

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du

Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Thème

*Caractérisation microstructurale et mécanique
avec l'étude de la cinétique de transformation
de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des soudures
d'alliage de titane TA6V*

Réalisé par :

M^r. ZOUMALI Kamel

M^r. BABANNA Choayb

Promoteur :

Mr. Pr. M. BOUABDALLAH

Juin 2012

Ecole Nationale Polytechnique, 10 Avenue Hassen Badi El Harrach, Alger, Algérie.

ملخص

الهدف من هذا العمل الوصف المجهرى ودراسة حركية التحول $\beta \leftarrow \alpha$ في لحام خليط التيتانيوم TA6V. لهذا، أجرينا المعالجات الحرارية التي تتكون في الحفاظ على درجة حرارة عالية (1000، 900، 700 و 500 درجة مئوية) لمدة 1 ساعة يليها التبريد في الفرن والهواء. تم إجراء دراسة حركية التحول بواسطة DSC (الفرق الكالوري المسح الضوئي). واخيرا أجرينا مكبروقساوة في المناطق الحام الثلاث.

الكلمات المفتاحية

خليط التيتانيوم (TA6V)، الوصف المجهرى، الوصف الميكانيكي، حركية التحول، المعالجة الحرارية، DSC، طور α ، طور β ، مرتونسييت.

Résumé

L'objectif de ce travail est de caractériser la microstructure et étudier la cinétique de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des soudures d'alliage de titane TA6V. Pour cela, nous avons réalisé des traitements thermiques qui consistent en un maintien à haute température (1000, 900, 700 et 500 °C) pendant 1 heure suivi d'un refroidissement dans le four et à l'air libre. L'étude de la cinétique de transformation de phase a été réalisée par DSC (calorimétrie différentielle à balayage). Enfin nous avons réalisé un profil de microdureté dans les trois zones de la soudure (MB, ZAT et ZF).

Mots clés :

Alliage de titane (TA6V), caractérisation microstructurale, caractérisation mécanique, cinétique de transformation, traitement thermique, DSC, la phase α , la phase β , martensite.

Summary

The objective of this work is to characterize the microstructure and to study the kinetics of phase transformation $\beta \rightarrow \alpha$ in TA6V titanium alloy welds. For this, we performed heat treatments consisting on maintaining samples at high temperature (1000, 900, 700 and 500 °C) for 1 hour followed by cooling in the furnace and air. The study of the kinetics of phase transformation was performed by DSC (differential scanning calorimetry). Finally we made a microhardness profile in the three zones of the weld (BM, HAZ and FZ).

Key words:

Titanium alloy (TA6V), microstructural characterization, mechanical characterization, transformation kinetics, heat treatment, DSC, the α phase, the β phase, martensite.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À ma très chère mère Meriem, qui m'a accompagné durant les moments les plus pénibles de ce long parcours de mon éducation, celle qui a fait preuve de ces plus copieux desseins pour me permettre de goûter le fardeau de ce monde et de chercher la voie de ma vie avec ces précieux conseils, donc je devais incessamment être de grande compétence et motivation.

À mon cher père Djimoié qui a sacrifié sa vie afin de me voir grandir et réussir dans le parcours de l'enseignement. Celui qui a toujours resté à mes côtés dans les moments rudes de ma vie.

À mes chers frères et sœurs : Abd elslam, Farid, Houdiefa, Assya, Hafitta, Halima, Siham, Hajr

À mes amis proche : flahi walid, maouzi choayb.

À tous mes collègues

À toute la famille babannasans exception.

À mon binôme et confrère : Kamel

À tous mes amis

Choayb



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À ma très chère mère Salima, qui m'a accompagné durant les moments les plus pénibles de ce long parcours de mon éducation, celle qui a fait preuve de ces plus copieux desseins pour me permettre de goûter le fardeau de ce monde et de chercher la voie de ma vie avec ces précieux conseils, donc je devais incessamment être de grande compétence et motivation.

À mon cher père Noureddine qui a sacrifié sa vie afin de me voir grandir et réussir dans le parcours de l'enseignement. Celui qui a toujours resté à mes côtés dans les moments rudes de ma vie.

*À Mes chers frères : **fethi, Hamdi, Hanan, Souli, Laha, Iman et Chourouk***

*À toute la famille **Zoumali** sans exception.*

*À mon binôme et confrère : **Choayb***

À tous mes amis

Kamel



Remerciements

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

Nous tenons à remercier d'abord mes deux promoteurs Mrs. Pr. M.BOUABDELLAH et Nabil KHERROUBA pour avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir durant les moments difficiles.

Nous remercions Mr. M.E.DJAGHLEL d'avoir accepté de présider le jury de notre thèse.

Nous remercions Mr. K.ABADLI et Mr. A. DELLALI d'avoir accepté de juger notre travail.

Nous remercions aussi l'ensemble du personnel technique et administratif du Centre Nationale de Recherche Scientifique et Technique en Soudage Cheraga (CSC).

Sommaire

Chapitre I Le titane et ses alliages

I.1 Introduction	4
I.2 Structure et forme allotropique	4
I.3 Propriétés physiques du titane	6
I.4 Propriétés mécaniques du titane.....	7
I.5 Les alliages de titane.....	9
I.5.1 Effet des éléments d'alliage	9
I.5.2- Diagrammes d'équilibre :	11
I.5.2.1 Diagramme d'équilibre Ti-Al	11
I.5.2.2 Diagramme d'équilibre Ti-V	11
I.5.3 Classification des alliages de titane :	12
I.5.3.1 Les alliages α	12
I.5.3.2 Les alliages β	13
I.5.3.3 Les alliages $\alpha+\beta$	14
I.5.4.4 Les différentes phases dans les alliages de titane.....	14
I.5.4 L'alliage de titane TA6V	16
I.5.4.1 Généralités	16
I.5.4.3 Les différentes phase présente dans le TA6V	17
I.5.4.5 Les principaux traitements thermiques	19
I.5 Conclusion.....	20

Chapitre II Cinétique de transformation des phases

II.1 introduction.....	22
II.2 Diagramme T.T.T du TA6V	22
II.3 Diagramme T.R.C. du TA6V	23

II.4 Métallurgie de soudage du TA6V4	24
II.4.1 Définition du soudage	24
II.4.2 Définition de la soudabilité	24
II.4.3 Le soudage du titane	24
II.4.4 Caractéristiques métallurgiques des soudures	26
II.4.5 Propriété mécanique de la soudure	26
II.5 Les cinétiques de transformations des phases	27
II.6 conclusion	27

Chapitre III Techniques expérimentales

III.1 Introduction	30
III.2 Analyse de la composition chimique	30
III.3 l'opération de soudage	31
3.1 Préparation de surface	31
III.3.2 Description du procédé TIG	32
III.3.3 Déroulement de l'opération de soudage	33
III.3.4 Les paramètres de soudage	34
III.4 Traitement thermique	36
III.5 Caractérisation	36
III.5.1 Caractérisation métallographique	36
III.5.1.1 Préparation des échantillons	37
III.5.1.2 Attaque chimique	38
III.5.1.3 Observation microscopique	38
III.6 Calorimètre différentielle à Balayage (DSC)	40
III.6.1 Définition	41
III.6.2 Principe de la méthode	41
III.7 Diffraction des Rayons X	40
III.8 Caractérisation mécanique	42
III.8.1 Essai de microdureté	42
III.8.2 Essai de microdureté Vickers	43

Chapitre IV Résultats et interprétation

IV.1 L'analyse des composition chimique	45
IV.2 Caractérisation microstructurale	48
IV.2.1 Evolution microstructurale lors de l'opération de soudage	48
IV.2.2 Evolution de la microstructure lors d'un traitement thermique.....	49
IV.2.2.1 Le métal de base.....	49
IV.2.2.1La zone affectée thermiquement	51
IV.2.3Caractérisation par rayons X.....	54
IV.3 Essai de microdureté	57
IV.3.1 Effet du soudage.....	57
IV.3.2 Effet des traitements thermiques	58
IV.4 Etude de la cinétique de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ en condition de refroidissement continu	59
Conclusion général et recommandation.....	60

