centré [3].

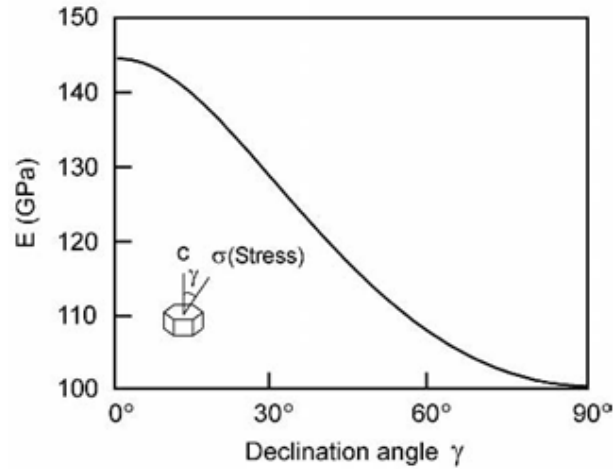


FIGURE 1.2 – Module de Young en fonction de l'angle de déclinaison  $\gamma$  [1].

### 1.1.1 La transformation $\alpha/\beta$

On peut dire que la transformation  $\alpha/\beta$  est une transformation martensitique d'un point de vue cristallographique. En effet, le changement de structure CC  $\rightarrow$  HC qui a lieu lors du refroidissement se fait par un léger déplacement coordonné des atomes, les deux structures possèdent les relations d'orientation suivantes (relations de Burgers)

$$\begin{aligned} \{0001\}_{\alpha} &\parallel \{110\}_{\beta} \\ \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} &\parallel \langle 111 \rangle_{\beta} \end{aligned}$$

Au moment de la transformation, les plans  $\{110\}$  de la structure cc se transforment en plans  $\{0001\}$  de la structure HC comme on le voit sur la figure 1.3. La microstructure résultante est lamellaire [2].

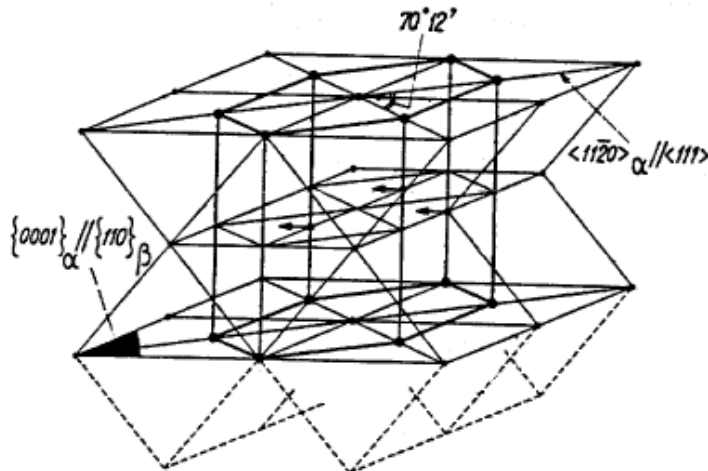


FIGURE 1.3 – Représentation de la transformation  $\alpha/\beta$  dans le titane [3].

Cependant, on a constaté que même avec de petites vitesses de refroidissement, la transformation  $\alpha/\beta$  a lieu, ce qui implique la présence de mécanisme de diffusion lors de la transformation [3].

## 1.2 Alliages de titane

Le titane et ses alliages sont actuellement très réponsus dans l'industrie aérospatiale grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques, leur résistance thermique ainsi qu'à leur grande résistance à la corrosion.

### 1.2.1 L'effet des éléments d'addition

Les éléments d'addition stabilisent soit la phase  $\alpha$  (élément  $\alpha$ -gène), soit la phase  $\beta$  (élément  $\beta$ -gène). Les éléments  $\alpha$ -gènes augmentent la valeur de  $T_\beta$ ; les éléments  $\beta$ -gènes diminuent cette dernière [4].

Les éléments  $\alpha$ -gènes sont l'aluminium (Al), l'oxygène (O), le carbone (C) et l'azote (N). Parmi les éléments  $\beta$ -gènes, on distingue :

- les éléments isomorphes, miscibles en toutes proportions dans la phase  $\beta$ , qui sont l'hydrogène (H), le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le niobium (Nb) ;
- les éléments eutectoïdes, pouvant former des précipités, tels que le manganèse (Mn), le fer (Fe), le chrome (Cr), le silicium (Si), le nickel (Ni) et le cuivre (Cu) [4].

Enfin, certains éléments sont qualifiés de neutres, tels que le zirconium (Zr) et l'étain (Sn). Les éléments d'addition vont donc stabiliser la phase  $\alpha$  ou  $\beta$  en plus ou moindre grande quantité à la température ambiante. On peut classer les différents alliages de titane en trois grandes familles selon leur proportion de phase  $\alpha$  et  $\beta$  retenue à la température ambiante [4].

#### Les éléments $\alpha$ -gènes

Ces éléments, qui se dissolvent préférentiellement dans la phase  $\alpha$ , augmentent la température du transus  $\beta$  et accélèrent la cinétique de formation de la phase hexagonale.

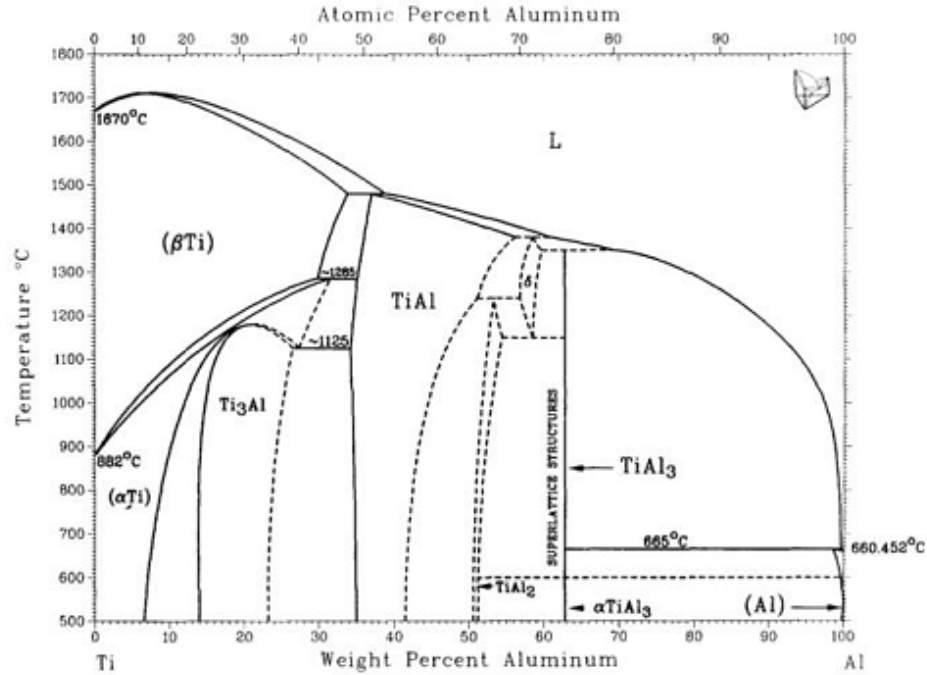


FIGURE 1.4 – Diagramme binaire Ti-Al [5].

L'oxygène, l'azote ou le carbone, en insertion dans l'alliage, sont également des éléments  $\alpha$ -gènes.

Un équivalent en éléments  $\alpha$ -gènes est proposé par la formule :

$$[Al_{\text{équilibre}}](\% \text{ pondéral}) = [Al] + [Sn]/3 + [Zr]/6 + 10([O] + 2[N] + [C]) \quad (1.1)$$

Cette équivalence repose sur la comparaison des pouvoirs de durcissement en solution solide.

On constate donc qu'il y figure des éléments neutres, comme l'étain et le zirconium, éléments dont le pouvoir durcissant est significatif [6].

### Les éléments $\beta$ -gènes

Ces éléments dissolvent principalement dans la phase  $\beta$  et abaissent la température du transus  $\beta$ . On distingue deux catégories :

- certains éléments  $\beta$ -gènes ont tendance à stabiliser la phase  $\beta$ . c'est le cas du molybdène, du vanadium, du niobium et du tantale.
- d'autres éléments  $\beta$ -gènes, au contraire, forment des composés eutectoïdes avec le titane. Le chrome, le fer, le manganèse, le silicium, le cobalt, le nickel et le cuivre font partie de ce groupe.

Un équivalent en éléments  $\beta$ -gènes, basé sur les teneurs minimales nécessaires dans les alliages binaires pour conserver, par trempe, la phase  $\beta$  à l'état métastable est défini

comme suit [6] :

$$[Mo]_{\acute{e}q} = [Mo] + [V]/1,5 + [Cr]/0,6 + [Fe]/0,35 + [Cu]/1,3 + [Nb]/3,6 \quad (1.2)$$

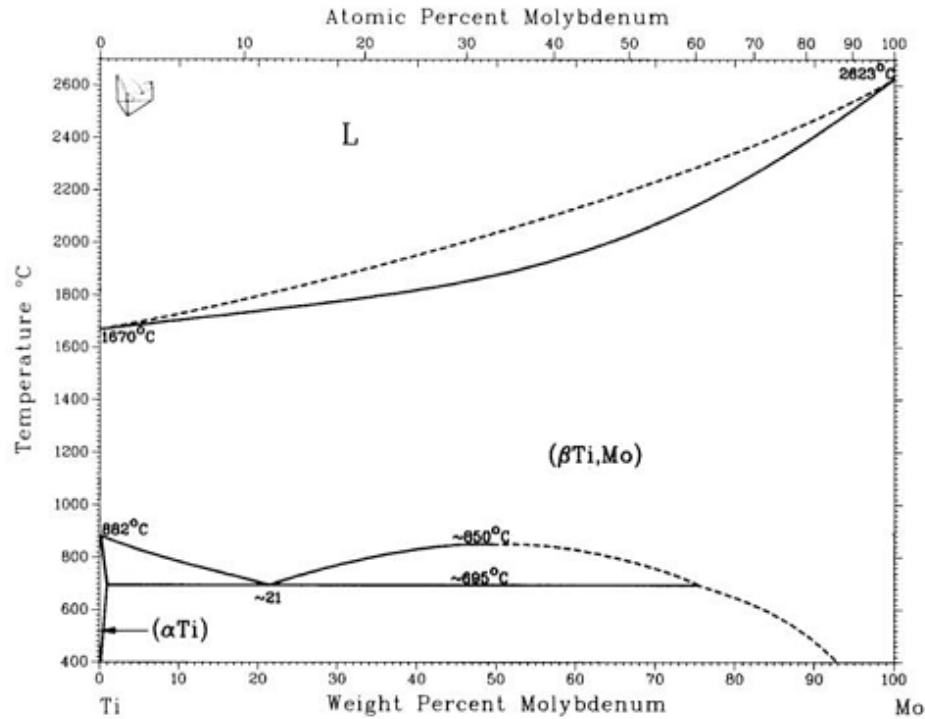


FIGURE 1.5 – Diagramme binaire Ti-Mo [5].

### 1.2.2 Les différents types d'alliages de titane

Les différents types des alliages que nous pouvons citer sont :

#### Les alliages α

Ce sont des alliages qui contiennent essentiellement des éléments d'addition de type α-gènes. Leur composition ne permet donc pas à la phase β d'être retenue sous forme métastable à température ambiante. Si la trempe est suffisamment rapide une structure de type martensitique peut être obtenue. Après un traitement de recuit, deux types de microstructures peuvent être obtenues :

- lorsque l'alliage est fortement α-gène, des grains α équiaxes peuvent être obtenus suite à un traitement dans le domaine α.
- si l'alliage contient moins d'éléments α-gènes, une structure dite « β-transformée » constituée de plaquettes α est obtenue [7].

Parlant de la phase α, nous citons aussi les alliages dits « quasi-alpha » si aux éléments α-gènes une faible quantité d'éléments bêtagènes est ajoutée. Dans ce cas, une faible proportion de phase β peut être retenue à température ambiante sous forme métastable.

Les alliages traités au dessus du transus présentent toujours une structure «  $\beta$ -transformée » constitué d'une faible quantité de phase  $\beta$  entre les plaquettes  $\alpha$ . Par traitement thermique dans le domaine  $\alpha+\beta$ , on peut obtenir à côté de la structure «  $\beta$ -transformée », une faible fraction volumique de grains  $\alpha$  primaires [7].

### Les alliages $\alpha + \beta$

Cette catégorie est la plus développée sur le marché. Les éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine ( $\alpha+\beta$ ) et de fait, une plus grande diversité de microstructures est possible à température ambiante [7].

Pendant le refroidissement, la phase  $\beta$  peut se décomposer partiellement en phase  $\alpha$  ou en martensite  $\alpha'$  (hexagonale) ou  $\alpha''$  (orthorhombique) selon la composition chimique de l'alliage et la vitesse de trempe. Les traitements de mise en solution dans le domaine  $\alpha/\beta$  conduisent à des structures bimodales constituées de grains  $\alpha$  primaires dans une matrice «  $\beta$ -transformée ». La fraction volumique de chacune des phases varie dans une large mesure en fonction de la température de traitement thermique. Pour les alliages les plus stables, la phase  $\beta$  métastable, retenue à température ambiante contient parfois de la phase  $\omega$  formée de façon athermique lors de la trempe. Des traitements thermiques ultérieurs peuvent alors modifier cette structure métastable. La phase  $\beta$  résiduelle se transforme généralement partiellement de façon isotherme en phase  $\omega$  ( $\omega$ iso). Une séparation par décomposition spinodale de  $\beta$  en phase riche en soluté ( $\beta$ ) et pauvre en soluté ( $\beta'$ ) a également été observée [7].

Ces phases intermédiaires sont métastables et subissent généralement de nouvelles transformations au cours des traitements ultérieurs pour aboutir aux phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans des proportions correspondant à l'équilibre thermodynamique. Ainsi, selon la nature des procédés thermomécaniques entrepris, la proportion et la morphologie des phases obtenues à l'équilibre peuvent être facilement modulées [7].

### Les alliages $\beta$

Dans les alliages pseudo- $\beta$  ou alliages  $\beta$  métastables, la concentration en éléments  $\beta$ -gènes est suffisante pour déplacer les points  $M_s/M_f$  de la transformation martensitique en dessous de la température ambiante [7]. La cinétique de germination de la phase  $\alpha$  est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir sous forme métastable 100% de la phase  $\beta$  à température ambiante. A nouveau, des traitements de mise en solution conduisent à l'apparition de phases métastables, telles que la phase  $\omega$  citée précédemment, ou encore la martensite  $\alpha''$  de structure orthorhombique pour les alliages les moins stables. Cette dernière apparaît également par transformation sous contrainte lors de la déformation à froid de la phase  $\beta$ . Cette classe d'alliages offre donc l'avantage de pouvoir générer un nombre important de microstructures au chauffage à condition de maîtriser les mécanismes fondamentaux liés à la décomposition de la phase  $\beta$  métastable [6].

Dans les alliages  $\beta$  stables (ex. le Ti20V), la concentration en éléments bêtagènes est telle que la phase  $\beta$  est stable thermodynamiquement ou faiblement métastable à température ambiante. Les traitements thermiques ultérieurs n'entraînent alors plus sa décomposition et tout mécanisme de durcissement structural est inexistant. Ces alliages présentent donc

quant à leur métallurgie un intérêt industriel limité. Ils présentent toutefois une formabilité à froid autorisant la mise en œuvre de cycles de mise en forme complexes.

## 1.3 Le TA6V

Le TA6V (Ti-6Al-4V) est l'un des alliages de titane les plus utilisés, il conserve un bon équilibre entre les propriétés mécaniques et physiques, l'alliage TA6V fait partie des alliages  $\alpha+\beta$ , il contient 6% d'Aluminium, et 4% de Vanadium. Il est constitué principalement d'une phase  $\alpha$  avec un pourcentage de phase  $\beta$  retenu, la microstructure dépend de son historique thermomécanique. Pour de faibles vitesses de refroidissement, la phase  $\beta$  se transforme principalement en phase  $\alpha$  globulaire, alors que pour des refroidissements plus rapides la germination et la croissance de la phase  $\alpha$  est favorisée dans les joints de grains sous forme d'aiguilles.

### 1.3.1 Diagramme d'équilibre Ti-Al

L'Aluminium est un élément  $\alpha$ -gène, il est totalement miscible dans le titane, d'après le diagramme d'équilibre Ti-Al (figure 1.4) on remarque plusieurs composés stœchiométriques comme le  $Ti_3Al$ , le  $TiAl$ , le  $TiAl_2$ , et le  $TiAl_3$ , la phase  $\alpha$  reste stable jusqu'à 32% d'Aluminium, et la phase  $\beta$  jusqu'à 33.8% d'Aluminium, le transus  $\alpha/\beta$  monte à des températures plus hautes avec l'ajout de l'aluminium, ce qui se traduit par une stabilité de la phase  $\alpha$  vers des températures plus hautes [5].