Bibliographies

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I. 1: Cristallographie du titane pur</i>	5
<i>Figure I. 2: Représentation schématique de la transformation allotropique $\beta \leftrightarrow \alpha$</i>	5
<i>Figure I. 3: La transformation allotropique $\alpha \leftrightarrow \beta$ par relations de Burgers</i>	6
<i>Figure I. 4: Influence des éléments d'addition sur les diagrammes d'équilibre</i>	10
<i>Figure I. 5: Diagramme d'équilibre Ti-Al</i>	11
<i>Figure I. 6: Diagramme d'équilibre Ti-V</i>	12
<i>Figure I. 7: Diagramme de phase pseudo-binaire applicable aux alliages titane</i>	13
<i>Figure I. 8: Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane</i>	14
<i>Figure I. 9: Microstructure du TA6V</i>	16
<i>Figure I. 10: Exemple de morphologie que l'on peut rencontrer dans l'alliage TA6V</i>	18
<i>Figure II. 1: Diagramme TTT après remise en solution à 1025°C, 30 min</i>	22
<i>Figure II. 2: Diagramme TRC du TA6V</i>	23
<i>Figure II. 3: Les différentes zones de soudure</i>	25
<i>Figure III. 1: Diagramme schématique pseudo-binaire du Ti-6Al</i>	31
<i>Figure III. 2: Schéma du procédé TIG</i>	32
<i>Figure III. 3: Principe du procédé de soudage TIG simple flux</i>	33
<i>Figure III. 4: la tôle soudée</i>	34
<i>Figure III. 5: schéma illustratif des échantillons utilisés</i>	36
<i>Figure III. 6: Polisseuse</i>	37
<i>Figure III. 7: Microscope optique de type ZEISS</i>	39
<i>Figure III. 8: Interaction électron/matière</i>	39
<i>Figure III. 9: Principe de la loi de Bragg</i>	40
<i>Figure III. 10: Principe d'un appareil DSC à compensation de puissance</i>	41
<i>Figure III. 11: Microduromètre</i>	42
<i>Figure III. 12: Principe de la microdureté</i>	43
<i>Figure III. 13: Schéma du balayage pour la mesure de la dureté sur les trois zones de soudé</i>	44
<i>Figure IV. 1: Composition chimique de l'alliage TA6V étudié par EDS</i>	47
<i>Figure IV. 2: La microstructure des trois zones de soudage de l'échantillon non traité, a) MB, b) ZAT, c)ZF</i>	48
<i>Figure IV. 3: Evolution de la microstructure du métal de base après refroidissement à partir a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air)</i>	50
<i>Figure IV. 4: Evolution de la microstructure de la zone affectée thermiquement après refroidissement à partir a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air)</i>	52
<i>Figure IV. 5: Evolution de la microstructure de la zone fondue après refroidissement à partir a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air)</i>	53
<i>Figure IV. 6: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (MB)</i>	54

<i>Figure IV. 7: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (ZAT).</i>	54
<i>Figure IV. 8: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (ZF).</i>	55
<i>Figure IV. 9: Diffractogramme de la phase β(CC) du titane pur.</i>	55
<i>Figure IV. 10: Diffractogramme de la phase α (HC) du titane pur.</i>	56
<i>Figure IV. 11: Profil de microdureté de l'échantillon non traité.</i>	57
<i>Figure IV. 12: Profils de microdureté après refroidissement à partir les températures suivantes 1000, 900, 700,500 °C (à l'air).</i>	58
<i>Figure IV. 13: Profils de microdureté après refroidissement à partir des températures suivantes 1000, 900, 700,500 °C (dans le four).</i>	59
<i>Figure IV. 14: Résultat de la DSC pour le métal de base.</i>	60
<i>Figure IV. 15: Résultat de DSC pour la zone affectée thermiquement.</i>	60
<i>Figure IV. 16: Résultat de DSC pour la zone fondue.</i>	61
<i>Figure IV. 17: Organigramme de programme pour calculer S (les surfaces de pique).</i>	62
<i>Figure IV. 18: Résultat de la DSC pour les trois zones (ZF, ZAT, MB).</i>	63
<i>Figure IV. 19: Organigramme de programme qui calculer la fraction.</i>	64
<i>Figure IV. 20: Evolution de la fraction transformée en fonction de la température dans les trois zones de la soudure.</i>	65

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau I. 1: Propriétés physiques du titane pur</i>	6
<i>Tableau I. 2: Les caractéristiques des différentes phases présentes dans les alliages de titane [10]. .</i>	15
<i>Tableau III. 1: Composition chimique Ti-6Al-4V [13].....</i>	30
<i>Tableau III. 2: Paramètre de préparation de soudage</i>	34
<i>Tableau III. 3: Les différents paramètres de soudage</i>	35
<i>Tableau III. 4: Description de solution d'attaque utilisée.</i>	38

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

L'alliage de titane (TA6V) est largement utilisé dans l'industrie aéronautique, chimique et nucléaire. Il a aussi d'importantes applications dans le secteur médical grâce à sa biocompatibilité. En effet, sa structure biphasée ($\alpha+\beta$) présente des caractéristiques attrayantes (faible densité, température de fusion élevée, bonne tenue à la corrosion et caractéristiques mécaniques élevées).

Ce travail a été réalisé au niveau du Centre National de Recherche Scientifique et Technique en Soudage (CSC). L'objectif de cette étude étant de caractériser la microstructure et la cinétique de transformation de phase dans des soudures de l'alliage aéronautique (TA6V).

Nous nous proposons donc d'étudier ce phénomène et nous nous intéressons dans cette étude à la transformation de la phase β vers la phase α . C'est donc une approche qualitative en utilisant la microscopie optique, la diffraction des rayons X, l'EDS, la microdureté et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).

L'alliage de titane utilisé dans cette étude est l'alliage TA6V préalablement soudé et ayant subi un traitement thermique à quatre températures 500, 700, 900 et 1000 °C pendant un temps de maintien 1h puis refroidis dans deux milieux de refroidissement différentes (four et air).

Notre étude est divisée en trois parties :

- La première partie est consacrée à la recherche bibliographique qui donne un aperçu général sur le titane et ces alliages (TA6V), les traitements thermiques et la cinétique de transformation de phase.
- Dans la deuxième partie, nous donnons une description des méthodes expérimentales utilisées.
- La troisième partie est consacrée à l'exploitation des résultats obtenus, ainsi que les interprétations et une discussion sur ces résultats.

On terminera ce travail par une conclusion générale, où nous reprendrons l'ensemble de nos constatations.

**ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE**

Chapitre I

Le titane et ses alliages

- 1- Introduction.
- 2- Structure et forme allotropique.
- 3- Propriétés physique du titane.
- 3- Propriétés mécanique du titane.
- 5- Les alliages de titane.
- 6- Conclusion.

I.1 Introduction

Seuls cinq à dix pourcent du minerai de titane extrait étaient utilisés pour des applications dans le domaine de la métallurgie. Ce n'est qu'à partir des années 1950 que les applications métallurgiques se sont développées, sous forme d'additions aux aciers (ferrotitanes) ou pour élaborer des alliages de titane.

Le titane et ses alliages présentent des caractéristiques remarquables par rapport aux autres métaux courants, avec un haut rapport résistance mécanique/densité très souvent favorable, d'excellentes propriétés de résistance à la corrosion ainsi qu'un haut point de fusion.

Pour ce réseau les applications se diversifient en particulier dans le domaine de la chimie, dans le domaine biomédical ainsi que dans le domaine aéronautique malgré leur prix relativement élevé [1].

I.2 Structure et forme allotropique

Le titane est un élément allotropique, c'est-à-dire, il existe sous plus d'une forme cristallographique.

À la température ambiante, le titane a une structure cristalline hexagonale compacte (hc) appelée phase α ($a=2,950\text{Å}$, $c=4,683\text{Å}$, $c/a=1,587$).

Ce rapport est inférieur à 1.633 (soit $\sqrt{8/3}$) qui est le rapport c/a théorique de compacité idéale du système hexagonal, ce qui induit un certain nombre de propriétés ; ainsi, dans le cas des alliages de titane, le plan de base (0001) perd son privilège de plan atomique de haute densité au profit des faces du prisme ($10\bar{1}0$) et des plans pyramidaux ($\bar{1}011$). La multiplication des plans de glissement ou de maclage qui en résulte explique en grande partie la ductilité relativement importante du titane par rapport à d'autres systèmes hexagonaux plus classiques (ex : Zn ou Mg).

La structure se transforme en structure cristalline cubique centrée, appelée la phase β ($a=3,32\text{Å}$).

Les deux structures ainsi définies sont représentées schématiquement dans la **Figure I.1**. La température de transition $\alpha\leftrightarrow\beta$ est appelée transus β (T_β) et est de 882°C dans le cas du titane pur [2].

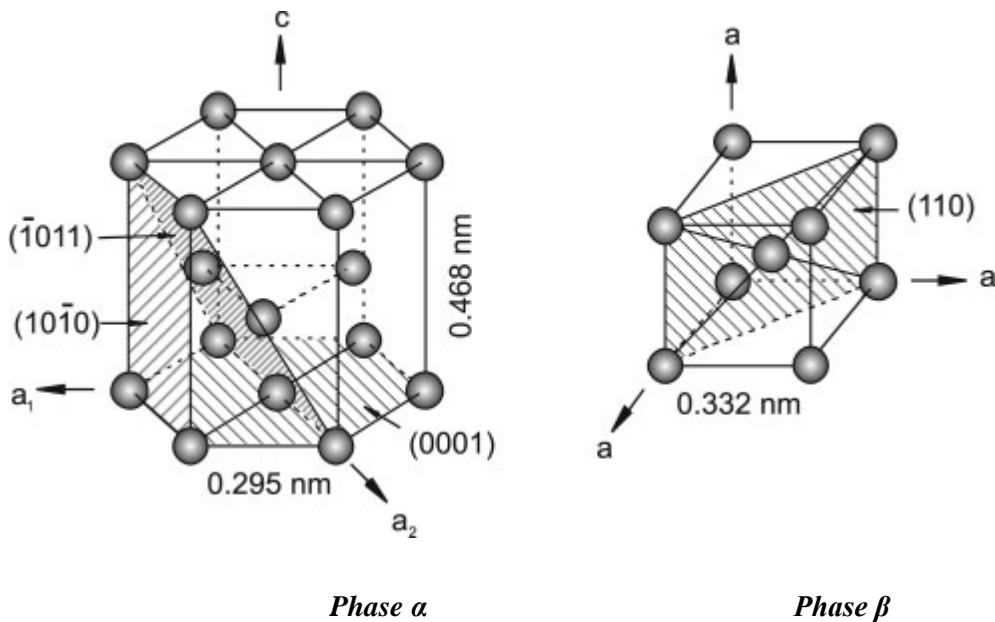


Figure I. 1: Cristallographie du titane pur [2].

La transformation allotropique $\alpha \leftrightarrow \beta$ est de type martensitique. Elle a lieu sans diffusion : il est donc impossible de retenir la phase β à température ambiante même par trempe ultra-rapide. De plus, le passage de la phase cubique centrée à la phase hexagonale (**Figure I-2**) se fait par un déplacement coordonné des atomes inférieur à la distance interatomique : il en résulte des relations définies entre les orientations cristallographiques des deux phases, ce sont les relations de Burgers:

- Directions: $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$.
- Plans: $\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}$.

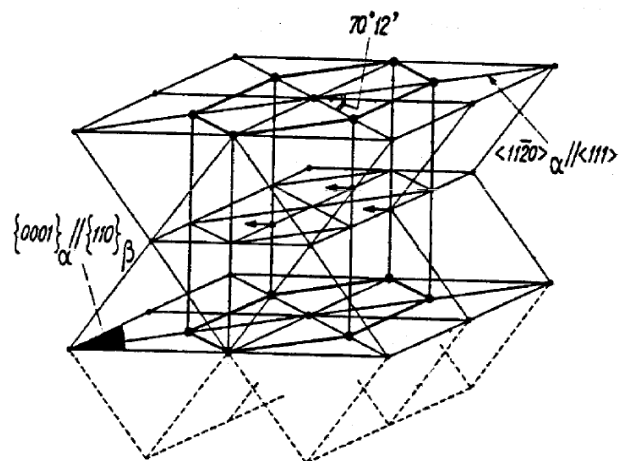


Figure I. 2: Représentation schématique de la transformation allotropique $\beta \leftrightarrow \alpha$ [4].

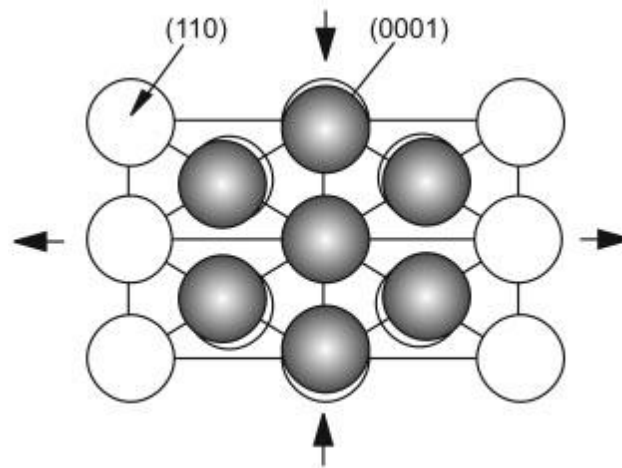


Figure I. 3: La transformation allotropique $\alpha \leftrightarrow \beta$ par relations de Burgers [3].

De plus, les différents auteurs ont montré que :

- la transformation $cc \rightarrow hc$ du titane se produit toujours par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique (formation, sans diffusion de phase α' martensitique) suivie éventuellement, dans le cas des refroidissements lents (de l'ordre de $2^\circ\text{C}/\text{min}$), d'une croissance thermiquement activée,
- les plaquettes α qui se forment par refroidissement lent ou par transformation isotherme ont, avec la phase mère β , les mêmes correspondances cristallographiques et les mêmes plans d'accolement que la martensite obtenue par trempe les plans le plus fréquemment cités sont : $(334) \beta$ et $(344) \beta$ [3].

I.3 Propriétés physiques du titane

Le Tableau ci-dessous regroupe quelques propriétés physiques du titane.

Tableau I. 1: Propriétés physiques du titane pur [6].

	Propriétés	Valeurs
Z	numéro atomique	22
rc	rayon de covalence	$1,32 \text{ \AA}$
Ei	Energie d'ionisation	661 kJ/g.mol
T _{eb}	Température d'ébullition	$3260\text{-}3285^\circ\text{C}$
T _f	Température de fusion	1670°C

ρ	Masse volumique (20°C)	4510 kg/m ³
M	Masse molaire	47,9 g/mol
H _s	Chaleur de sublimation(S → V)	10040 J/g à 0 K; 9800 J/g à 298 K
H _v	Chaleur de vaporisation (L → V)	8890 J/g
H _f	Chaleur latente de fusion (S → L)	322-365-440 J/g
C _{ps}	Capacité calorifique massique (20°C)	518-522-528 J/kg.K
C _{pL}	Capacité calorifique massique (T=T _f)	(700)-786 J/kg.K
α	Coefficient de dilatation thermique linéaire 20°C)	8,5-8,9 10 ⁻⁶ K ⁻¹
λ	Conductivité thermique	18-21,6 W/m.K
η	Viscosité dynamique du liquide (T=T _f)	5,2 10 ⁻³ N s/m ²
ρ_s	Résistivité électrique (20°C)	47,8-54,0 μ .cm
E	Module d'Young	110 GPa

I.4 Propriétés mécaniques du titane

Le titane et ses alliages possèdent de bonnes propriétés mécaniques spécifiques (résistance à la rupture entre 350 MPa et 640MPa pour une densité de 4,51 seulement) et les conservent à haute température (jusqu' à 700°C). Sa ductilité est élevée (8 à15%) à toutes températures, même cryogéniques [9].

a) Propriétés en traction

Comme pour tous les métaux, l'augmentation de résistance mécanique (R_m, R_{p0,2}) se traduit par une perte de ductilité.

b) Biocompatibilité

Le titane est l'un des métaux les plus **biocompatibles**, avec l'or et le platine, c'est-à-dire qu'il résiste totalement aux fluides corporels.

De plus, il possède une **haute résistance mécanique** et surtout un module d'élasticité très bas, qui le rendent compatible mécaniquement avec les structures osseuses. Il existe de nos jours des revêtements avancés qui accélèrent la prise de l'os sur l'implant. On met actuellement au point des alliages au molybdène et/ou niobium, dont le module est parmi les plus bas jamais rencontrés.