### 1.3.2 Diagramme d'équilibre Ti-V

Le Vanadium est l'un des éléments  $\beta$ -gènes, il est lui aussi totalement miscible dans le titane, on remarque dans le diagramme d'équilibre Ti-V (figure 1.6) un large domaine de stabilité de la phase  $\beta$  allant jusqu'à 100% de vanadium et en contraste un étroit domaine de stabilité de la phase  $\alpha$  qui est stable jusqu'à seulement 3% de vanadium. Le transus  $\alpha/\beta$  s'abaisse considérablement à certaines teneurs en vanadium, par conséquent on obtient une phase  $\alpha$  beaucoup moins stable aux hautes températures [5].

### 1.3.3 Diagramme d'équilibre ternaire Ti-Al-V.

Les figures 1.7, 1.8, 1.9, et 1.10 montrent des sections isothermes sur le diagramme d'équilibre ternaire Al-Ti-V à différentes températures, ces différentes sections nous donnent des informations sur la microstructure de tous les alliages élaborés avec différentes combinaisons de ces trois éléments, on peut donc en tirer les phases présentes dans notre alliage à ces différentes températures, à 1400 °C, 1200 °C et 980 °C l'alliage est totalement constitué de phase  $\beta$ , à 900°C on remarque que notre alliage est constitué de deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Il est possible d'obtenir à partir d'un diagramme ternaire un diagramme pseudo-binaire en fixant la teneur d'un élément et en variant celle des autres, la figure 1.11 montre un exemple de diagramme pseudo-binaire d'un alliage de titane [5].



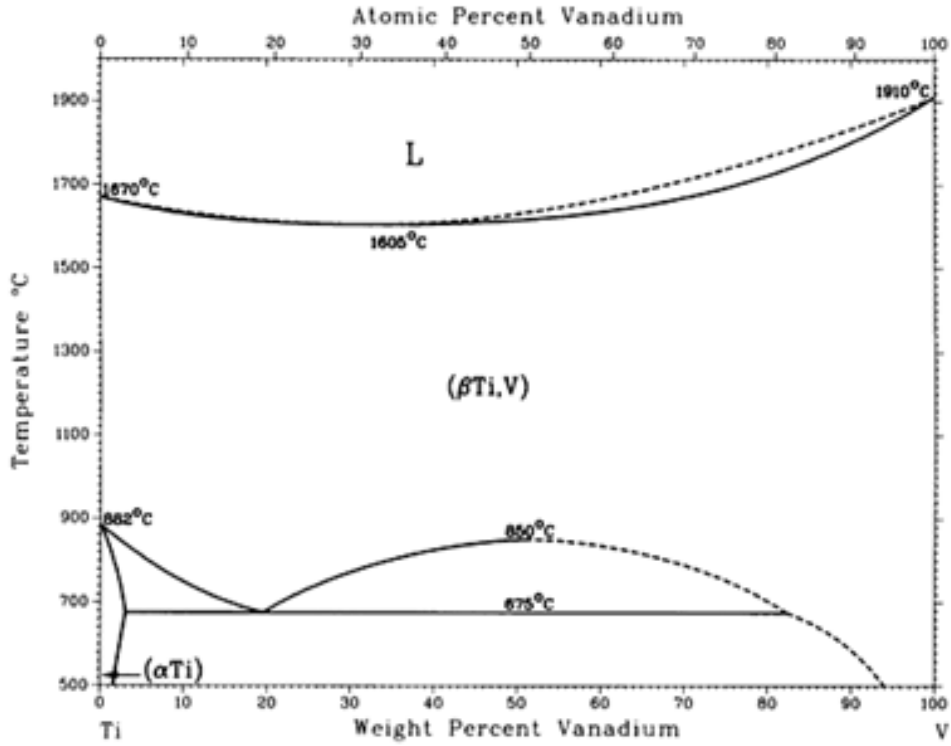


FIGURE 1.6 – diagramme d'équilibre Ti-V [5].

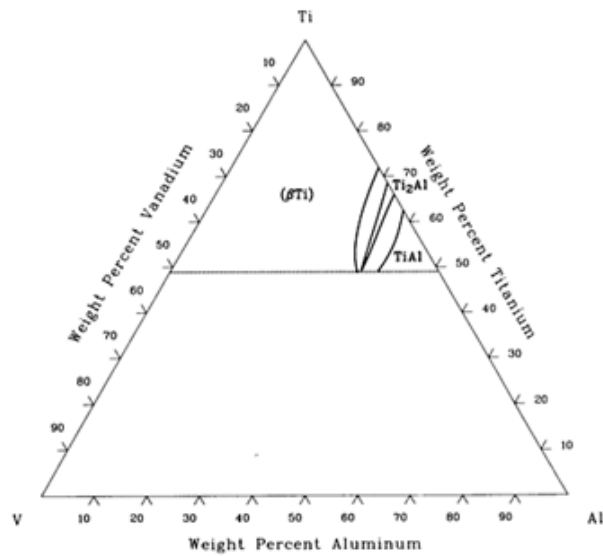


FIGURE 1.7 – Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 1400 °C [5].

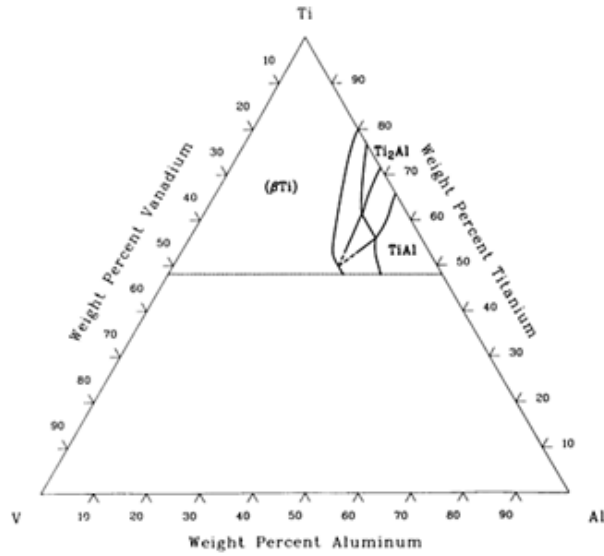


FIGURE 1.8 – Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 1200 °C [5].

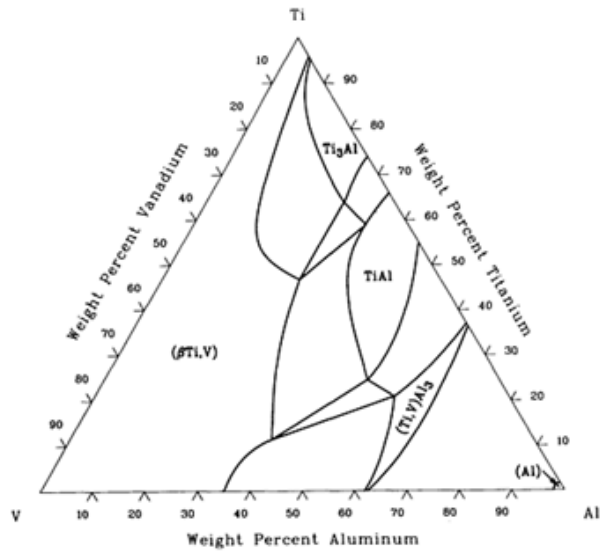


FIGURE 1.9 – Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 980 °C [5].

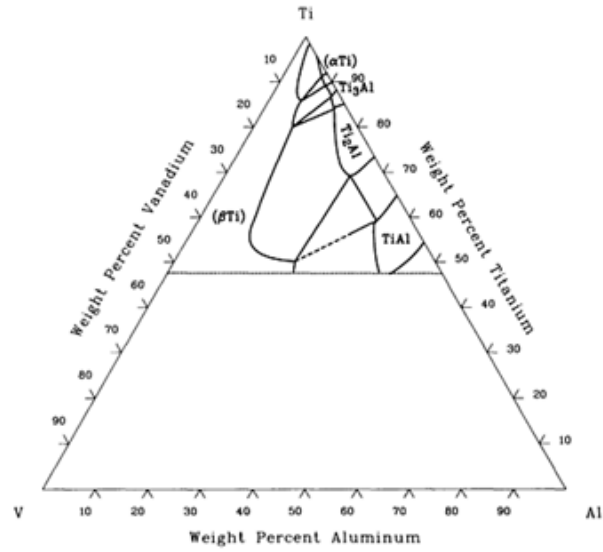


FIGURE 1.10 – Section isotherme sur le diagramme ternaire Al-Ti-V à 900 °C [5].

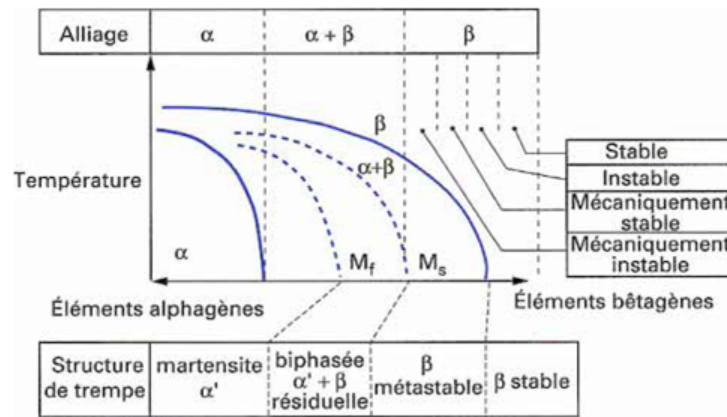


FIGURE 1.11 – Diagramme pseudo-binaire d'un alliage de titane.

# Chapitre 2

## Traitements thermiques

### 2.1 Introduction

Le titane et ses alliages sont traités pour différentes raisons parmi elles :

- Réduire les contraintes résiduelles créées lors des processus de fabrication (relaxation).
- Produire l'équilibre le plus acceptable entre ductilité, usinabilité et la stabilité dimensionnelle et structurale surtout pour le cas des alliages  $\alpha + \beta$ .
- Augmenter la dureté par mise en solution et vieillissement.
- Optimiser certaines propriétés telles que résistance à la fissuration, résistance à la fatigue et résistance au fluage [8].

Les diagrammes d'équilibre entre phases ne peuvent pas décrire à eux seuls les cinétiques de transformation, cependant, la transformation de phase à l'état solide possède une grande importance dans la métallurgie, notamment dans les traitements thermiques où le but est d'améliorer la structure, il existe par contre d'autres diagrammes capables de décrire cette cinétique, ce sont les diagrammes, temps-température-transformation (TTT), et les diagrammes temps-refroidissement continu (TRC).

### 2.2 Effet d'un traitement thermique sur la microstructure

Avec l'augmentation de la durée du traitement, les grains de la phase  $\beta$  subissent un grossissement au dessus de  $T_\beta$ . Au cours d'un recuit de recristallisation, la phase  $\alpha$ , surtout si ses grains sont déformés et allongés, peut se transformer de façon statique et engendrer de nouveaux petits grains.

En fonction de la température de mise en solution et de la vitesse de refroidissement, on peut obtenir plusieurs microstructures, ces différentes microstructures ont un effet direct sur les propriétés de l'alliage. Pour avoir par exemple un alliage doux, favorable à l'usinage, on doit chauffer l'alliage aux environs de 730 °C, le maintenir à cette température pendant 4 heures puis le refroidir dans le four jusqu'à 25 °C. Ce traitement nous donne une microstructure constituée de grains  $\beta$  globulaires dans une matrice  $\alpha$  (figure 2.1) [8].

Il existe un autre traitement appelé recuit duplexe, en principe, ce traitement consiste à chauffer l'alliage à 955 °C pendant 10 minutes, puis le refroidir à l'air, on le chauffe encore jusqu'à 675 °C pendant 4 heures puis on le refroidit à l'air jusqu'à 25 °C [8].

On a aussi le traitement de vieillissement, appelé aussi traitement de mise en solution et de vieillissement où l'alliage est chauffé jusqu'à 955 °C pendant 10 minutes, puis trempé à l'eau, ensuite vieilli pendant 4 heures à une température comprise entre 540 et 675 °C, suivi d'un refroidissement à l'air jusqu'à 25 °C [8].

Le tableau 2.1 montre les propriétés mécaniques de traction obtenues à partir des traitements cités ci-dessus.

La figure 2.2 nous montre les différentes microstructures obtenues pour des refroidissements à l'air, à l'eau et dans un four.

TABLE 2.1 – Propriétés en fonction des traitements [8].

condition	Résistance à la traction (Mpa)	Résistance à la rupture (Mpa)	Allongement à la rupture (%)
Mill annealed	945	1069	10
Recuit duplexe	917	965	18
Mise en solution et vieillissement	1103	1151	13

Le tableau 2.2 montre quelques traitements thermiques appliqués sur les alliages de titane, ainsi que leurs cycles et la microstructure obtenue par ces derniers.

TABLE 2.2 – Propriétés en fonction des traitements [8]

Dénomination du traitement thermique	Cycle du traitement thermique	microstructure
Recuit duplexe	Mise en solution à 50–75 °C au dessus de $T_{\beta}$ , Refroidissement à l'air et vieillissement pendant 2–8 h à 540–675 °C	$\alpha$ primaire, et des regions $\alpha + \beta$ Widmanstätten
Mise en solution et vieillissement	Mise en solution à 40°C au dessus de $T_{\beta}$ , Trempe à l'eau et vieillissement pendant 2–8 h à 535–675 °C	$\alpha$ primaire, et $\alpha'$ revenue ou un mélange $\alpha + \beta$
Recuit beta	Mise en solution à 15 °C au dessus de $T_{\beta}$ , refroidissement à l'air et maintien à 650–760 °C Pendant 2 h	$\alpha + \beta$ Widmanstätten
Trempe beta	Mise en solution à 15 °C au dessus de $T_{\beta}$ , Trempe à l'eau et revenu à 650–760 °C pendant 2 h	$\alpha'$ revenue
Recuit de recristallisation	925 °C pendant 4 h, refroidissement à 50 °C/h jusqu'à 760 °C, refroidissement à l'air	$\alpha$ équiaxe avec $\beta$ aux joints de grains et aux points triples
Mill anneal	Déformation à chaud à 705 °C pendant 30 min à plusieurs heures et refroidissement à l'air	$\alpha$ partiellement recristallisée avec une fraction de petites

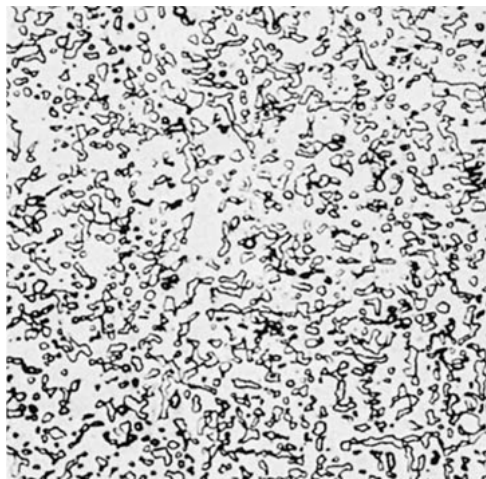


FIGURE 2.1 – Structure du TA6V (mill annealed), la structure est composée de grains  $\beta$  globulaires dans une matrice  $\alpha$  [8].

La figure 2.2 nous montre les différentes microstructures obtenues pour des refroidissements à l'air, à l'eau et dans un four de l'alliage TA6V.