On notera enfin que la teneur extrêmement basse en nickel des alliages de titane explique l'absence de dermatose.

c) Usure et grippage

Jusqu'à ce jour, aucune solution satisfaisante n'a encore été mise au point. On a essayé principalement l'oxydation, la nitruration, un peu moins la boruration et la carburation. On se heurte à de nombreuses difficultés technologiques de réalisation et d'adhérence. Il faut ajouter que les traitements de surface du titane, modifiant la nature ou la structure de la surface, ne sont à employer qu'avec la plus grande prudence et après une étude approfondie de leur influence : ils ont en général un effet néfaste plus ou moins prononcé sur la résistance à la fatigue.

d) Résistance au feu

Le titane possède une très bonne résistance au feu, notamment d'hydrocarbures. Il a été démontré qu'un tube de 2 mm d'épaisseur pouvait sans dommage, ni risque de déformation, ni d'explosion, supporter une pression d'eau de 1 MPa (10 bars) tout en étant soumis à un feu d'hydrocarbures et une température de plus de 600°C. Cela est dû en premier lieu à la résistance de la couche d'oxyde qui évite la pénétration de l'hydrogène dans le matériau. En outre, la faible conductivité thermique protège plus longtemps les éléments internes d'une élévation de température [15].

I.5 Les alliages de titane

I.5.1 Effet des éléments d'alliage

Certains éléments, comme l'aluminium (Al) en substitution et l'oxygène (O), le carbone (C) et l'azote (N) en insertion, sont alphaséens. Ils augmentent la température du transus T_β avec leur concentration et stabilisent la phase α hexagonale compacte. L'aluminium est le principal élément alphaséen qui est utilisé dans les alliages de titane car c'est l'unique métal commun qui augmente T_β et qui a une haute solubilité à la fois dans la phase α et dans la phase β . Les éléments d'insertions métalloïdes que sont l'oxygène, le carbone et l'azote durcissent la phase α mais ne sont présents qu'en très faible quantité pour ne pas diminuer la ductilité de l'alliage.

Ces éléments sont présents inévitablement dans tous les alliages commerciaux et participent à l'augmentation de la résistance du matériau au détriment de la ténacité [7].

D'autres éléments sont dits bêtaséens et favorisent la phase β cubique centrée en diminuant la température de transus β , on distingue :

- les éléments β **isomorphes**, miscibles en toute proportion dans la phase tels le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le niobium (Nb) ;
- les éléments β **eutectoïdes**, pouvant former des précipités, tels le manganèse (Mn), le fer (Fe), le chrome (Cr), le silicium (Si), le nickel (Ni) et le cuivre (Cu).

Enfin, certains éléments sont **neutres**, comme le zirconium (Zr) et l'étain (Sn) ; ils n'ont que peu d'influence sur la valeur de T_β [8].

La Figure I.4 montre l'influence des éléments d'addition sur les diagrammes d'équilibre.

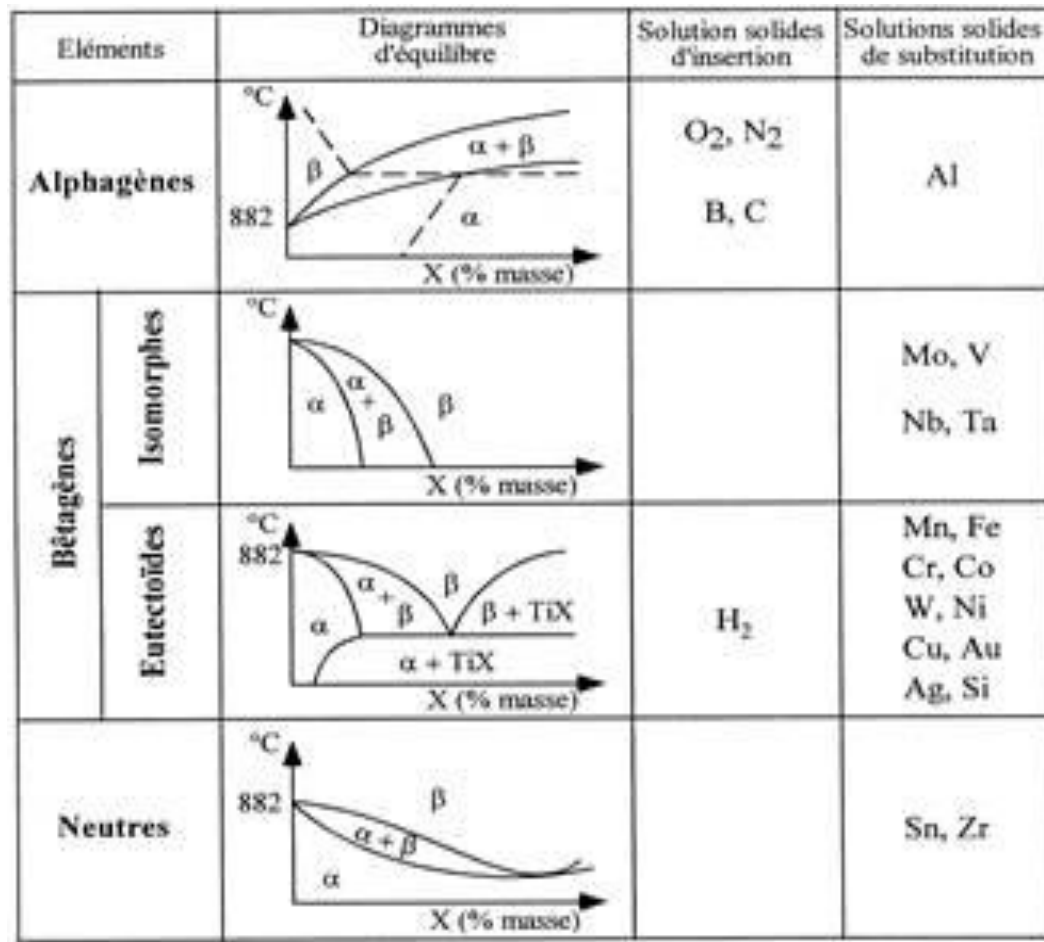


Figure I. 4: Influence des éléments d'addition sur les diagrammes d'équilibre [9].

Afin d'évaluer les effets combinés des éléments d'alliage sur la formation de phase α ou β dans les alliages de titane, le calcul de l'Al équivalent ($[Al]_{eq}$) et du Mo équivalent ($[Mo]_{eq}$) sont des moyens qualitatifs couramment utilisés (cf. diagrammes de Shaeffler basés sur les équivalents Cr et Ni pour les aciers inoxydables).

La concentration en aluminium équivalent (alphagène) a été définie par Rosenberg selon l'équation suivante:

$$[Al]_{eq} = [Al] + 0,17[Zr] + 0,33[Sn] + 10[O].$$

La rétention de la phase β à température ambiante est possible pour des valeurs d'éléments bêtagènes spécifiques définis [7]. L'effet cumulé de ces éléments d'alliage est donnée par le calcul de

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,2[Ta] + 0,28[Nb] + 0,4[W] + 0,67[V] + 1,25[Cr] + 1,25[Ni] + 1,7[Mn] + 1,7[Co] + 2,5[Fe].$$

I.5.2 Diagrammes d'équilibre :

I.5.2.1 Diagramme d'équilibre Ti-Al

L'aluminium durcit la phase α et a tendance à augmenter le rapport c/a lorsqu'il est en solution dans la phase α . Il améliore la résistance et abaisse la ductilité. La tenue au fluage est augmentée. Sa teneur est limitée à 7 % en masse pour éviter la précipitation de De phases fragilisantes telle que Ti_3Al . La **Figure I.5** représente le diagramme d'équilibre Ti-Al

I.5.2.2 Diagramme d'équilibre Ti-V

Le vanadium en solution dans la phase α réduit le rapport (c/a). Il est par conséquent utilisé pour réduire la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium (rappelons que le titane hexagonal doit sa plasticité particulière à son rapport (c/a) faible). Le vanadium abaisse la tenue à l'oxydation et est limité à 20% en masse. Une teneur de 15 % en masse de vanadium est nécessaire pour stabiliser totalement la phase β métastable par trempe, laquelle est alors susceptible de durcir par revenu [14]. La **Figure I.6** Représente le diagramme d'équilibre Ti-V.