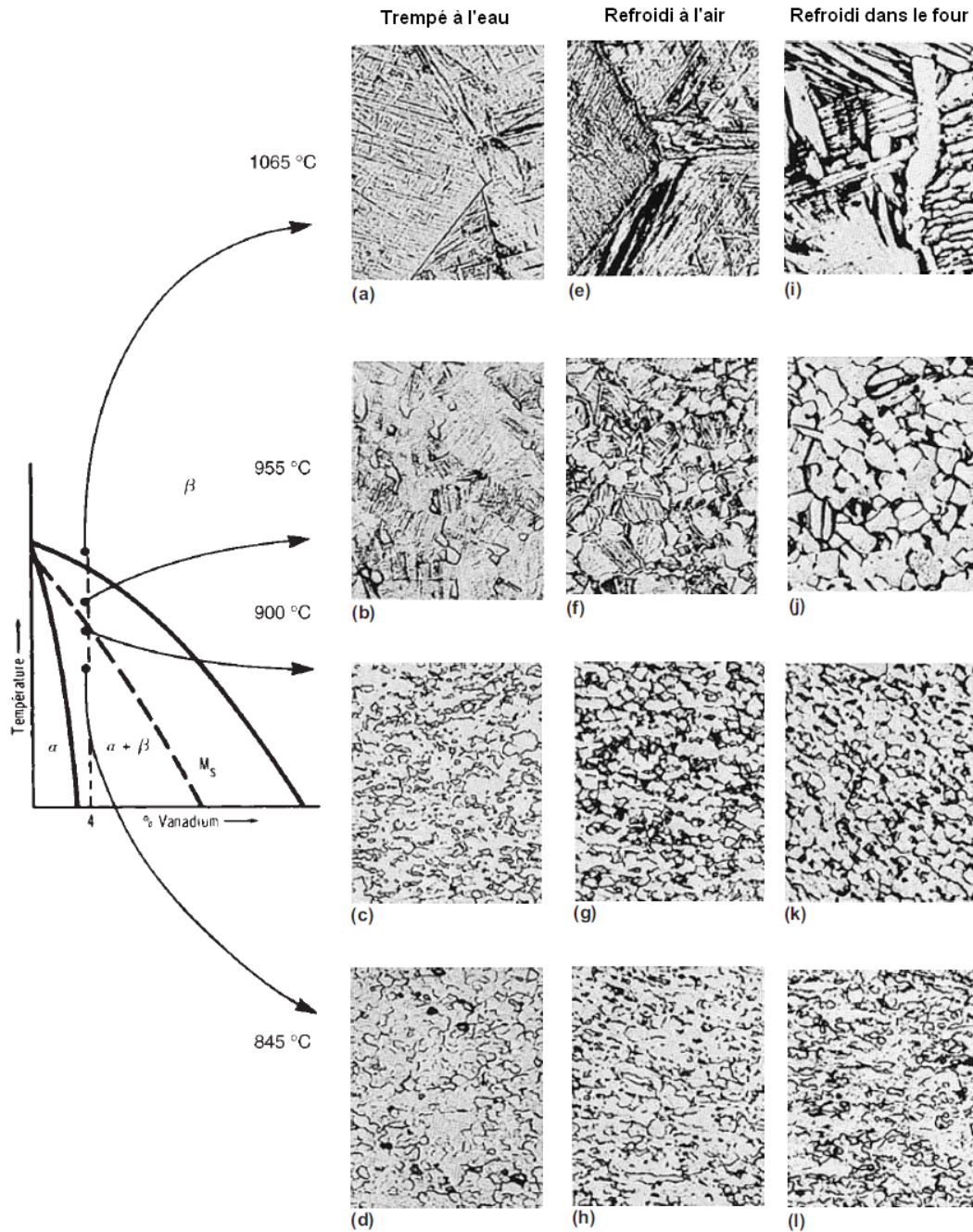


FIGURE 2.2 – Effet du refroidissement sur la microstructure d'un alliage  $\alpha+\beta$  (TA6V), (a)  $\alpha'+\beta$ ; joints de grains  $\beta$  initiaux. (b)  $\alpha$  primaire et  $\alpha'+\beta$ . (c)  $\alpha$  primaire et  $\alpha'+\beta$ . (d)  $\alpha$  primaire et  $\beta$  métastable. (e)  $\alpha+\beta$  aciculaire; joints de grains  $\beta$  initiaux. (f)  $\alpha$  primaire et  $\alpha+\beta$  aciculaire. (g)  $\alpha$  Primaire et  $\alpha+\beta$  aciculaire. (h)  $\alpha$  primaire et  $\beta$ . (i)  $\alpha+\beta$  en forme de plaquettes; joints de grains  $\beta$  initiaux. (k) grains  $\alpha$  equiaxes et grains  $\beta$  intergranulaires. (l)  $\alpha$  équiaxe et  $\beta$  intergranulaire [8].

## 2.3 Les différents traitements thermiques des alliages de titane

### 2.3.1 Traitement de relaxation

Ce genre de traitements est appliqué pour diminuer les contraintes résiduelles qui restent après la déformation à chaud ou à froid, le soudage et le refroidissement après moulage. Ces contraintes peuvent avoir un effet négatif sur les propriétés de l'alliage telles que la résistance à la compression ou la stabilité dimensionnelle, pour le TA6V ce genre de traitement se fait généralement à 480-650 °C pendant 1-4h. La figure montre la réduction des contraintes résiduelles en fonction du temps dans l'alliage TA6V lors de recuits de relaxation effectués à différentes températures [8].

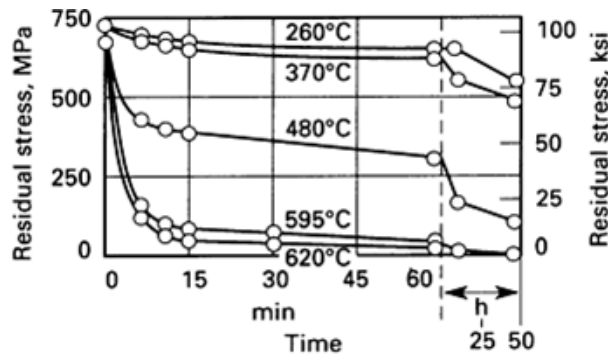


FIGURE 2.3 – Relation entre temps et relaxation pour différentes températures (TA6V) [8].

### 2.3.2 Les recuits

Le recuit du titane et ses alliages sert principalement à augmenter la résistance à la rupture, la ductilité à température ambiante, stabilité thermique et dimensionnelle et la résistance au fluage [metal handbook]. Il faut noter que le gain en certaines propriétés peut être en dépit de la perte en autres. Ceci dit, le recuit à appliquer doit être choisi en fonction des exigences sur l'alliage.

Comme on les a cités ci-dessus les recuits couramment utilisés pour le traitement des alliages de titane sont :

- Mill annealing
- Recuit duplexe
- Recuit de recristallisation
- Recuit beta [8]

### 2.3.3 Mise en solution et vieillissement

Presque tous les alliages  $\alpha$  et  $\alpha + \beta$  de titane peuvent être durcis par ce traitement, il repose sur le fait que la phase  $\beta$  ne peut être stable aux basses températures. L'alliage est



chauffé pour avoir une haute teneur en phase  $\beta$ , puis il est trempé afin d'obtenir une phase  $\beta$  métastable, ensuite l'alliage est vieilli afin de provoquer la précipitation de la phase  $\alpha$  secondaire ( $\alpha_{II}$ ) et obtenir un bon équilibre entre dureté et ductilité [8].

## 2.4 Transformations isothermes

On entend par transformation isotherme, l'ensemble des transformations structurales qui se produisent à des températures maintenues constantes. Les cinétiques de transformations et les phases obtenues sont fonctions des températures en questions. Les diagrammes TTT sont un bon outil pour caractériser de telles transformations aux différentes températures d'un matériau quelconque, une telle caractérisation peut être un atout pour des traitements thermiques précis est ciblés.

### 2.4.1 Diagramme TTT

les diagrammes TTT représentent la cinétique de transformation de phase pour des températures maintenues isothermes. La transformation à l'état solide peut être considérée comme le résultat de deux phénomènes majoritaires, la germination et la croissance, opérant souvent simultanément, la fraction transformée peut être illustrée sur ce type de diagramme en fonction du temps et de la température en question en traçant des courbes délimitant les temps d'initiation et de fin de la transformation comme le montre la figure 2.4. Pour une transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , la fraction  $y$  est la fraction volumique de la phase beta au temps considéré, pour le cas de précipitation  $\beta \rightarrow \alpha + \gamma$ , la fraction  $y$  est le volume de la phase  $\beta$  au temps considéré divisé sur le volume final de cette phase, cette fraction varie de 0 à 1 [9].

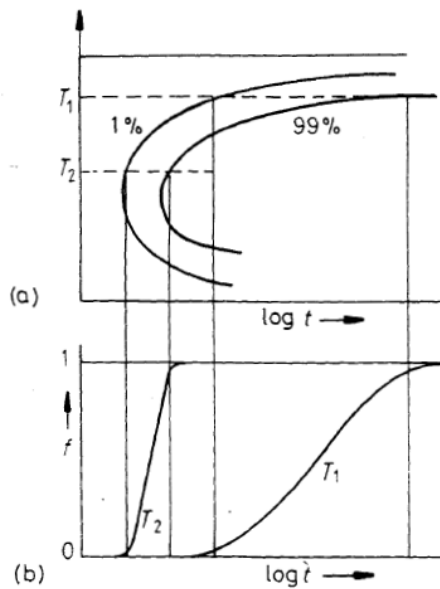


FIGURE 2.4 – Diagramme TTT [9].

La forme de la courbe (en forme de nez) peut être expliquée par les forces motrices de la transformation. En effet, à des températures relativement hautes, l'instabilité de la phase mère n'est pas très élevée et aux basses températures c'est la diffusion qui est assez lente et donc la température idéale se trouve au milieu à des températures relativement moyennes.

### 2.4.2 Diagramme TTT du TA6V

La figure 2.5 représente le diagramme TTT du TA6V après une remise en solution à 1025 °C pendant 30 min. on voit bien dans ce diagramme que la ligne  $M_S$  se trouve à une température relativement haute (780 °C), le transus  $\beta$  est à 985 °C, au dessous de cette température la majorité de la phase  $\beta$  se transforme en phase  $\alpha$  et une proportion garde sa structure  $\beta$ , sous la ligne  $M_S$  apparaissent les différentes phases  $\alpha'$  et  $\beta$  métastable qui se retransforment par un maintien au températures avoisinantes ou plus hautes.

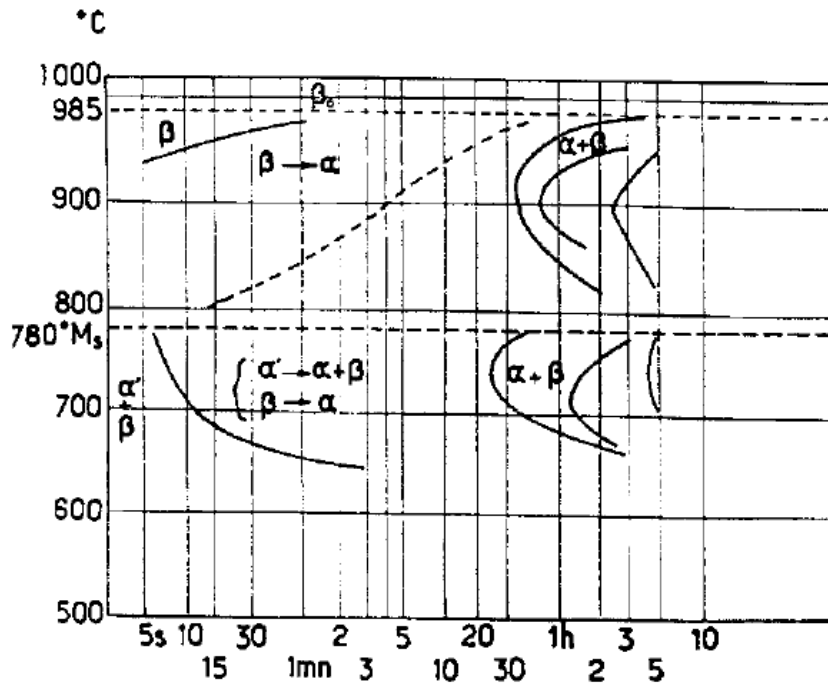


FIGURE 2.5 – Diagramme TTT pour le TA6V après une remise en solution à 1025 °C pendant 30 min.

## 2.5 Transformation anisotherme

### 2.5.1 Changement de phase en conditions anisothermes

#### Le diagramme TRC

C'est l'abréviation de : Transformation Refroidissement Continu. C'est le diagramme qui nous permet de connaître les microstructures suivant différentes vitesses de refroidissement

afin d'obtenir les propriétés mécaniques et physiques recherchées. Il est utilisé pour prévoir la microstructure (les différentes phases existantes) d'un solide soumis à des transformations anisothermes. Ce diagramme se compose de plusieurs graphes différents qui représentent les vitesses de refroidissement. A la frontière de chaque domaine, on donne généralement la proportion (en %) de la phase traversée en fonction de la vitesse de refroidissement.

### Morphologie des alliages de titane

Malgré la différence entre les alliages par leurs éléments d'addition, la germination reste toujours purement martensitique. D'autre part les microstructures et la morphologie de ces alliages diffèrent avec la vitesse de refroidissement. Ainsi, les alliages  $\alpha$  et  $\alpha + \beta$  auront une microstructure aiguillée fine si le refroidissement est rapide. Le diamètre de ces aiguilles augmente avec la diminution de la vitesse jusqu'à arriver au cas limite où ces aiguilles deviennent sous formes de lamelles d'une épaisseur plus importante [7].

### Les différentes phases rencontrées [7]

A partir des quantités des éléments d'addition des alliages de titane et de l'historique thermomécanique, on peut obtenir différentes phases que nous citons comme suit :

- **Phase  $\alpha$ .**
- **Phase  $\beta$ .**
- **Phase  $\beta$  métastable ( $\beta_m$ ) :** phase  $\beta$  retenue à l'ambiante mais avec sa composition chimique haute température; est susceptible de se transformer par traitement thermique ultérieur (en phase  $\alpha_{II}$  à haute température et  $\omega$  à basse température).
- **Phase  $\beta$  stable ( $\beta_s$ ) :** phase  $\beta$  retenue à l'ambiante stabilisée et impossible à transformer par traitement thermique.
- **Phase  $\beta$  transformée ( $\beta_t$ ) :** décomposition de  $\beta$  par refroidissement lent en structure lamellaire  $\alpha + \beta$ .
- **Phase  $\alpha$  primaire ( $\alpha_I$ ) :** phase  $\alpha$  présente à l'équilibre à haute température pendant le traitement thermique ou thermomécanique.
- **Phase  $\alpha$  secondaire ( $\alpha_{II}$ ) :** phase  $\alpha$  résultant de la transformation de  $\beta_m$  ou  $\beta_t$  au cours de traitements thermiques.
- **Phase  $\alpha$  prime ( $\alpha'$ ) :** phase hexagonale comme  $\alpha$ , mais ayant la même composition chimique que le  $\beta$  d'origine; obtenue par trempe rapide de la phase  $\beta$ .
- **Phase  $\alpha$  seconde ( $\alpha''$ ) :** phase orthorhombique, précipitant sous contrainte dans  $\beta_m$ .

### Structure obtenue après traitement dans le domaine $\beta$ [7]

On peut distinguer quatre (04) cas importants :

- Pour des alliages contenant peu d'éléments  $\beta$ -gènes, 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 énergique. Dans ces alliages, pour lesquels le point  $M_s$  est supérieur à la température ambiante, 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 par retour à l'équilibre structural lors d'un maintien à température moyennement élevée. C'est le cycle classique de durcissement par trempe et revenu.

Micrographiquement, cette phase a l'aspect aciculaire de la martensite, l'orientation des plaquettes  $\alpha$  étant en relation cristallographique avec celle de la phase mère  $\beta$ . Les températures correspondant à l'apparition de la phase  $\alpha'$  (point  $M_s$ ) et à la transformation martensitique complète (point  $M_f$ ) sont fonction de la composition : elles sont abaissées, de façons divergentes, par des teneurs croissantes en éléments  $\beta$ -gènes. On peut classer les éléments d'alliage en fonction de leur aptitude décroissante à stabiliser la phase  $\beta$  : Fe, Bi, Mn, Cr, Mo, Ni, Pb, Cu, V et Nb.

- Au-delà d'une certaine teneur en élément  $\beta$ -gène, variable là aussi avec l'élément d'alliage, la phase  $\beta$  peut être conservée à l'ambiante à l'état métastable ( $\beta_m$ ) lors d'un refroidissement énergétique : la température du point  $M_s$  est alors inférieure à la température ambiante. Cette phase  $\beta_m$  peut également être durcie par retour à l'état d'équilibre lors du revenu.
- Pour des teneurs encore plus 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'écrouissage). Dans les alliages mécaniquement stables, une telle transformation est impossible, étant donné la plus haute teneur en éléments  $\beta$ -gènes et la plus grande stabilité ainsi conférée à la phase  $\beta$ .
- Enfin, il existe des alliages  $\alpha$  parfaitement stables, qui sont bien entendu inaptes à tout type de traitement thermique (hormis l'adoucissement des contraintes appliquées).

Le diagramme TRC de l'alliage TA6V est représenté dans la figure 2.6.

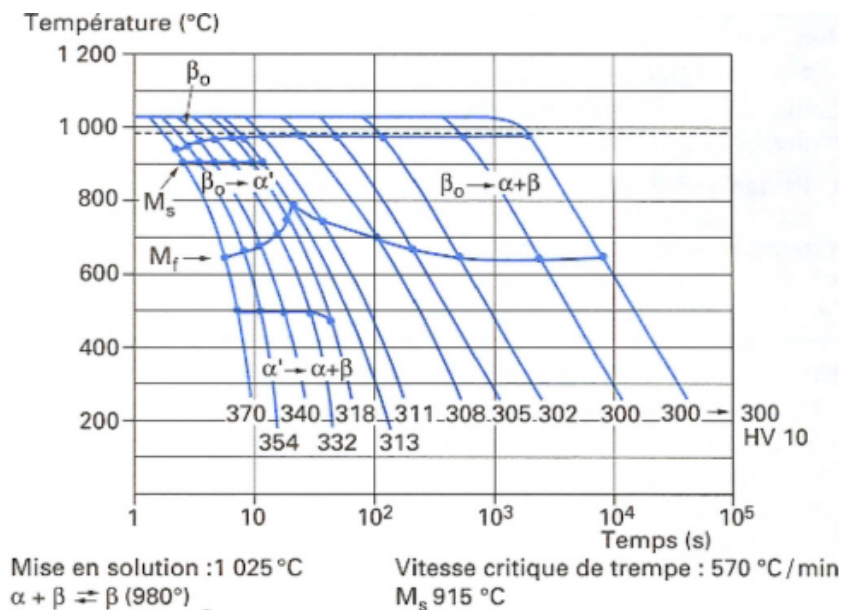


FIGURE 2.6 – Diagramme TRC du TA6V à partir du domaine  $\beta$  (1025 °C) [7]

### Structures obtenues par traitement dans le domaine $\alpha + \beta$ [7]

La phase  $\alpha$  ne subira pas de transformation, cependant, la germination sera affectée par sa présence, tel que pour notre alliage étudié (TA6V). Les différentes microstructures sont :

- $\alpha + \alpha'$  : on l'obtient par une autre trempe rapide depuis le haut domaine  $\alpha + \beta$  tel que toute la phase  $\beta$  est transformée en  $\beta'$ .
- $\alpha + \beta_t$  : on l'obtient à partir d'un refroidissement lent par rapport au précédent qui décompose la phase  $\beta$ .
- $\alpha + \beta$  **stable** : obtenue par un chauffage à basse température et/ou un refroidissement très lent.