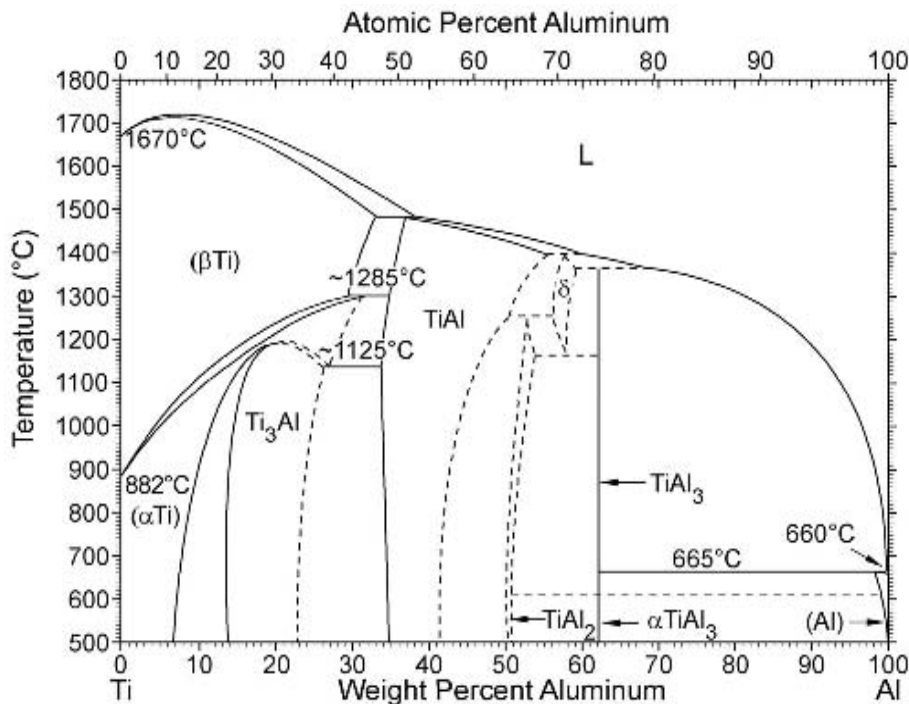


Figure I. 5: Diagramme d'équilibre Ti-Al [5].

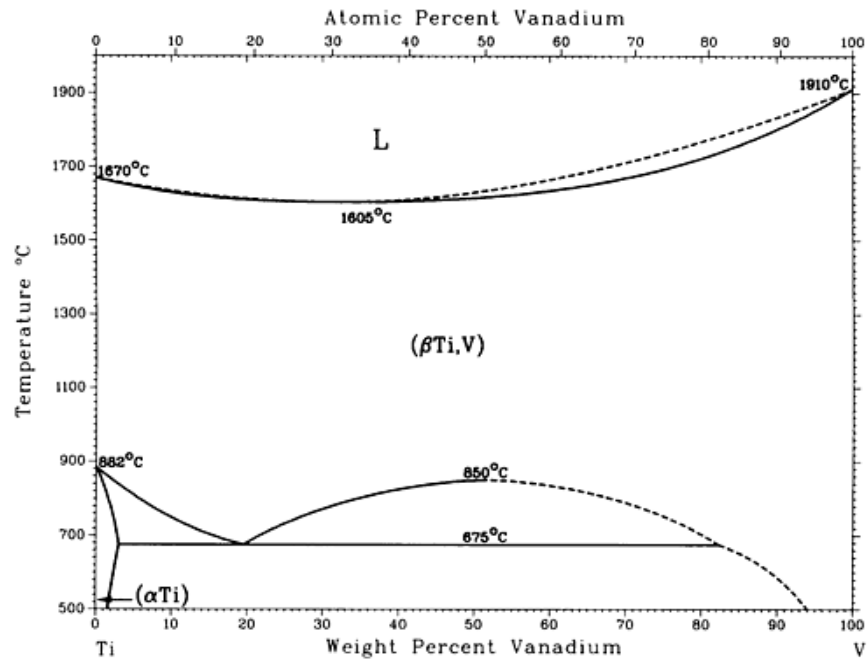


Figure I. 6: Diagramme d'équilibre Ti-V [23].

I.5.3 Classification des alliages de titane

Il est possible de classer les alliages de titane dans différentes classes selon la nature de leur composition chimique. Trois grandes catégories peuvent ainsi être distinguées. Selon le degré de stabilité de la phase β et la nature de la microstructure obtenue par trempe à partir du domaine β , les alliages peuvent être classés soit "alpha" (sur le côté gauche du diagramme pseudo- binaire (**Figure I.7**), soit "beta" lorsque la phase β est assez stable pour être retenue après trempe, soit "alpha/beta" si les deux phases coexistent [10].

I.5.3.1 Les alliages α

La structure est monophasée α à température ambiante, a une bonne stabilité sous contrainte à chaud et faible allongement de fluage jusqu'à 650 °C et est employée aux températures cryogéniques et bonne soudabilité. Mais les alliages α ont une ductilité au pliage inférieure à celle des alliages $\alpha+\beta$ et considérablement plus faible que celle des alliages β .

Ces alliages ne durcissent pas par traitement thermique. Ils ont une bonne résistance à l'oxydation à chaud [12].

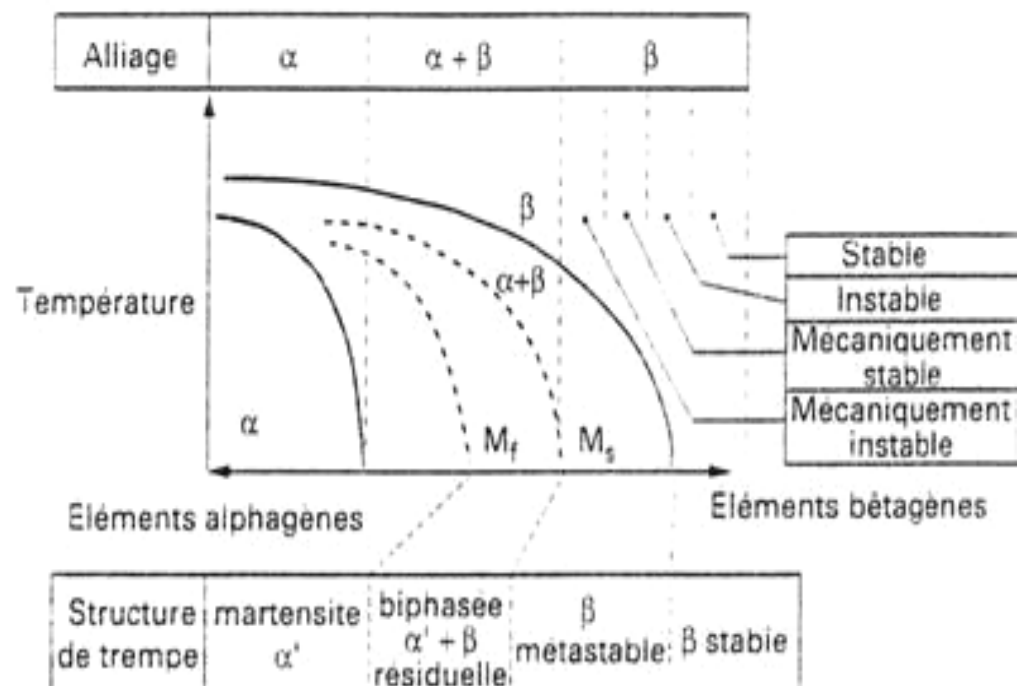


Figure I. 7: Diagramme de phase pseudo-binaire applicable aux alliages titane [7].

I.5.3.2 Les alliages β

Bien que ces alliages présentent les meilleures caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion, une assez bonne ductilité, y compris au pliage, une bonne stabilité sous contrainte à chaud jusqu'à 500 °C et une assez bonne résistance à l'oxydation, Ils sont encore peu présents sur le marché des alliages de titane. La soudabilité de ces alliages est fonction de la nuance et du procédé de soudage, la ductilité des soudures est inférieure à celle des alliages α , la ductilité au pliage est inférieure à celle des alliages $\alpha + \beta$ fortement stabilisés[12].

Les alliages les plus courants sont le Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3), Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn (Ti-15-3), le Beta21S (Ti-15Mo-2,7Nb-3Al-0,2Si) et le Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr.

Pour les alliages **quasi-béta** ou **alliages β métastables**, la concentration des éléments bêtagènes est suffisante pour déplacer les points Ms/Mf de transformation martensitique ci-dessous de la température ambiante. La cinétique de germination de la phase α est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir sous forme métastable 100% de la phase β à température ambiante [11].

I.5.3.3 Les alliages $\alpha+\beta$

Cette catégorie représente la grande majorité des alliages de titane développés sur le marché. Les éléments alphas et betas 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, une excellente ductilité, une résistance mécanique moyenne à l'état trempé, et la possibilité d'obtention de très hautes résistances mécanique, éventuellement après conformation à froid.

Cependant, ces alliages présentent une moins bonne tenue à l'oxydation et au fluage, une faible stabilité à chaud sous contrainte et température maximale d'emploi : environ 350 °C (sauf certaines nuances 450 °C), Au-delà, ils deviennent instables métallurgiquement. Ils sont généralement utilisés soit à l'état trempé-revenu, soit à l'état recuit [12].

La **Figure I.8** présente les principales propriétés d'emploi des alliages de titane pour les différents types d'alliage.

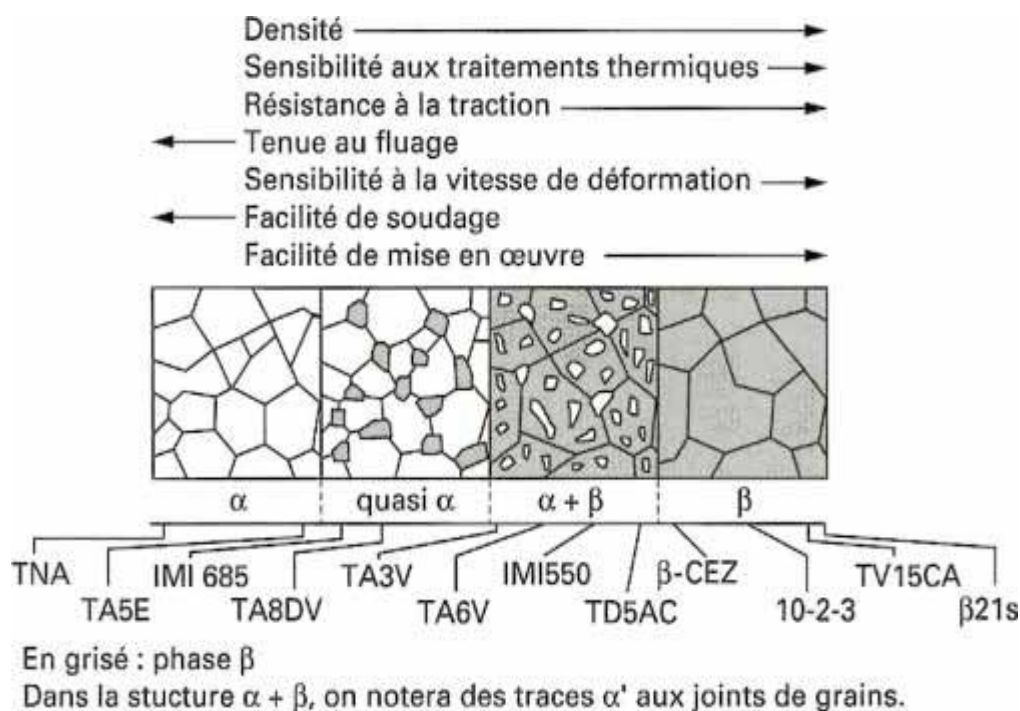


Figure I. 8: Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane [12].

I.5.4.4 Les différentes phases dans les alliages de titane

Nous avons reporté dans le tableau ci-dessous les caractéristiques des différentes phases présentes dans les alliages de titane

Tableau I. 2: Les caractéristiques des différentes phases présentes dans les alliages de titane [10].

phases	Structures Cristallographiques	Caractéristiques
α	Hexagonale Compacte	C'est le produit stable de la décomposition de la phase β . De composition chimique différente de β , elle obéit généralement aux relations de Burgers.
α_{GB}		Au premier stade du refroidissement, précipitation de la phase α aux joints de grains β .
α_{WGB}		Phase α de type Widmanstätten qui précipite à partir de α_{GB} .
α_P		Phase α primaire intragranulaire: phase α à l'équilibre issue d'un traitement de mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$.
α_S		Phase α secondaire intragranulaire : produit de la transformation de la phase β lors du revenu.
α'	Hexagonale	De même composition chimique que la phase β dont elle est issue. Deux mécanismes de formation : - par trempe rapide pour des alliages ayant un pourcentage en Mo équivalent inférieur à 5. - par décomposition de la phase β sous l'effet d'une contrainte extérieure : SIM (Stress Induced Martensite).
α''	Orthorhombique	Autre phase martensitique apparaissant dans les alliages de titane dont la teneur en éléments betagènes est plus élevée. Apparaît aussi dans certains alliages sous l'effet d'une contrainte extérieure.
ω	Hexagonale simple	Produit de la transformation de la phase β lorsque l'alliage est suffisamment enrichi en éléments β-stabilisants.
ω_{ath}		Transformation de β lors d'une trempe rapide d'alliages suffisamment riches en éléments betagènes.
ω_{iso}		Transformation de β lors d'un revenu effectué entre 200 et 400°C environ.
ω_S		Formée sous l'action d'une contrainte extérieure. Sa formation est presque toujours associée au maillage de type $\{332\} \langle 113 \rangle$ dans les alliages de titane β métastables.

β	Cubique centrée	Phase stable à haute température
β'	Cubique centrée	Phase apparaissant, dans les alliages à teneur élevée en éléments betagènes par décomposition spinodale de la phase β C'est un précurseur de la phase α

I.5.4 L'alliage de titane TA6V

I.5.4.1 Généralités

L'alliage de TA6V est le plus couramment utilisé, il représente à lui seul 50 % du marché [14]. Cet alliage présente une structure mixte $\alpha+\beta$ (**Figure I.9**), stabilisée par l'aluminium (6%), élément α -gène et le vanadium (4%), élément β -gène.

L'aluminium durcit la phase α en améliorant la résistance mécanique et la tenue au fluage, mais son pourcentage est limité à 7% pour éviter des précipitations locales de phase α_2 fragilisant es tel que le Ti_3Al . Le vanadium améliore la ductilité mais diminue la tenue à l'oxydation. Compte tenu de ses éléments d'alliage, la température de transus β de cet alliage à 1000 °C [13].

A l'état de réception, la morphologie de la phase α de l'alliage est principalement globulaire

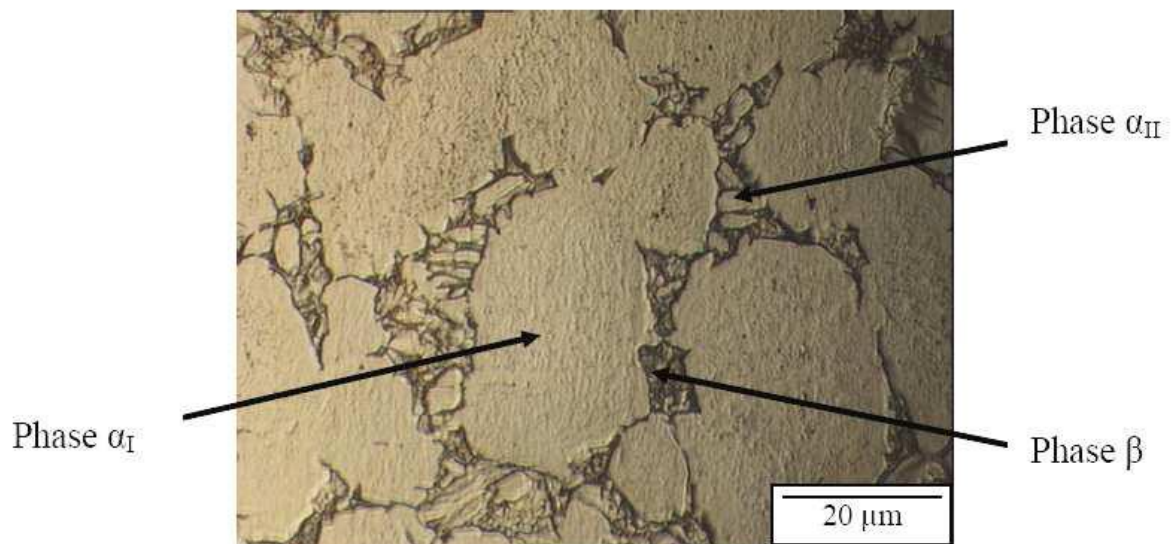


Figure I. 9: Microstructure du TA6V [14].