# Chapitre 3

## La cinétique de transformation

### 3.1 Introduction

Comme toutes les études métallurgiques, la cinétique de transformation de phase occupe une place importante et indispensable, ce qui a aidé les chercheurs à aboutir à des résultats utiles qui permettent de prédire les évolutions des propriétés elles-mêmes dépendantes des évolutions microstructurales.

L'établissement d'un modèle de cinétique a fait l'objet de plusieurs recherches qui ont abouti à des résultats satisfaisants.

Parmi ces lois, intéressons-nous à celle proposée par Johnson, Mehl et Avrami (JMA). Cette équation met en évidence les phénomènes de germination, de croissance et de coalescence qui conditionnent les transformations de phase et qui permettent de connaître le taux de la phase qui précipite à chaque instant de la transformation.

### 3.2 Rappels sur la germination

La majorité des transformations de phases ont lieu par germination et croissance. Ce phénomène stipule qu'il y a une création d'une nouvelle phase apparente  $\alpha$  à partir d'une phase mère  $\beta$ . Il est comme beaucoup d'autres phénomènes physiques lié à l'enthalpie libre du système et se produit lorsque la phase mère est instable à la température du traitement. On distingue la germination homogène et la germination hétérogène.

#### 3.2.1 Germination homogène

Pour expliquer ce qu'est la germination homogène, on prendra l'exemple d'une précipitation d'une phase  $\alpha$  à partir d'une phase  $\beta$  sursaturée en élément B. Tout d'abord, les atomes de l'élément B diffusent pour former un petit volume ayant la composition de la phase  $\alpha$ , ensuite les atomes se réarrangent pour avoir la structure de la phase  $\alpha$ . Le volume formé possède une interface avec la phase mère  $\beta$ .

L'énergie libre dans ce cas possède un terme surfacique lié à l'interface créée  $\alpha/\beta$  ( $\gamma_{\alpha/\beta}$ ), un terme volumique lié au volume créé ( $\Delta G_v$ ) et un terme relatif à la résistance à la défor-

mation du réseau ( $\Delta G_s$ ). Prenant en compte ces trois termes, on aboutit à une approche de l'enthalpie libre du germe (en attribuant une forme sphérique au germe apparaissant) [9].

$$\Delta G_{hom} = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \gamma_{\alpha/\beta} + \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_s \quad (3.1)$$

Au début de la transformation, nous assistons à la formation d'embryons de rayon  $r$ . lorsque ce rayon est faible (inférieur à une valeur critique) le terme correspondant à l'énergie d'interface (proportionnelle à  $r^2$ ) l'emporte sur le terme donnant l'énergie volumique (proportionnelle à  $r^3$ ), ainsi l'embryon se dissout et il n'y aura pas de germination. Tandis qu'au-delà du rayon critique c'est le terme en  $r^3$  qui l'emporte et le nouveau germe ainsi formé est stable (voir figure 3.1) [9].

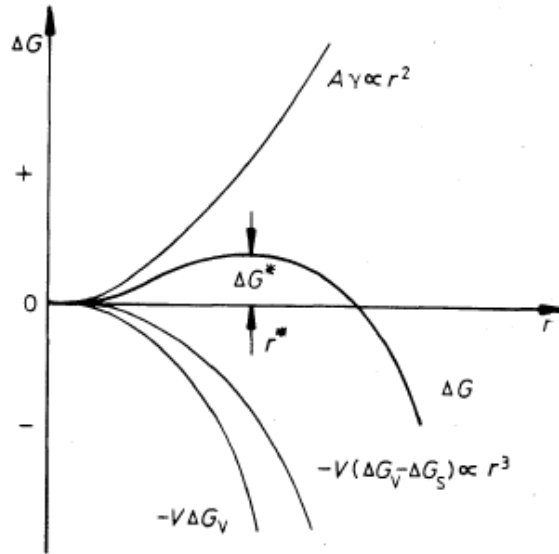


FIGURE 3.1 – Le changement de l'énergie libre de la germination homogène suivant le rayon  $r$  [9].

En différentiant l'équation (3.1) et en la mettant égale à zéro, on obtient l'enthalpie libre critique :

$$\Delta G^* = \frac{(16\pi\gamma^3)}{3(\Delta G_v - \Delta G_s)} \quad (3.2)$$

d'où

$$r^* = \frac{2\gamma^3}{(\Delta G_v - \Delta G_s)} \quad (3.3)$$

1. Si  $r < r^*$  : le système peut réduire l'énergie libre pas la dissolution du germe. Dans ce cas-là, les particules de la nouvelle phase sont instables et sont sous forme d'un amas ou d'embryons,
2. Si  $r > r^*$  : l'énergie libre du système diminue si le germe croît. Dans ce cas-là, les particules stables sont considérées comme des germes avec un rayon supérieur au rayon critique
3. Si  $r = r^*$  : on obtient ce cas si  $dG = 0$ . Le germe est à l'état d'équilibre [9].

### 3.2.2 Germination hétérogène

On dit qu'une germination est hétérogène lorsque les germes se forment sur des défauts. Les défauts peuvent être des joints de grains, des dislocations, des inclusions... etc. La germination à l'état solide se fait presque toujours d'une façon hétérogène à cause de l'énergie libre libérée lors de l'élimination d'un défaut sur lequel un germe s'est formé. Cette énergie libérée abaisse l'énergie libre interfaciale et l'équation de l'énergie libre devient [9] :

$$\Delta G_{hét} = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma_{\alpha/\beta} - \Delta G_d \quad (3.4)$$

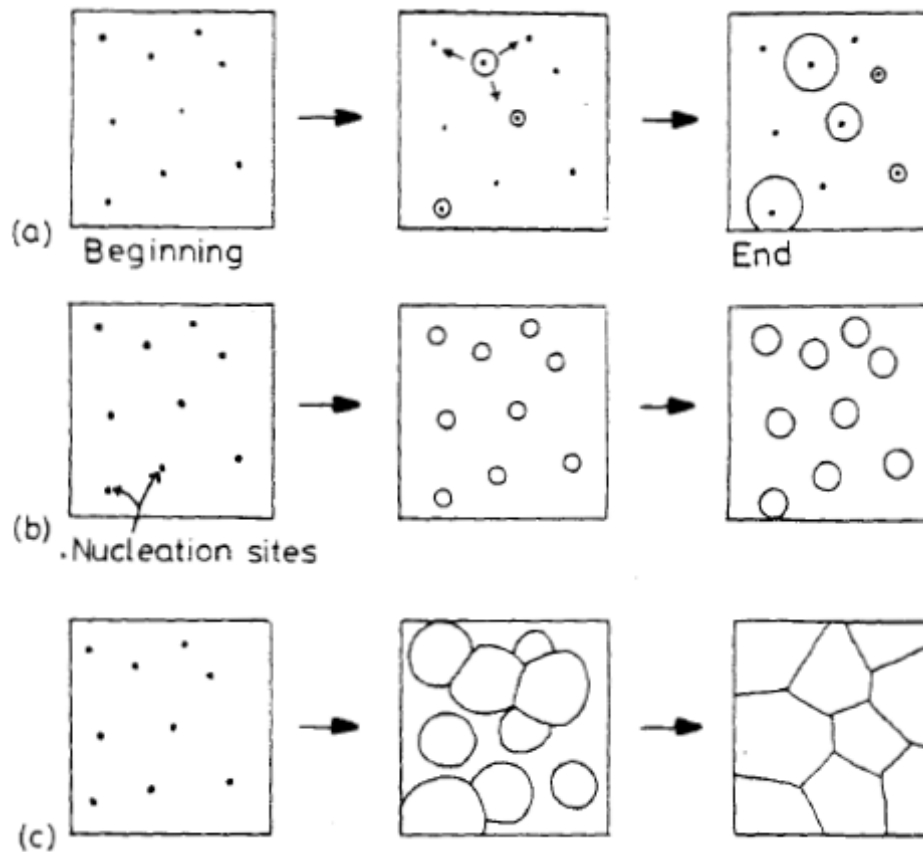


FIGURE 3.2 – Différents cas rencontrés dans les transformations de phases a) Germination avec un taux constant durant toute la transformation. b) Saturation des sites. c) Transformation cellulaire [9].

Pratiquement, Comme illustré dans la figure 3.2, la transformation peut se dérouler sous plusieurs formes.

- Après avoir trempé l'échantillon à la température voulue, la phase  $\beta$  contient plusieurs sites de germination, dans un premier cas, on a des germes  $\alpha$  qui apparaissent à différents temps (figure 3.2.a), on obtient donc des germes de tailles différentes tout au long de la transformation, dans ce cas, la transformation dépend du taux de germination et de croissance.



- Dans un autre cas, les germes se forment tous au même temps (figure 3.2.b), occupant ainsi tous les sites de germination, ce phénomène est appelé saturation des sites, dans ce cas la transformation dépend seulement du nombre de sites et du taux de croissance.
- Enfin, on a le cas des transformations du type  $\beta \rightarrow \alpha$  ou  $\beta \rightarrow \alpha + \gamma$ , dans ce cas on a une consommation de toute la phase mère, ce type de transformation est appelé cellulaire (figure 3.2.c), il se termine par l’empiètement des différents germes qui croissent et non pas par une diminution graduelle du taux de germination [9].

### Germination dans les joints de grains

En ignorant la déformation du réseau, La forme du germe devrait être de façon à minimiser au maximum l’énergie interfaciale, pour ce cas cette forme est celle d’une calotte sphérique (figure 3.3) [9].

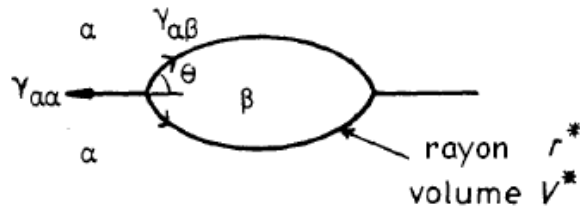


FIGURE 3.3 – Germe de taille critique pour une germination en joint de grain [9].

On peut avoir une reduction plus importante de  $\Delta G_{hét}^*$  si l’embryon à une relation d’orientation avec l’un des grains qui l’entourent (figure 3.4) [9].

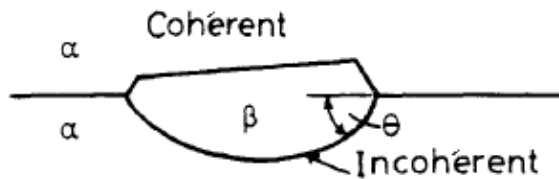


FIGURE 3.4 – Germe de taille critique ayant une relation d’orientation avec l’un des grains [9].

Les autres défauts surfacique ont un effet de réduction similaire que celui des joints de grains, mais à un degré moindre. Ce qui fait d’eux des sites potentiels de germination [9].

### Germination dans les dislocations

Les dislocations facilitent la germination par la diminution de  $\Delta G_s$  grâce à la distorsion du réseau dans son voisinage. Ce type de germination peut être aussi facilité par une ségrégation qui peut élever la composition de la matrice vers une composition plus proche de celle du précipité. La dislocation peut aussi faciliter la croissance d’un embryon au

dela de la taille critique en fournissant une ligne de diffusion avec  $\Delta G_m$  plus petit. Les dislocations ne sont pas très efficaces pour abaisser la contribution de l'énergie interfaciale sur  $\Delta G^*$ . Ceci veut dire que la germination dans les dislocations exige une accommodation entre les précipités et la matrice sur un plan au moins, pour que les précipités cohérents ou semi-cohérents à basse énergie puissent se former [9].

### 3.3 Le modèle de JMA pour les transformations isothermes

Le modèle établi par JMA est convenable pour des transformations isothermes qui impliquent la germination et la croissance. Toutefois ce dernier exige que certaines conditions soient vérifiées :

- Le volume dans lequel a lieu la transformation est infini
- La germination des particules de la nouvelle phase a lieu aléatoirement
- La croissance des zones transformées est la même dans toutes les directions [11].

L'équation de JMA décrit la transformation depuis le début. Elle donne la fraction transformée en fonction du temps et se présente comme suit :

$$y(t) = 1 - \exp(-(kt)^n) \quad (3.5)$$

Avec :

y : la fraction transformée en un temps t

k : constante de vitesse ( $s^{-1}$ )

n : indice d'Avrami qui rend compte du mécanisme d'apparition de la nouvelle phase

Sous les conditions citées ci-dessus, l'indice d'Avrami "n", la constante de vitesse "k" et l'énergie d'activation "Q" devraient être constantes bien que ce n'est pas toujours le cas (pour une même cinétique), cette variation à été expliquée comme étant le résultat de changements des mécanismes de la transformation.

L'indice n rend compte du mécanisme de la transformation, il change l'allure des courbes de cinétique. La constante de vitesse k renseigne sur la vitesse de la transformation, elle déplace, donc, les courbes de cinétiques vers la droite ou la gauche (voir figure 3.5 et 3.6) [11].

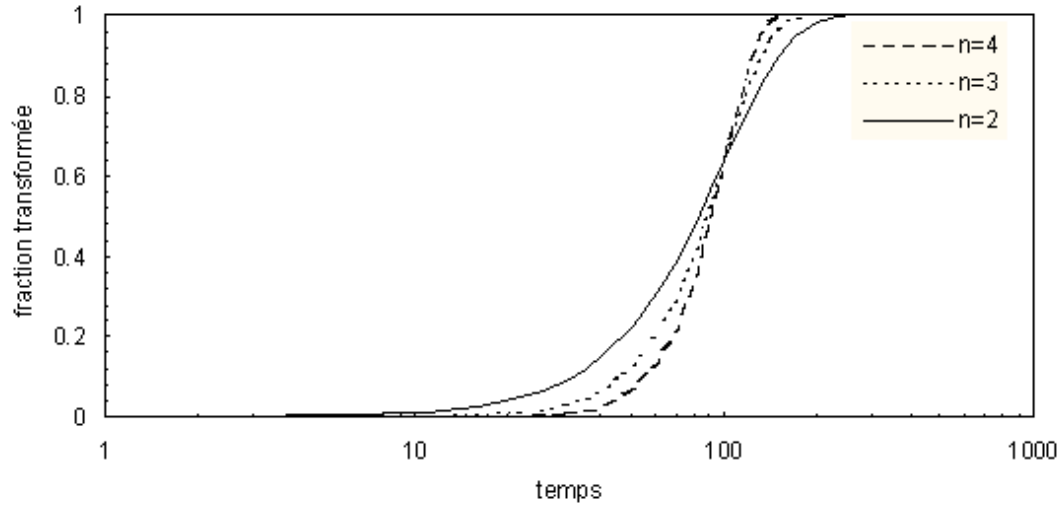


FIGURE 3.5 – la variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de n [11].

La cinétique de transformation décroît lorsque K diminue.

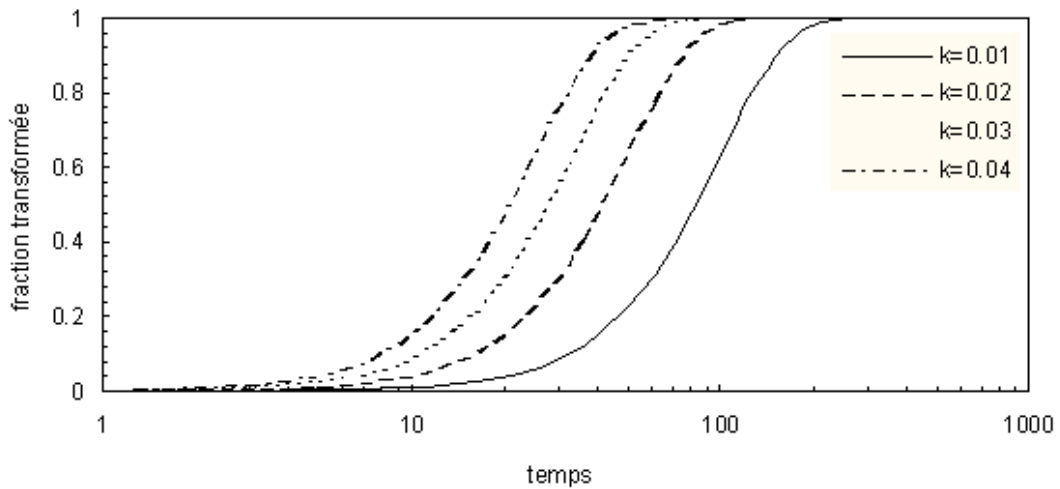


FIGURE 3.6 – La variation de la courbe de la cinétique suivant la variation de K [11].

k est décrite par l'équation d'Arrhénius suivante :

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.6)$$

Avec :

$k_0$  : constante indépendante du temps et de la température

Q : l'énergie d'activation de la transformation

R : la constante des gaz parfaits

T : la température

D'après l'équation (3.5), la courbe donnant la fraction transformée en fonction du temps évolue d'une façon sigmoïdale, jusqu'à atteindre la valeur 1 lorsque t tend vers l'infini.