I.5.4.2 Effet des traitements thermiques sur TA6V

Les traitements thermiques ayant des objectifs variés en fonction des applications visées, différentes catégories peuvent être envisagés :

- Traitements de durcissement, pour accroître la résistance et la tenue au fluage des alliages de titane et donc augmenter l'éventail de leurs applications, principalement aéronautiques;
- Traitements d'adoucissement, pour faciliter la mise en forme et améliorer la stabilité dimensionnelle ou structurale;
- Traitements d'amélioration spécifique de certaines propriétés d'emploi (ténacité, fatigue, fluage, corrosion sous contrainte, usure et grippage), pour répondre aux exigences de sécurité.

De façon à justifier métallurgiquement chacune des opérations conseillées dans chaque cas, il est nécessaire de commencer par quelques éléments de la métallurgie du titane et par un aperçu global des principes des traitements thermiques des alliages de titane et de leurs applications [12].

I.5.4.3 Les différentes phases présente dans le TA6V

Si, pour le titane pur, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est sans diffusion, il n'en est pas de même pour les alliages. La germination reste purement martensitique, mais la diffusion peut créer une croissance perpendiculaire au plan de cisaillement (mécanisme de type bainitique).

La rapidité du refroidissement agira donc directement sur la finesse des microstructures et leur morphologie.

Pour un alliage de type α ou $\alpha+\beta$, un refroidissement rapide de la phase β conduit à une structure aiguillée fine (morphologie aiguillée **Figure I.10 (a)**).

Quand la vitesse de refroidissement diminue, le diamètre des aiguilles augmente, puis les aiguilles se transforment en lamelles d'épaisseur de plus en plus importantes (morphologie lamellaire **Figure I.10(b)**).

Par traitement thermomécanique, ou, parfois par simple traitement thermique sur structures déformées, on peut briser les lamelles en nodules sphériques. On obtient alors la morphologie équiaxe [12].

Les microstructures lamellaires et équiaxe peuvent coexister, on a alors :

- soit une microstructure duplex, ou bimodale, caractérisée par des nodules de phase alpha séparés par des lamelles $\alpha+\beta$ **Figure I.10 (c)**.
- soit une microstructure en collier caractérisée par des rangées de grains équiaxes de phase alpha soulignant les ex-joints de grains bêta, et entourant une structure lamellaire $\alpha+\beta$ **Figure I.10(d)**.

On constate donc on peut obtenir les différentes structure dans les alliages de titane en quand varier les éléments suivants :

- le taux de phase α : température de traitement thermique ou thermomécanique ;
- la morphologie de la phase alpha : vitesse de trempe et corroyage ;
- la taille des particules de la phase α : température et temps de maintien au cours des traitements thermiques.

Ceci a une importance capitale, car les propriétés des alliages de titane sont aussi dues à la microstructure. C'est ainsi que, pour un même alliage, on peut faire varier d'un facteur 1 à 2 la résistance à la traction, de 1 à 10 la ductilité, de 1 à 2 la ténacité, de 1 à 5 la tenue au fluage, uniquement en faisant varier la microstructure [16].

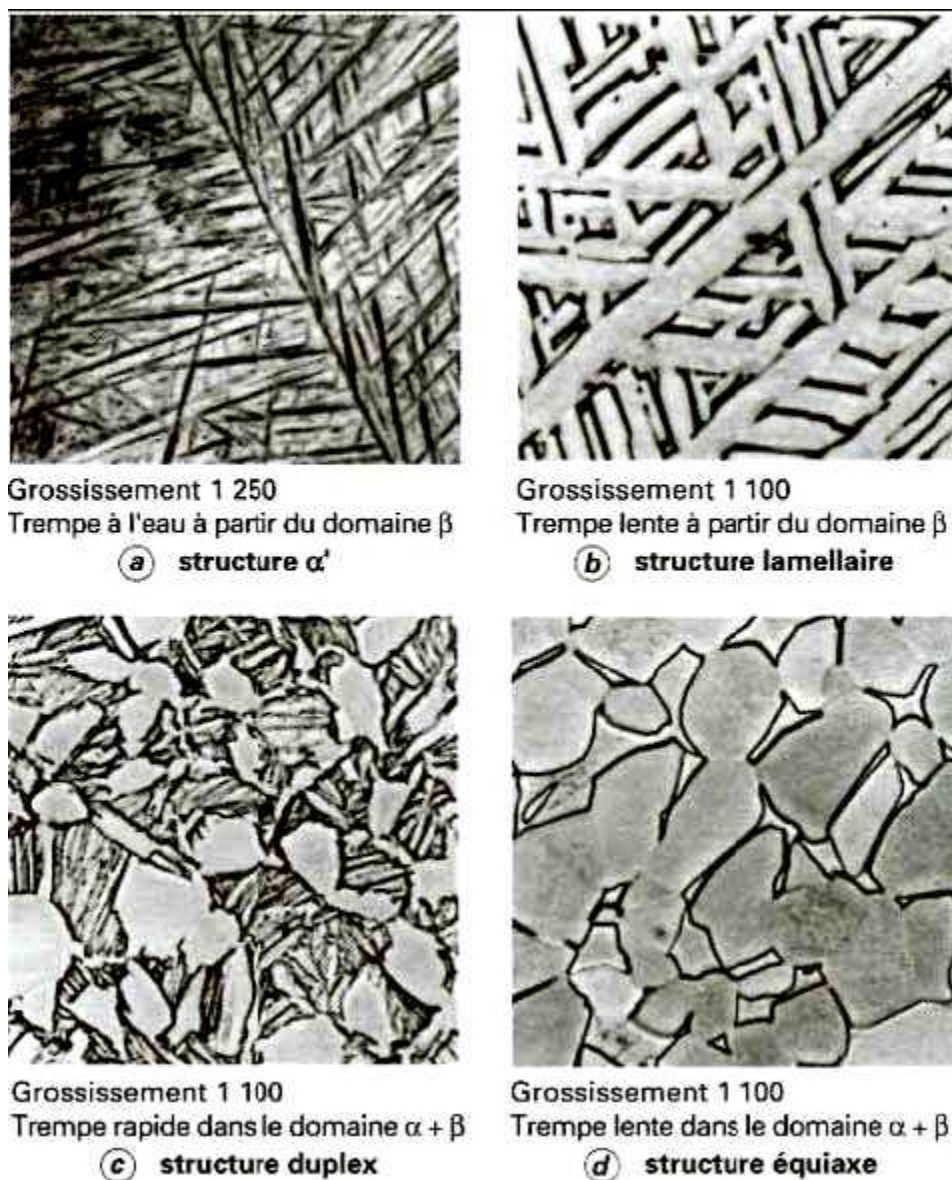


Figure I. 10: Exemple de morphologie que l'on peut rencontrer dans l'alliage TA6V [12].

Pour une **microstructure équiaxe**, une augmentation de la taille des grains de la phase modifie les propriétés mécaniques :

- La résistance diminue (effet Hall-Petch),
- La ductilité est réduite du fait d'une part de l'allongement des empilements de dislocations (très grande concentration de contrainte en tête d'empilement favorable à la microfissuration) et d'autre part ces empilements s'appuient sur l'interface α/β relativement fragile,
- La ténacité décroît : ceci est dû d'une part à la baisse de résistance et de ductilité mais aussi au fait que la propagation de la fissure est moins perturbée par un nombre plus faible d'interfaces α/β ,
- La tenue en fatigue diminue (même explication que pour la ténacité),
- La résistance au fluage augmente : cette propriété est régie par la phase α (coefficient d'autodiffusion 1000 fois plus faible que celui de la phase β) et les vitesses de fluage, notamment dans le régime stationnaire, sont inversement proportionnelles à la taille de grains de la phase α .

Pour une **microstructure lamellaire**, une augmentation de la taille des lamelles α a la même incidence sur les propriétés décrites ci-dessus. On constate, en outre, que la morphologie lamellaire accroît la ténacité car le chemin de propagation des fissures est plus tortueux. La structure lamellaire présente cependant une résistance et surtout une ductilité inférieures par rapport à la structure équiaxe [14].