### 3.4 Détermination des paramètres de la cinétique de transformation

Les paramètres de la cinétique de transformation isotherme peuvent être déduits de l'équation de JMA, les paramètres à extraire sont n, k et Q. La connaissance de ces paramètres nous permet de déterminer la cinétique de la transformation de phase. On a d'après (??) :

$$\begin{aligned}
 1 - y(t) &= \exp(-(kt)^n) \\
 \frac{1}{1 - y(t)} &= \exp((kt)^n) \\
 \ln \ln \left( \frac{1}{1 - y(t)} \right) &= n \ln(k) + n \ln(t) \tag{3.7}
 \end{aligned}$$

D'après l'équation 3.7, la courbe  $\ln \ln \left( \frac{1}{1 - y(t)} \right) = f(\ln(t))$  devrait être une droite dont la pente est n et dont l'intersection avec l'axe des ordonnées (lorsque  $\ln(t)=0$ ) donne  $n \ln(k)$ .

Deuxième partie  
Etude Expérimentale

# Chapitre 4

## techniques experimentales

### 4.1 Introduction

Sur le plan académique, l'importance de notre étude réside dans le fait qu'elle vérifie la loi théorique de JMA à l'aide d'une méthode ex-situ (estimation de la fraction transformée par des mesures de résistivité électrique ex-situ après traitements thermiques). Elle fournit, aussi, une caractérisation de la transformation qui se déroule dans notre matériau (TA6V). Aussi, dans le cadre industriel, elle peut servir de support pour le choix des traitements thermiques selon les propriétés qu'on souhaite donner à l'alliage et permet de maîtriser les transformations de phase durant les opérations de soudage.

Cette partie est consacrée à l'énumération détaillée des différentes étapes de l'étude ainsi que la présentation du dispositif expérimental utilisé. Nos essais ont été réalisés au sein du laboratoire de génie métallurgique de l'école nationale polytechnique d'El-Harrach ainsi qu'aux deux laboratoires : Centre National de Recherche en Soudage et Contrôle de Cheraga (CSC) et le Centre de développement des Technologies Avancées de Baba Hcene (CDTA).

Dans ce travail, on a commencé par découper une plaque en TA6V en douze échantillons. Ces derniers ont subi différents traitements thermiques passant de la trempe au maintien. Deux des douze échantillons ont été retenus comme témoins de l'état brut et du traitement de mise en solution. Les échantillons restants ont subi un maintien à 800 °C pendant différents temps suivi d'une trempe à l'eau.

Après avoir terminé ces étapes, nous avons déterminé la résistivité de tous nos échantillons pour déterminer la fraction transformée de la phase  $\beta$  et pouvoir tracer la courbe donnant la cinétique.

### 4.2 Analyse de la composition chimique

Dans notre étude, nous avons utilisé l'alliage de titane TA6V. Pour déterminer la composition chimique de notre alliage, on a réalisé l'analyse par EDX au Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA). La composition chimique de l'alliage présentée dans la figure ci-dessous. Chacun des résultats présentés dans la Figure 4.1, est

la moyenne des plusieurs points ponctuels d'un échantillon de l'alliage étudié.  
La position de notre alliage dans le diagramme pseudo-binaire à 90% Ti est donnée dans la figure 4.2

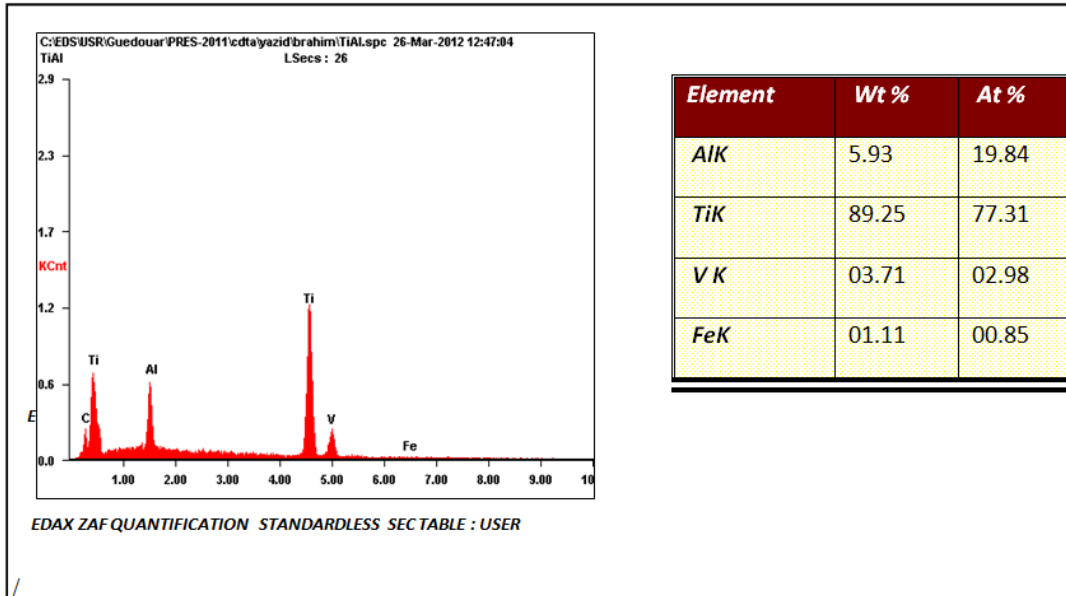


FIGURE 4.1 – Les résultats de la composition chimique de l'alliage étudié par EDX.

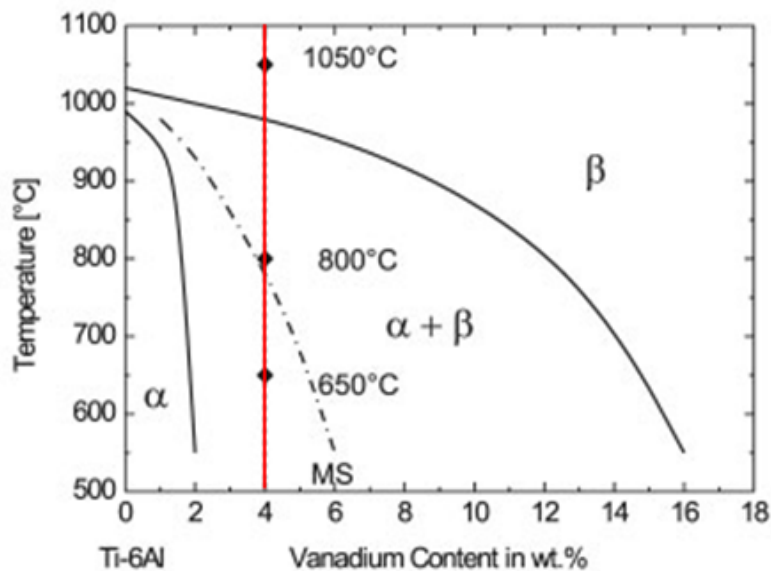


FIGURE 4.2 – Position de notre alliage dans le diagramme pseudo binaire.

## 4.3 Préparation des échantillons

### 4.3.1 La découpe des échantillons

La découpe à été faite à l'aide d'une micro-tronçonneuse (figure 4.3) au sein du laboratoire du département de génie métallurgique à l'école nationale polytechnique. Lors de l'opération, il est indispensable de lubrifier le disque. La découpe doit être aussi précise que possible. Douze échantillons ont été découpés avec les dimensions suivantes : longueur = 20 mm, largeur = 10 mm, épaisseur = 2 mm.



FIGURE 4.3 – Micro tronçonneuse.

### 4.3.2 L'enrobage des échantillons

Les échantillons ont été enrobés à froid. Ce procédé consiste à mélanger de la résine avec un liquide durcissant et de les verser sur l'échantillon qui se trouve dans un moule cylindrique. En durcissant, la résine prend la forme du moule et garde une face de l'échantillon à l'extérieur. Cette opération est effectuée afin de faciliter la manipulation des échantillons de petites dimensions.

### 4.3.3 Le polissage

Les échantillons ont été polis pour l'observation au microscope optique. Le polissage doit se faire à l'aide de plusieurs papiers émeris de granulométrie décroissante, pour cela on a utilisé les papiers 120, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2400 et 4000. Pour avoir l'effet miroir la finition a été faite à l'aide d'un feutre et d'alumine. Dans chaque papier, l'échantillon est poli suivant deux directions perpendiculaires et pendant un temps suffisant pour minimiser au maximum les rayures, au cours du polissage il est important de ne pas incliner l'échantillon afin d'avoir une surface plane convenable pour l'observation.



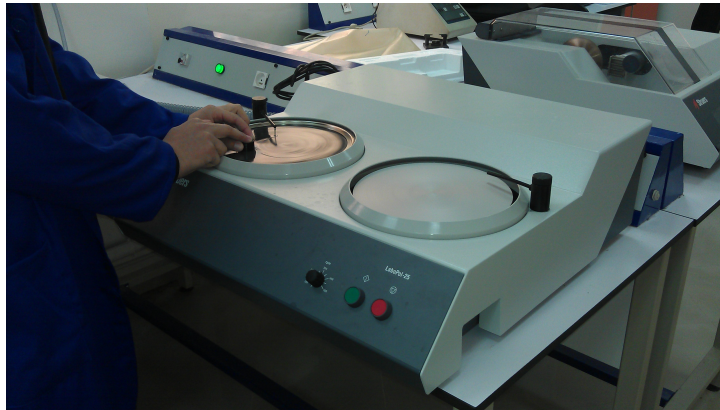


FIGURE 4.4 – Polisseuse.

#### 4.3.4 L'attaque chimique

Pour révéler la microstructure nous avons utilisé la solution d'attaque suivante [10]

- 10cm<sup>3</sup> de HF 48%
- 5cm<sup>3</sup> de HNO<sub>3</sub> 14N (densité 1.40)
- 85 cm<sup>3</sup> de H<sub>2</sub>O.

Les échantillons ont été attaqués pendant 10 minutes à température ambiante, jusqu'à ce que la couleur de la surface polie commence à changer et des petites bulles apparaissent signe que l'alliage est attaqué.

#### 4.3.5 L'observation au microscope optique

Afin d'observer la microstructure, on a utilisé un microscope optique NIKON couplé à une caméra (figure 4.5 fourni par le centre de recherche CSC). On a pris des photos de la microstructure pour les agrandissements x50, x200, x500, x1000 et x1150.

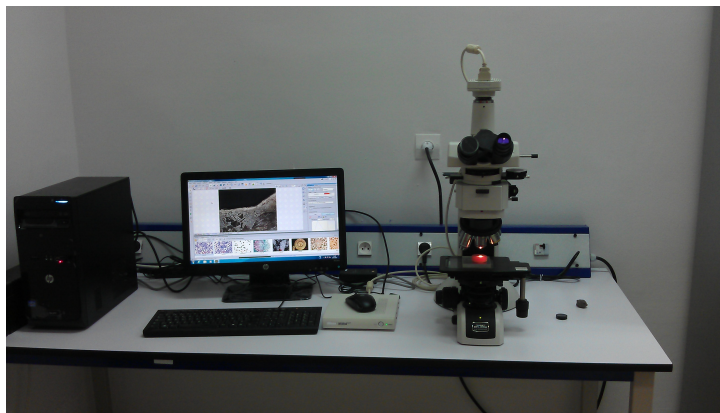


FIGURE 4.5 – Microscope optique couplé avec le PC pour voir la microstructure plus nette.

TABLE 4.1 – Traitement correspondant à chaque échantillon

Echantillon	Temps de maintien
1	Sans traitement
2	mis en solution (sans maintien)
3	5min
4	10min
5	15min
6	20min
7	40min
8	1h
9	1h30
10	3h
11	5h
12	6h

## 4.4 Les traitements thermiques

Le four utilisé pour les traitements thermiques est un four sous atmosphère contrôlée disponible au niveau du CDTA. Les traitements ont été fait sous vide primaire pour éviter l'oxydation des échantillons à haute température. Un échantillon non traité a été gardé comme témoin et les onze autres ont été mis dans le four pour un traitement de mise en solution à 1100 °C pendant 20 minutes suivi d'une trempe à l'eau. L'un des onze échantillons a été gardé comme témoin pour l'observation au microscope, et les dix restant ont subit un maintien à 800 °C pendant différents temps puis trempés dans l'eau aussi. Le tableau 4.1 récapitule les traitements thermiques réalisés :

### 4.4.1 La mise en solution

Le traitement de mise en solution a pour but de dissoudre tous les éléments dans une seule phase  $\beta$ . La température est choisie au dessus du transus pour assurer la stabilité de la phase, le chauffage lent assure le déroulement complet de la transformation (en conditions d'équilibre) et le maintien à haute température permet d'homogénéiser la structure. Dans notre cas le traitement à été fait à 1100 °C avec une vitesse de chauffage de 20 °C/min et un maintien de 20min. Consécutivement au traitement de maintien, la trempe à l'eau des échantillons permet de figer la microstructure, sinon la transformation inverse (la précipitation) aura lieu lors du refroidissement.

### 4.4.2 Le revenu

Ce traitement permet la précipitation des différentes phases à partir d'une phase mère qui est dans notre cas la phase  $\beta$ . Le critère avec lequel la température de ce traitement a été choisie à partir du diagramme TTT est le temps de la transformation. En effet, des maintiens isothermes à cette température permettent d'obtenir une cinétique de transformation de phase assez lente afin de pouvoir réaliser le traitement thermique de

maintien au four ainsi que l'essai de résistivité électrique ex-situ.  
 Les figures 4.6 et 4.7 reprennent les cycles de traitements thermiques réalisés.

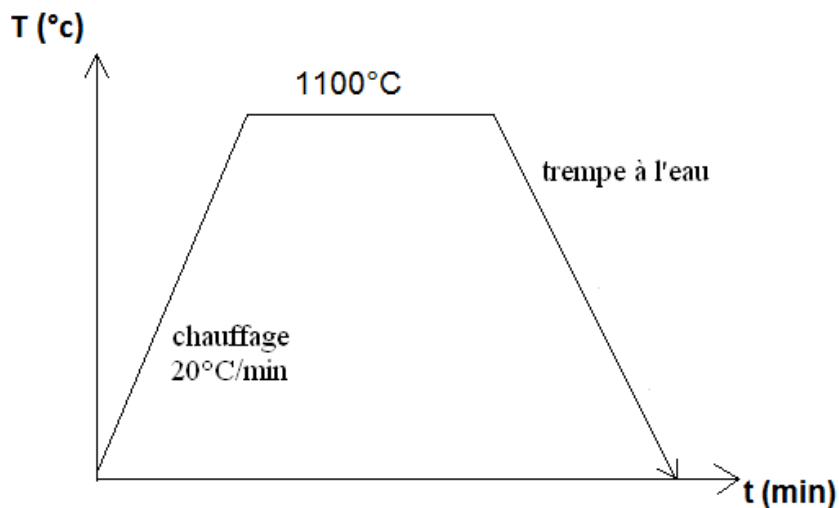


FIGURE 4.6 – Le traitement de mise en solution.

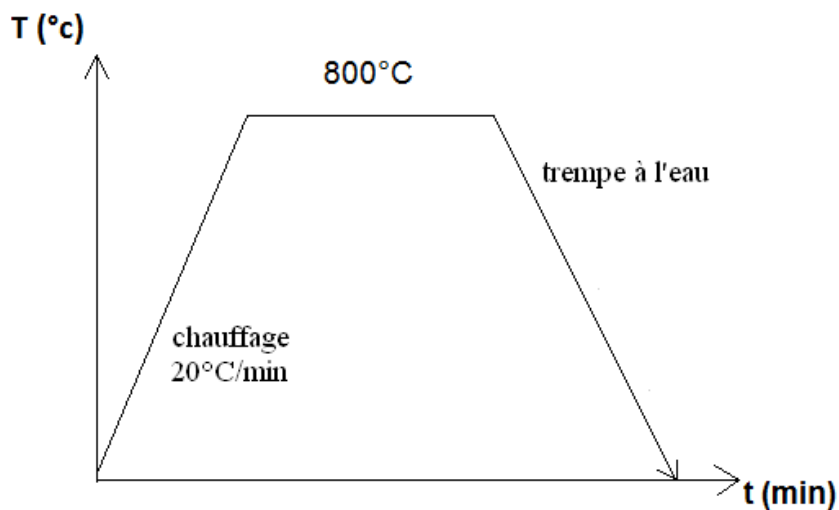


FIGURE 4.7 – Le traitement de revenu.

## 4.5 Caractérisation par DRX

La diffraction des rayons X permet, entre autres, d'identifier les phases contenues dans notre alliage. En effet, sous certaines conditions, les rayons X incidents peuvent diffracter. La condition de diffraction est donnée par la loi de Bragg :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (4.1)$$

Où :  $n$  : ordre de diffraction.

$\lambda$  : longueur d'onde du faisceau incident ( $\lambda_{Cu} = 1.54 \text{ \AA}$ ).

$d$  : la distance interréticulaire.

$\theta$  : Angle de Bragg.

Lorsque cette loi est satisfaite, on aura une diffraction des rayons incidents, et un pic apparait sur le diagramme de diffraction Intensité =  $f(2\theta)$ , on peut à l'aide de la loi de Bragg calculer les distances inter réticulaires qui correspondent aux angles  $\theta$  dans lesquels apparaissent ces pics, avec ces distances  $d$  il est possible de calculer les paramètres de maille.

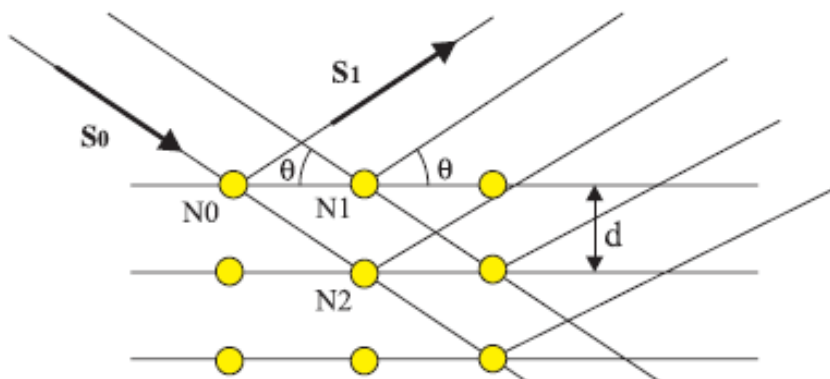


FIGURE 4.8 – Interprétation conventionnelle de la loi de Bragg.

Le logiciel MAUD (Material Analysis Using Diffraction) a été utilisé pour indexer les pics du diffractogramme réalisé. En fait, ce logiciel permet aussi l'analyse quantitative, l'analyse de texture et d'anisotropie et la détermination des contraintes résiduelles. Dans notre étude, on se limite à l'analyse qualitative, l'analyse quantitative ayant été faite par résistivité électrique.

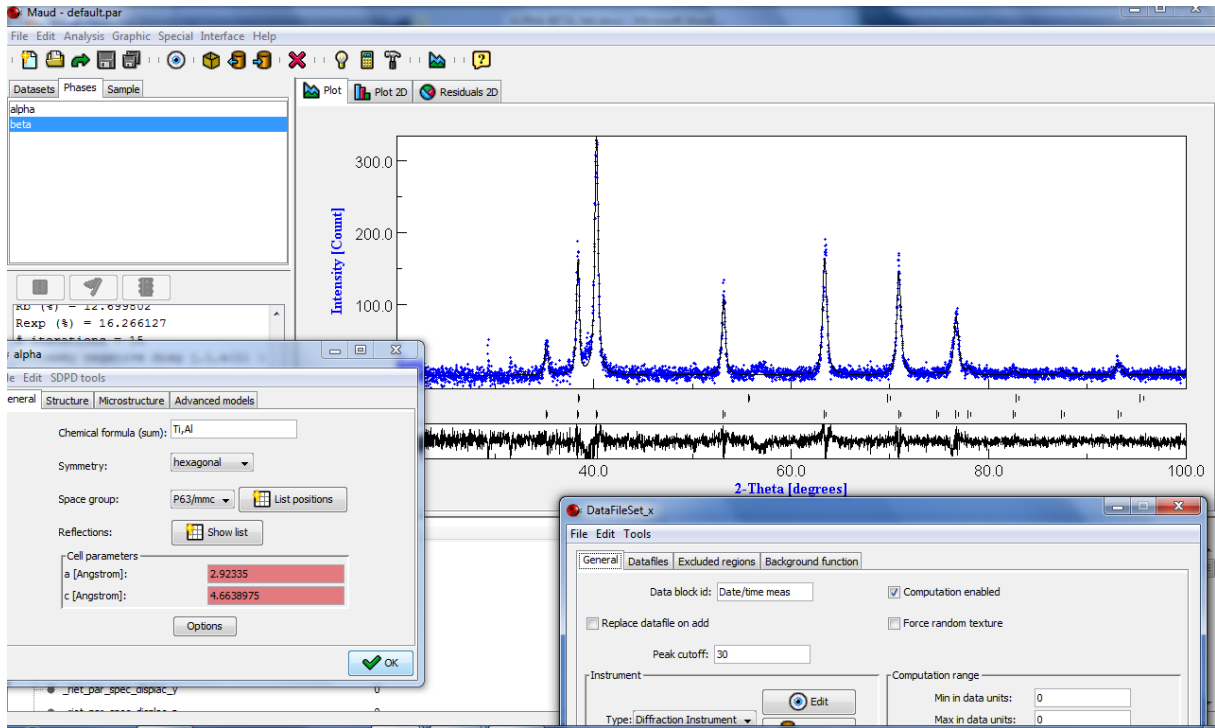


FIGURE 4.9 – Aperçu de l'interface du logiciel MAUD.

## 4.6 Mesure de la résistivité électrique par la méthode des quatre points

Nos échantillons sont mis en contact électriquement par quatre sondes avec l'appareil, ces dernières sont séparées par la même distance «  $S$  » ; c'est-à-dire  $d_{12} = d_{23} = d_{34} = S$  ; les deux pointes extrêmes sont connectées à un générateur et un régulateur de courant ; les deux autres pointes sont reliées à un voltmètre. La valeur du courant imposé est de 195 mA. Pour diminuer l'erreur dans nos mesures, nous avons dû réduire l'épaisseur jusqu'à 0,5 mm au minimum durant le polissage.

Le principe des quatre points consiste à mettre les quatre sondes sur la surface de notre échantillon (suivant les conditions de l'anisotropie de quelques métaux comme le titane). Le courant électrique passe à travers les deux sondes externes et les deux sondes internes relèvent la valeur de la tension obtenue. La distance idéale entre les sondes d'après les expériences est de 2.00 mm.

Le circuit expérimental utilisé pour la mesure des tensions est représenté sur la figure 4.10. Le schéma du dispositif est représenté sur la figure 4.11.



FIGURE 4.10 – Schéma représentatif du matériel de la méthode des quatre points.

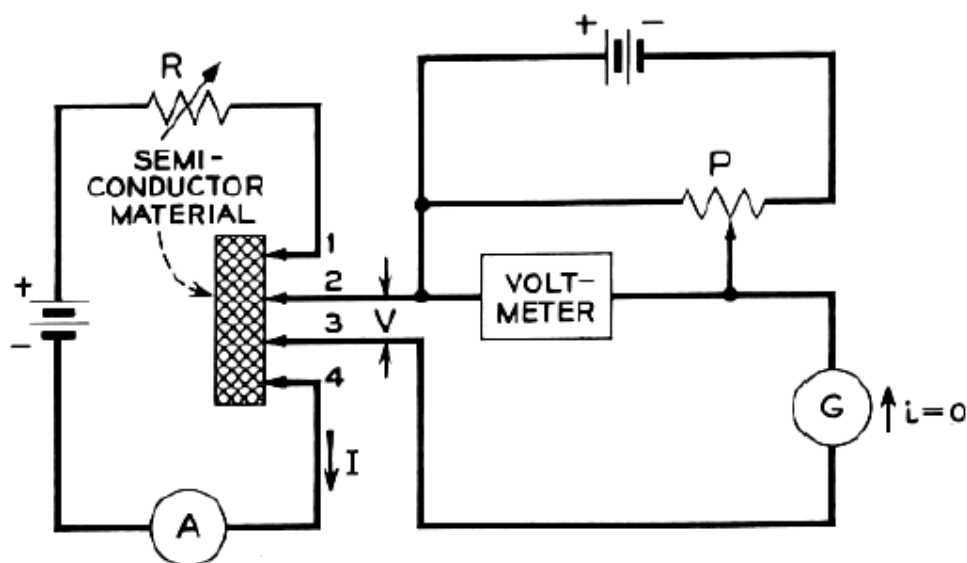


FIGURE 4.11 – Schéma représentatif du dispositif de mesure de la résistivité.

# Chapitre 5

## Résultats et interprétations

### 5.1 L'analyse métallographique

#### 5.1.1 L'alliage à l'état reçu

La figure 5.1 montre la microstructure de l'échantillon à l'état reçu (non traité). Sur cette figure, on remarque une microstructure constituée d'une matrice  $\alpha$  (qui apparaît en clair), dans laquelle baignent des grains  $\beta$  intergranulaire de couleur plus foncée (voir figure 5.1.a). Les fractions des deux phases peuvent être estimées en utilisant la règle des segments inverses (voir figure 4.2) :

$$\% \beta = \frac{BC}{AC} \times 100 = \frac{2}{14} \times 100 = 14.28\%$$

$$\% \alpha = \frac{AB}{AC} = \frac{12}{14} \times 100 = 85.72\%$$

La phase  $\alpha$  est la phase d'équilibre à basse température, c'est ainsi qu'elle est majoritaire dans l'alliage à l'état reçu. Les grains de la phase  $\beta$  prennent naissance au niveau des joints de grains  $\alpha/\alpha$  (voir figure 5.1.b). Les joints de grains  $\alpha/\alpha$  n'apparaissent pas clairement sur les micrographies obtenues (voir figure 5.1.c). Néanmoins, les grains  $\beta$  permettent de tracer les contours des grains  $\alpha$  equiaxes (figure 5.1.d).



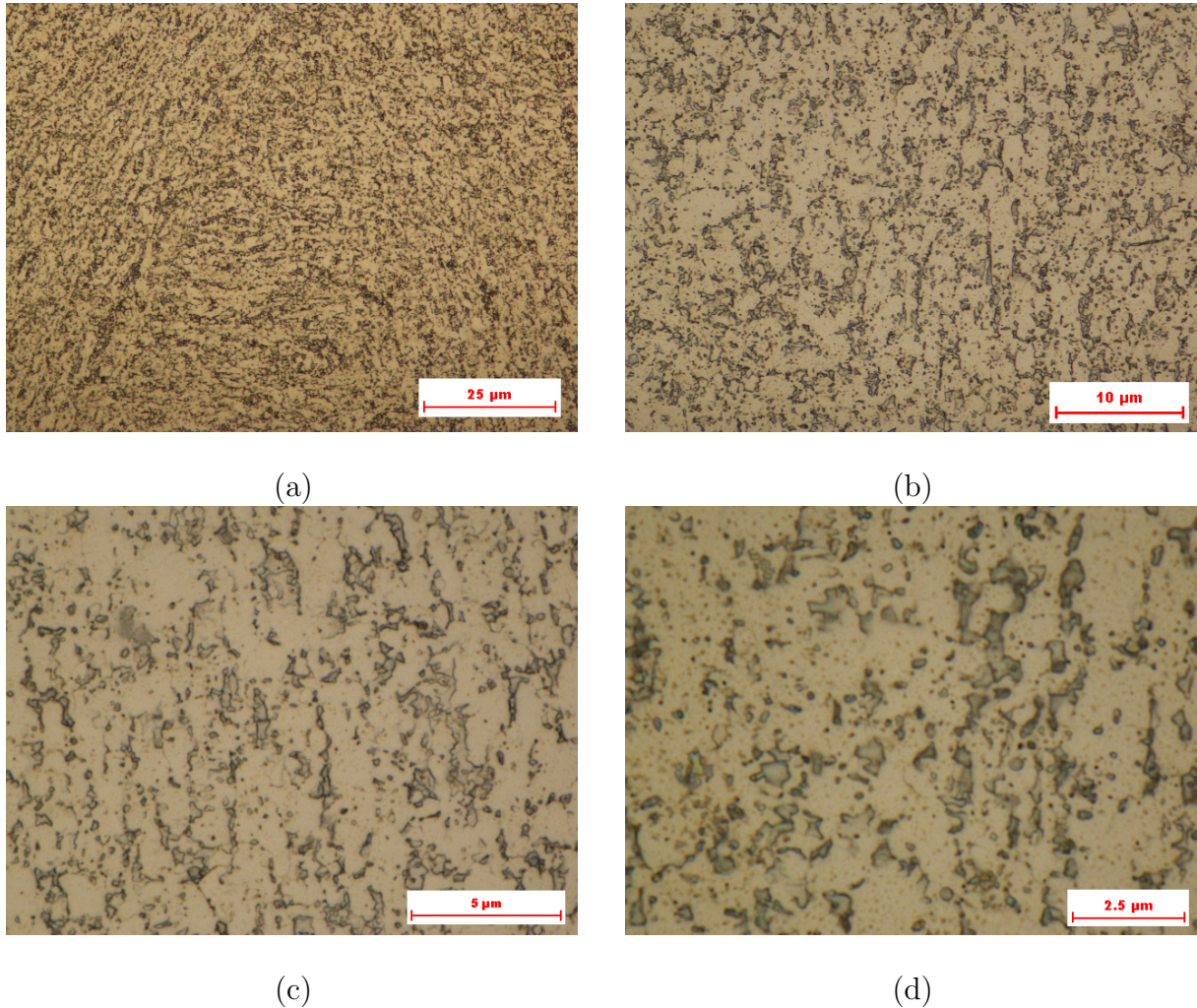


FIGURE 5.1 – Microstructure de l'échantillon non traité de l'alliage TA6V : a) x200, b) x500, c)x1000, d)x1500.

### 5.1.2 Effet des traitements thermiques

#### Effet de la mise en solution et de l'hypertrempe

La figure 5.3 montre la microstructure de l'échantillon qui a subi le traitement de mise en solution suivie d'une hypertrempe sous différents agrandissements. Cette figure montre une microstructure martensitique qui est constituée de phase  $\alpha'$  et une quantité de phase  $\beta$  retenue. Le traitement de mise en solution permet de dissoudre toutes les phases et précipités existants et d'obtenir une microstructure monophasée constituée exclusivement de la phase  $\beta$  (phase stable à haute température). L'hypertrempe permet de figer la microstructure. A partir du diagramme TRC, on remarque l'existence d'une transformation martensitique pour des vitesses très élevées (exemple trempe à l'eau). La martensite se présente sous forme de fines aiguilles, on remarque l'existence d'une relation d'orientation entre les aiguilles de martensite et la phase  $\beta$ . En effet, comme cité précédemment (chapitre 1), Burgers a défini une relation d'orientation entre les réseaux



des deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  telle que :

$$\begin{aligned} & \{0001\}_{\alpha} \parallel \{110\}_{\beta} \\ & \langle 1120 \rangle_{\alpha} \parallel \langle 111 \rangle_{\beta} \end{aligned}$$

La figure 5.2 représente un grossissement des grains  $\beta$ , le calcul des angles entre les différents grains de la phase  $\beta$  a donné les valeurs suivantes :

- Angle 1 =  $89^{\circ}$
- Angle 2 =  $123^{\circ}$
- Angle 3 =  $148^{\circ}$

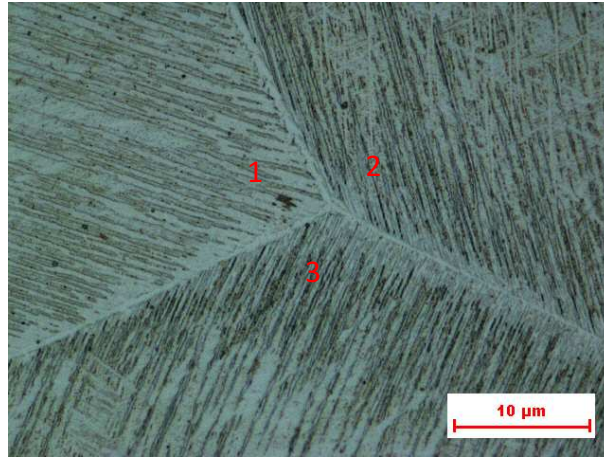


FIGURE 5.2 – Point triple non équilibré.

On constate que les valeurs des trois angles sont différentes et ne sont pas égales à  $120^{\circ}$ , le joint triple n'est donc pas en équilibre. On déduit, ainsi, que lors du traitement de mise en solution, le grossissement des grains  $\beta$  se ferait au détriment des grains à petits angles.

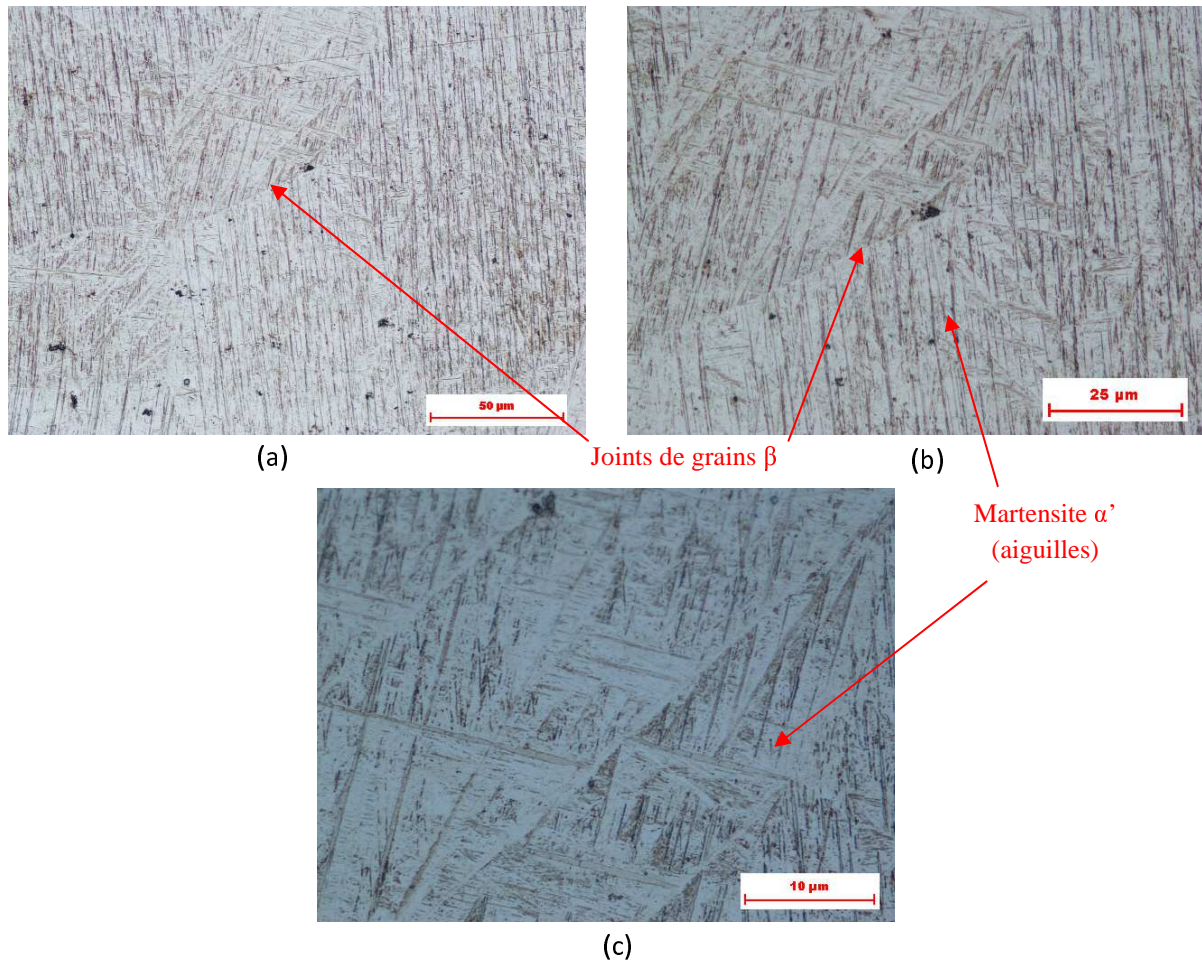
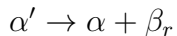
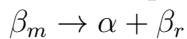


FIGURE 5.3 – Microstructure de l'échantillon mis en solution et hypertrempe de l'alliage TA6V : a) x100, b) x200, c) x500, d) x1000

### Effet du traitement de revenu

Le traitement de revenu est consécutif au traitement d'hypertrempe. Ceci dit, on assiste, ainsi, à la décomposition de la phase  $\beta_m$  et de la martensite  $\alpha'$  (phase hors équilibre) pour donner la phase  $\alpha$  (phase d'équilibre) et la phase  $\beta_r$  selon les réactions :



On remarque sur les microstructures des échantillons maintenus pendant 5, 10, 15 minutes et 3 heures que les lamelles de la phase  $\alpha$  commence par germer aux niveaux des joints de grains  $\beta/\beta$  considérés comme des sites favorables à la germination. Cette phase appelée  $\alpha_{GB}$  (Grain Boundries) a une forme de liseré (figures 5.4 et 5.5).

Dans la microstructure de l'échantillon maintenu pendant 3 heures, on remarque que les lamelles de la phase  $\alpha$  ont atteint l'intérieur des anciens grains  $\beta$ . Les figures 5.4.d et 5.5.c montre une microstructure type widmansttaten appelée  $\alpha_{WGB}$ .

La formation de ces phases se fait toujours dans le respect de la relation d'orientation préalablement citée. On remarque aussi que les lamelles deviennent plus larges à fur et à



mesure que le temps de maintien augmente.

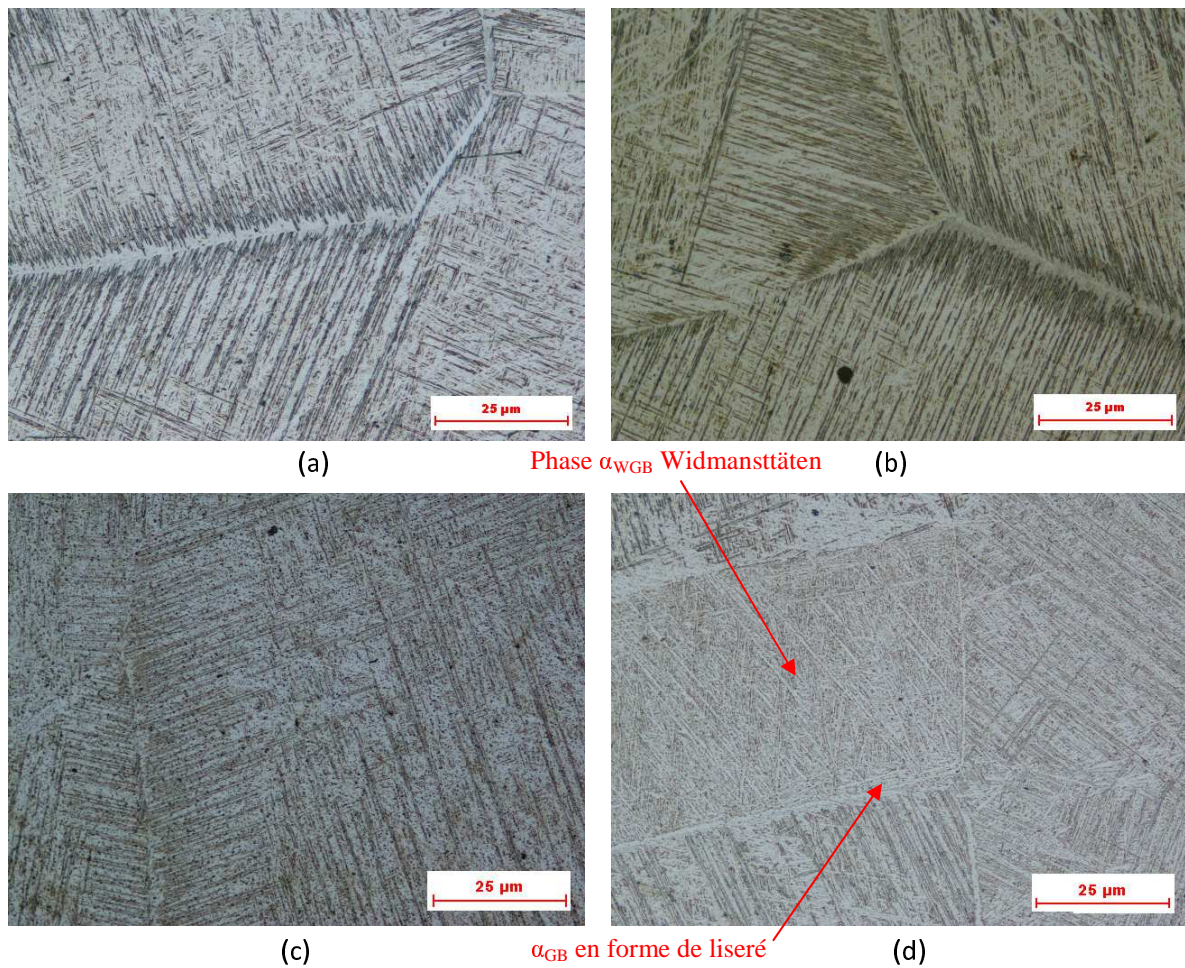


FIGURE 5.4 – Microstructure des échantillons mis en solution puis maintenus à 800 °C (x200). a) échantillon maintenu pendant 5 minutes. b) échantillon maintenu pendant 10 minutes. c) échantillon maintenu pendant 15 minutes. d) échantillon maintenu pendant 3 heures.

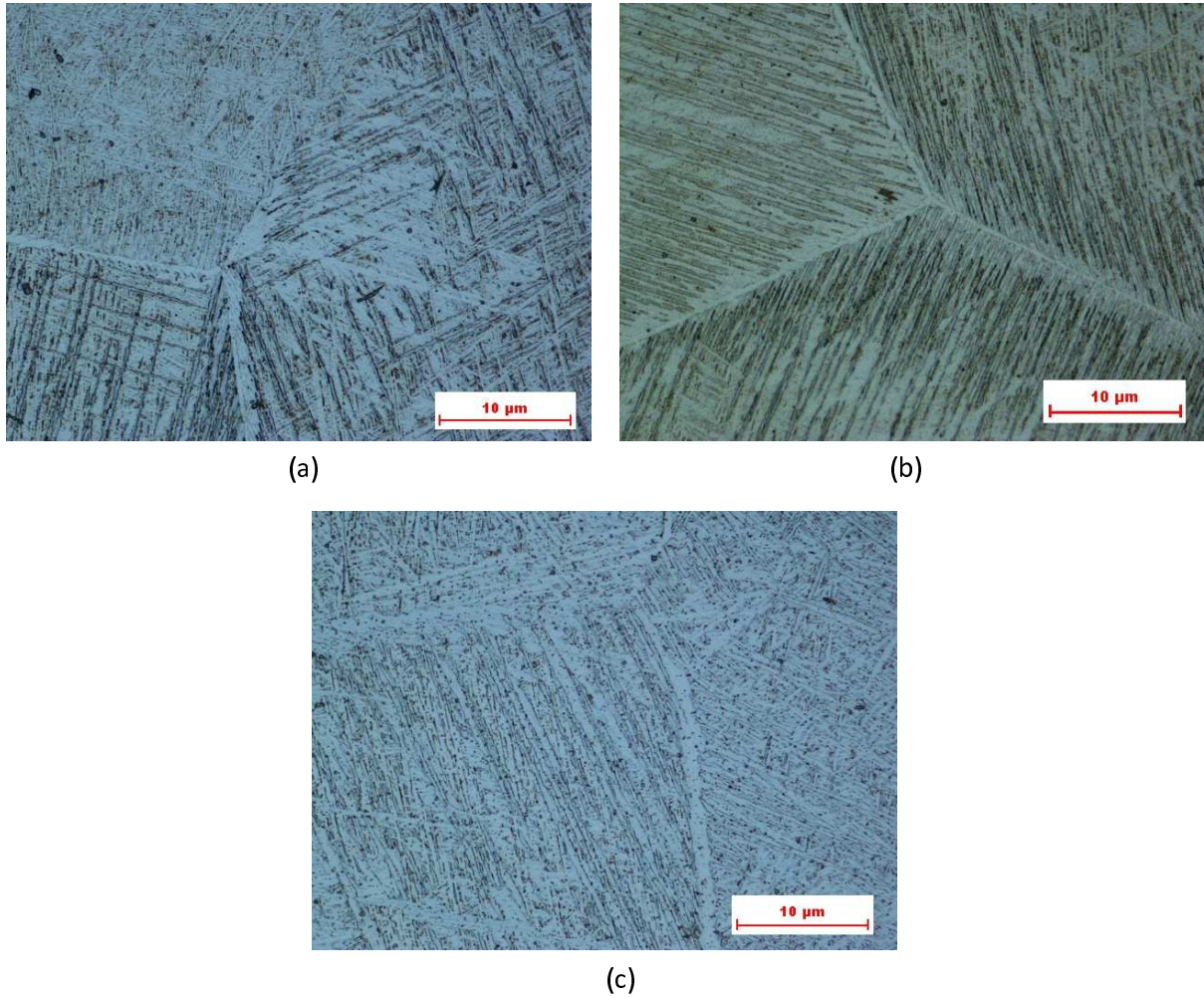


FIGURE 5.5 – Microstructure des échantillons mis en solution puis maintenus à 800 °C (x500). a) échantillon maintenu pendant 5 minutes. b) échantillon maintenu pendant 10 minutes. c) échantillon maintenu pendant 3 heures.

## 5.2 Caractérisation par DRX

### 5.2.1 Indexation des pics du diffractogramme

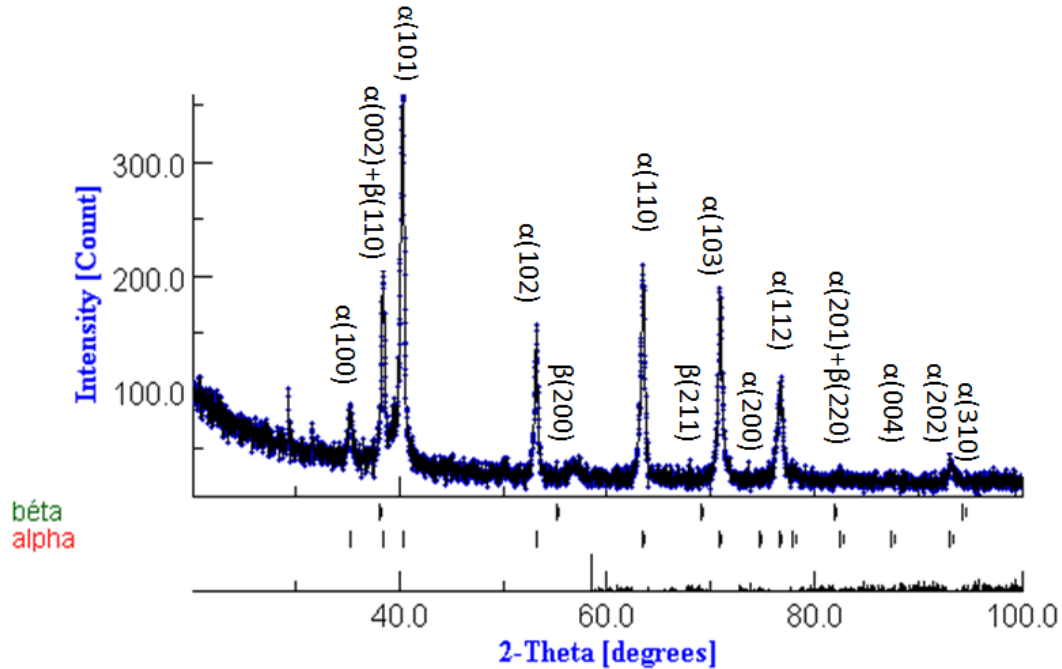


FIGURE 5.6 – indexation des pics du diffractogramme

La figure 5.6 montre les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X. On remarque que la majorité des pics appartiennent à la phase  $\alpha$ , l'indexation des pics de diffraction a été réalisée en utilisant le logiciel MAUD.

### 5.2.2 Calcul des paramètres de la maille

Nous avons utilisé un programme sous Matlab<sup>®</sup> pour calculer les paramètres de maille correspondant aux deux réseaux.

Pour le réseau cubique centré, le paramètre de maille  $a$  est donné par la formule suivante :

$$a = d \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Pour le réseau hexagonal compact, la formule donnant le paramètre de maille est la suivante :

$$a = d \cdot \sqrt{\frac{4}{3}h^2 + h \cdot k + \frac{l}{a}}$$

$c/a = 1.597$  pour le TA6V.

Les tableaux 5.1 et 5.2 regroupe les différentes valeurs des paramètres des mailles obtenues.

TABLE 5.1 – Valeurs des paramètres a et c de la structure HC

h	k	l	$2\theta$ (°)	d (Å)	a (Å)	c (Å)
1	0	0	35.18	2.548	2.9384	4.6926248
0	0	2	38.29	2.3478	2.8755	4.5921735
1	0	1	40.3	2.2353	2.9187	4.6611639
1	0	2	53.11	1.7224	2.8975	4.6273075
1	1	0	63.29	1.4676	2.9316	4.6817652
1	0	3	70.84	1.3286	2.8818	4.6022346
2	0	0	74.65	1.2699	2.9291	4.6777727
1	1	2	76.51	1.2436	2.9139	4.6534983
2	0	1	77.82	1.2259	2.9256	4.6721832
0	0	4	82.4	1.169	2.8634	4.5728498
2	0	2	87.18	1.1168	2.9164	4.6574908
1	0	4	92.92	1.0622	2.8759	4.5928123

TABLE 5.2 – Valeur du paramètre a de la structure CC.

h	k	l	$2\theta$ (°)	d (Å)	a (Å)
1	1	0	38.29	2.3478	3.3204
2	0	0	55.33	1.6584	3.3168
2	1	1	69.3	1.3543	3.3173
2	2	0	82.15	1.1719	3.3147
3	1	0	94.58	1.0479	3.3138

Le tableau 5.3 regroupe les paramètres des mailles calculés, ceux fournis par MAUD et ceux de la littérature :

TABLE 5.3 – Paramètres des mailles calculés, ceux fournis par MAUD et ceux de la littérature.

	Calculé	fourni par MAUD	fourni par la littérature [12]
$a_{HC}$	2,9056 Å	2,9235 Å	2,92 Å
$c_{HC}$	4,6403 Å	4,6642 Å	4,67 Å
$a_{CC}$	3,3166 Å	3,2865 Å	

On remarque que les paramètres de maille obtenus par MAUD, ceux obtenus par les calculs et ceux donnés par la littérature sont assez proche, cette concordance prouve l'efficacité de ce logiciel en termes d'analyse.



## 5.3 Etude de la cinétique

### 5.3.1 Estimation de la fraction transformée

La fraction transformée ( $y$ ) est calculée à partir des résistivités électriques suivant la relation suivante :

$$y_j = \frac{\rho_j - \rho_1}{\rho_{10} - \rho_1} \quad j = 1..10 \quad (5.1)$$

où :

$\rho_j$  : résistivité électrique volumique de l'échantillon  $j$  considéré

$\rho_1$  : résistivité électrique volumique de l'échantillon correspondant au temps de maintien initial

$\rho_{10}$  : résistivité électrique volumique de l'échantillon correspondant au temps de maintien final

pour le calcul de la résistivité électrique volumique ( $\rho$ ), on doit introduire un facteur de correction  $G_7$  tel que :

$$\rho = \frac{\rho_0}{G_7} \quad (5.2)$$

$\rho_0$  : est la résistivité électrique surfacique.

$G_7$  : est fonction de l'épaisseur des échantillons  $W$  et de la distance entre les sondes  $S$ .

Pour le calcul de  $G_7$  on distingue deux cas :

1. Lorsque  $W/S < 0.25$ ,  $G_7$  est calculé suivant la loi suivante :  $G_7 = 2(S/W).ln(2)$
2. Lorsque  $W/S \geq 0.25$ ,  $G_7$  est pris directement d'un tableau (tableau 5.4).

TABLE 5.4 –  $G_7$  correspondant aux différents rapports  $W/S$  [13].

W/S	$G_7$
0.100	13.863
0.141	9.704
0.200	6.931
0.33	4.159
0.500	2.780
1.000	1.504
1.414	1.223
2.000	1.094
3.333	1.0228
5.000	1.0070
10.000	1.00045

Le tableau 5.5 montre les épaisseurs des échantillons ainsi que les rapports  $W/S$ . La méthode de réduction de l'épaisseur étant manuelle, chaque échantillon possède une épaisseur hétérogène, c'est pour cela qu'à l'aide d'un pied à coulisse on a pris plusieurs mesures (en moyenne cinq).

TABLE 5.5 – Différentes épaisseurs mesurées à partir des échantillons ainsi que les différents rapport W/S.

Ech	Epaisseur W (mm)						Raport W/S					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	0,5	0,4	0,5	0,5	0,4		0,25	0,2	0,25	0,25	0,2	
2	0,3	0,2	0,25	0,3	0,15		0,15	0,1	0,125	0,15	0,075	
3	0,2	0,3	0,5	0,25	0,5		0,1	0,15	0,25	0,125	0,25	
4	0,45	0,6	0,5	0,5	0,6		0,225	0,3	0,25	0,25	0,3	
5	0,6	0,4	0,5	0,4	0,55	0,5	0,3	0,2	0,25	0,2	0,275	0,25
6	0,65	0,5	0,4	0,25	0,25		0,325	0,25	0,2	0,125	0,125	
7	0,4	0,45	0,3	0,35	0,2	0,5	0,2	0,225	0,15	0,175	0,1	0,25
8	0,4	0,55	0,2	0,3	0,1	0,6	0,2	0,275	0,1	0,15	0,05	0,3
9	0,55	0,5	0,6	0,6	0,6		0,275	0,25	0,3	0,3	0,3	
10	0,5	0,4	0,35	0,6	0,55	0,55	0,25	0,2	0,175	0,3	0,275	0,275

Pour calculer la résistivité électrique surfacique ( $\rho_0$ ) des échantillons, on utilise la loi suivante :

$$\rho_0 = \frac{V}{I} \cdot 2\pi S \quad (5.3)$$

avec :

V : la tension mesurée ( $\mu$ Volt).

I : le courant électrique ( $I = 195$  mA).

S : la distance entre les sondes ( $S = 2$ mm).

Le tableaux 5.6, montre la tension moyenne mesurée pour chaque échantillon ainsi que les résistivités électriques surfacique et volumique moyennes calculées à partir des mesures.

TABLE 5.6 – Valeurs de la tension moyenne mesurées pour chaque échantillon ainsi que les résistivités électriques surfacique et volumique moyennes calculée à partir des mesures.

Ech	Temps de traitement (s)	Tension moyenne( $\mu$ V)	Résistivité surfacique moyenne ( $m\Omega.cm$ )	Résistivité volumique moyenne ( $m\Omega.cm$ )
1	300	75,330	0,485	0,070
2	600	347,500	2,238	0,140
3	900	370,000	2,383	0,171
4	1200	183,000	1,178	0,205
5	2400	173,500	1,117	0,268
6	3600	271,000	1,644	0,278
7	10800	211,333	1,361	0,282
8	21600	244,500	1,574	0,291

Ces calculs faits, on peut dresser dans un tableau le taux de transformation ( $y$ ) en fonction du temps de traitement (tableau 5.7).



TABLE 5.7 – Valeurs de y en fonction de t.

Temps de traitement (s)	y
100	< 0,100
300	0,240
600	0,483
900	0,590
1200	0,704
2400	0,923
3600	0,955
10800	0,969
21600	1.000

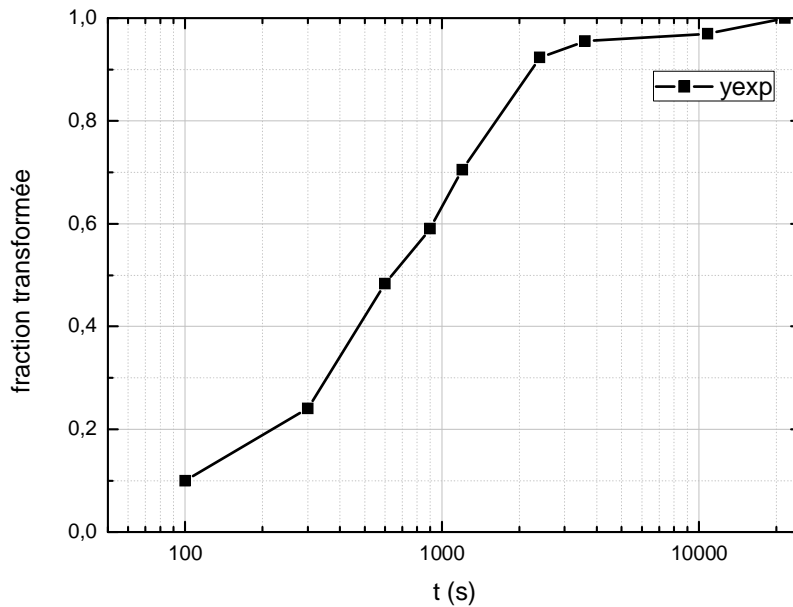


FIGURE 5.7 – Courbe de la cinétique de transformation  $y = f(t)$ .

La figure 5.7 donne l'évolution de la fraction transformée (y) en fonction du temps de maintien t. On remarque que la courbe  $y=f(t)$  dont l'allure est sigmoïdale suit l'équation proposée par JMA (chapitre 3).

### 5.3.2 Modélisation par l'équation de JMA

En traçant  $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right) = f(t)$  (figure 5.8), on constate que la courbe est une droite dont la pente correspond à l'indice d'Avrami n, l'intersection de la courbe avec l'axe des ordonnées permet de calculer la constante de vitesse k.

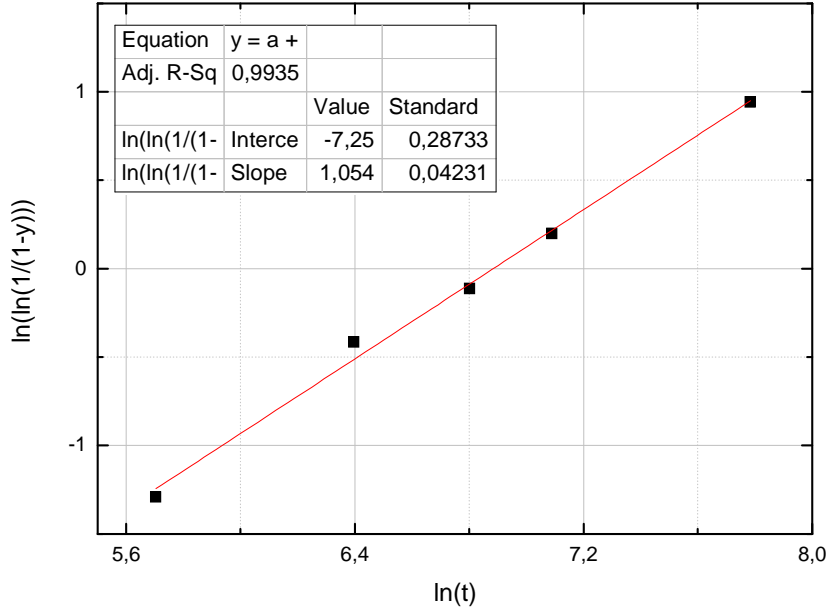


FIGURE 5.8 – Courbe de  $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right) = f(t)$ .

Pour notre étude nous avons obtenu :

$$n = 1.054$$

$$k = 1.02432 \times 10^{-3} s^{-1}$$

L'équation donnant la fraction transformée en fonction du temps pour notre étude est :

$$y = 1 - \exp\left(-\left(1.02432 \times 10^{-3} \times t\right)^{1.054}\right) \quad (5.4)$$

La figure 5.9 montre que la fraction théorique calculée est en bon accord avec les résultats obtenus expérimentalement. Une valeur de  $n$  égale à 1 correspond à une croissance des précipités sous forme d'aiguilles, cette constatation est confirmée par l'observation métallographique (figure 5.4). On peut, à partir de l'équation (5.4) estimer la vitesse de transformation  $dy/dt$ . En effet, en différenciant l'équation (5.4) on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = n \cdot (1 - y) \cdot k^n \cdot t^{n-1} \quad (5.5)$$

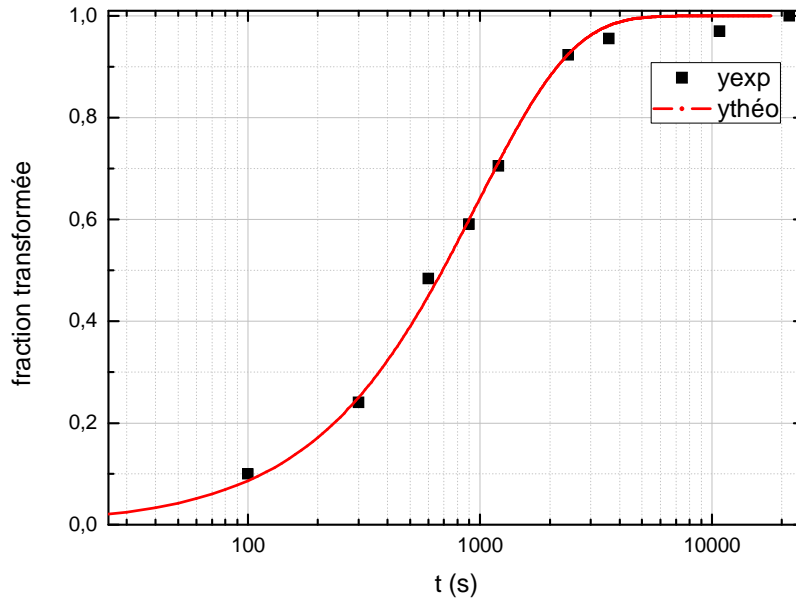


FIGURE 5.9 – Superposition des deux courbes calculée et pratique de la cinétique de transformation  $y = f(t)$ .

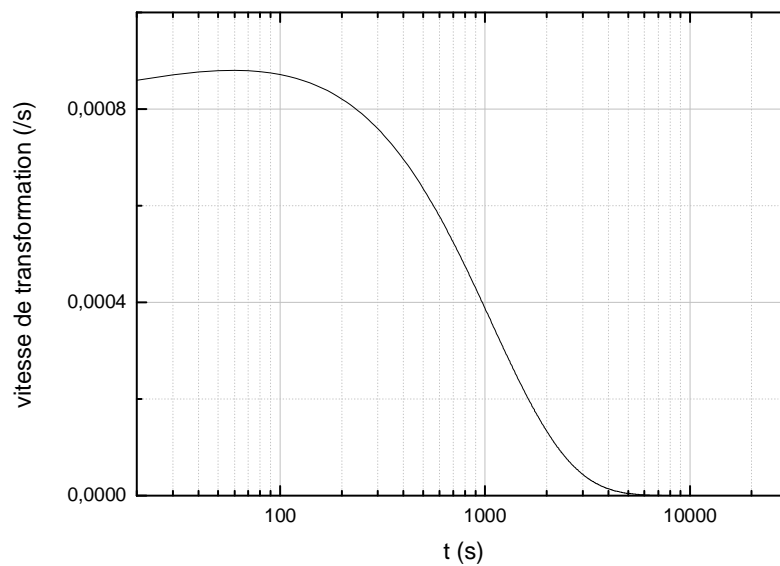


FIGURE 5.10 – Courbe décrivant la vitesse de transformation  $dy/dt = f(t)$ .

La figure 5.10 montre l'évolution de la vitesse de transformation en fonction du temps. On remarque que la courbe a la forme d'une cloche qu'on peut diviser en trois parties :

- a)  $t < 60$  s : dans cette région, la vitesse de transformation augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale. Cette zone correspond au stade où la germination et la croissance augmentent simultanément.

- b)  $60 \text{ s} < t < 8 \text{ h}$  : dans cette zone, la vitesse de transformation décroît jusqu'à s'annuler. Cette zone correspond à une germination très lente (voir nulle), on assiste, ainsi, à la croissance des germes préalablement formés.
- c)  $t > 8 \text{ h}$  : dans cette zone la vitesse devient nulle. La germination et la croissance cessent, cédant la place à la coalescence des gros grains au détriment des plus petits.

# Conclusion générale

Le TA6V est le siège d'une transformation allotropique puisqu'il passe d'une structure HC (stable à basse température) vers une structure CC (stables à haute température). Dans ce travail, les valeurs des taux initiaux des phases  $\alpha$  et  $\beta$  (respectivement 85,72% et 14,28%) calculées à partir du diagramme d'équilibre pseudo-binaire à l'aide de la règle des segments inverses, confirment qu'en effet, l'alliage est biphasé  $\alpha + \beta$ . Cette structure biphasée le rend susceptible d'être traité thermiquement et donne la possibilité d'obtenir un durcissement par mise en solution et vieillissement à différentes échelles. La modélisation par l'équation de JMA nous a permis de déterminer l'indice d'Avrami ( $n=1.054$ ). Cette valeur, proche de 1, caractérise une transformation contrôlée par la diffusion, et une croissance sous forme d'aiguilles. Ce résultat a pu être confirmé par les micrographies obtenues par microscopie optique.

Nous avons eu dans ce travail, l'occasion d'utiliser le logiciel MAUD pour l'indexation du diffractogramme et le calcul des paramètres des mailles. Il s'est avéré que ce dernier est très efficace pour ce type d'analyse. En effet, les résultats obtenus sont très proche de ceux donnés par la littérature.

L'essai de résistivité électrique est une méthode convenable pour étudier les cinétiques de transformations de phases en conditions isothermes, sous réserve de prendre les précautions nécessaires pour éviter l'oxydation des échantillons. C'est-à-dire que les traitements thermiques doivent être effectués sous vide et sous atmosphère contrôlée, la résistivité électrique étant influençable par toute impureté dans le matériau y compris les oxydes, il y aura ainsi risque d'avoir des résultats faussés.

Les résultats qu'on a pu obtenir sont en bon accord avec la théorie et le niveau de précision est acceptable. On s'intéresse par la suite, en vue d'améliorer nos calculs et d'élargir notre étude à :

- Réaliser d'autres essais à différentes températures de revenu.
- Effectuer les essais de résistivité électrique in-situ, qui nous permettrons de suivre des cinétique très rapides correspondant aux températures du nez du diagramme TTT.
- Calculer l'énergie d'activation de la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ .
- Tracer le diagramme TTT propre à notre alliage.

# Bibliographie

- [1] G. Lütjering, J.C. Williams, “*Titanium*”, Springer-Verlag, Berlin, Allemagne, 2007.
- [2] Christoph Leyens, Manfred Peters, “*Titanium and titanium alloys*”, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.
- [3] Gwénaél Texier, “*Elaborations et caractérisations micro et nanostructurales d’alliages à base de titane à destination biomédicale.*”, thèse de doctorat, l’Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, France, décembre 2005.
- [4] Yves Combres, “*Propriétés du titane et de ses alliages*”, Techniques de l’ingénieur.
- [5] “*Alloys phase diagrams*”, ASM metals handbook VOL3, 1992.
- [6] Helene Jousset, “*Viscoplasticité et microstructures d’un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation*”, thèse de doctorat, novembre 2008.
- [7] Yves Combres, Bernard Champin, “*Traitements thermiques des alliages de titane*”, Techniques de l’ingénieur.
- [8] “*Heat treating*”, ASM metals handbook VOL4, 1991.
- [9] D.A. Porter, K.A. Easterling, “*Phase transformations in metals and alloys*”, Chapman & Hall, Londres, Angleterre, 1996.
- [10] “*Metallography and microstructures*”, ASM metal handbook VOL9.
- [11] M. Bouabdallah “*Théorie de la croissance*”, Support de cours, Ecole nationale polytechnique, Alger.
- [12] Philippe Castany “*Etude des micromécanismes de déformation d’un alliage Ti-6Al-4V par déformation MET in situ : influence d’un traitement de surface*”, Thèse de doctorat, Toulouse, France, Novembre 2007.
- [13] “*Four Probe Set-up for Measuring the Resistivity of Very to Highly Resistive Samples at Different Temperature*”, SVS Labs Inc, USA, 2009, Page 19.