I.5.4.5 Les principaux traitements thermiques

La microstructure du TA6V dépend des traitements thermiques appliqués. Pour les applications industrielles, les principaux traitements thermiques apportés sur ce matériau sont le détensionnement, le recuit, La mise en solution et le vieillissement [5].

— **Le détensionnement** pour supprimer les contraintes résiduelles, on réalise généralement un cycle thermique à 540 – 650 °C durant 30 min à 4 h suivant la section.

— **Le recuit** consiste à obtenir une structure d'équilibre stable et homogène. On réalise un cycle thermique à 730 – 790 °C durant 1 à 3 h suivant la section.

— **La mise en solution** suivie d'une trempe à l'eau (maintien dans le domaine $\alpha+\beta$, en dessous de la température de transus β qui se situe vers 1000°C) et d'un vieillissement permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V. Dans le domaine aéronautique et spatial, suivant les caractéristiques recherchées, on réalise successivement un

chauffage à 900 - 970 °C durant 30 min à 1 h, suivi d'un refroidissement très rapide réalisé par trempé à l'eau, puis un revenu à une température de 700 °C pendant 4 heures avec arrêt à l'air [13].

Les différentes microstructures sont obtenues par traitement thermique selon le domaine à partir duquel l'alliage est refroidi et selon la vitesse de refroidissement employée sont illustrées dans la **Figure I.11**.

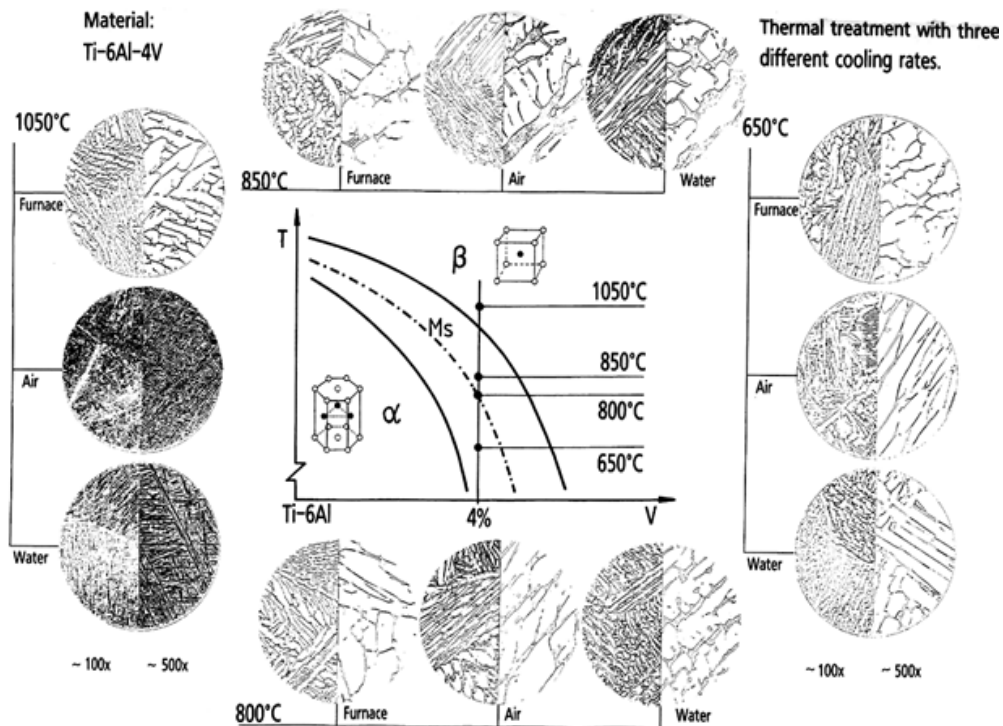


Figure I. 11: Différentes morphologies du TA6V en fonction du traitement thermique [14].

I.6 Conclusion

Toutes ces analyses permettent de comprendre l'importance de l'étude des phases en présence et de leur morphologie, car ces paramètres modifient de façon non négligeable le comportement thermique et mécanique du titane et de ses alliages. Pour un alliage $\alpha+\beta$ comme le matériau de notre étude (alliage TA6V), ces paramètres sont très importants.

Chapitre II

Cinétique des transformations des phases

- 1) Introduction.
- 2) Diagramme TTT.
- 3) Diagramme TRC.
- 4) Métallurgie de soudage du TA6V.
- 5) Les cinétiques de transformations des phases.
- 6) Conclusion.

II.1 Introduction

Les diagrammes TTT (Transformations-Temps-Température) et TRC (Transformations en Refroidissement Continu) contiennent plusieurs informations spécifiques au sujet des microstructures et propriétés pour un matériau donné soumis à des conditions de refroidissement données.

Les diagrammes TTT et TRC renseignent sur les cinétiques des transformations de phase (début et fin de transformation, phases présentes...etc).

II.2 Diagramme T.T.T du TA6V

Les diagrammes T.T.T caractérisent, lors d'un maintien isotherme consécutif à un brusque refroidissement, la nature et les instants de début et de fin de transformations structurales en fonction de la température [14].

La **Figure II.1** représente la cinétique de transformation du TA6V après une remise en solution à 1025°C pendant 30 minutes.

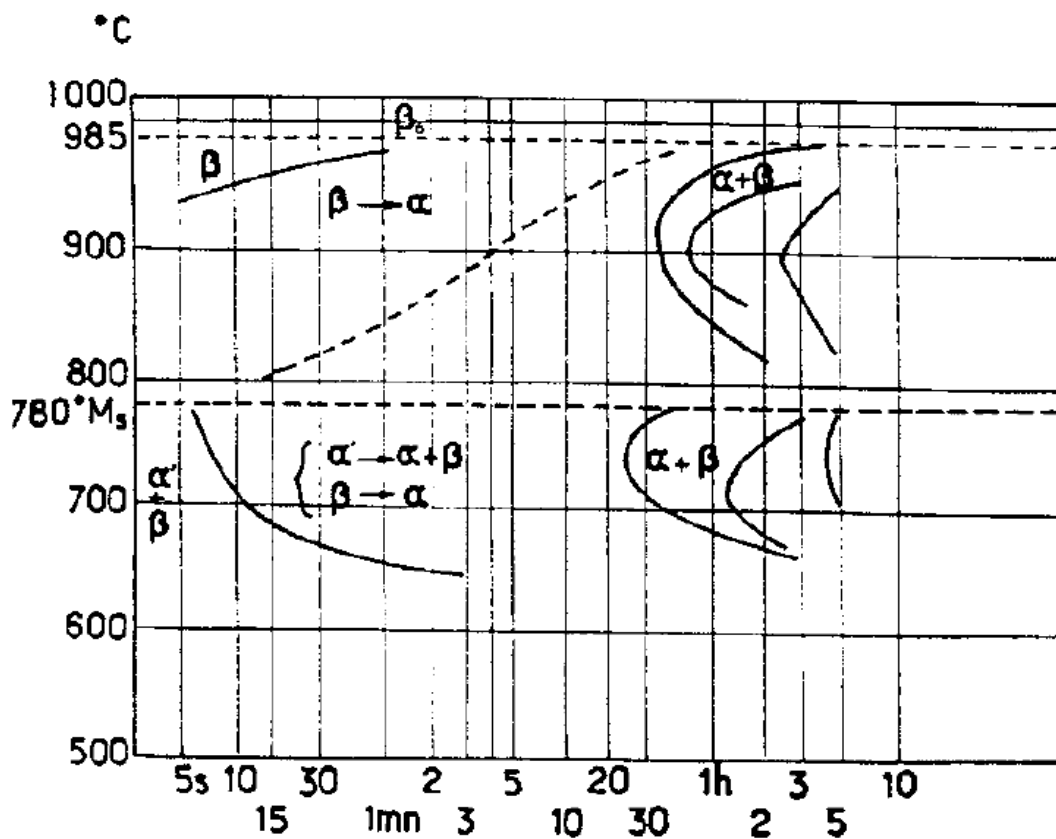


Figure II. 1: Diagramme TTT après remise en solution à 1025°C, 30 min [14].

II.3 Diagramme T.R.C. du TA6V

Les diagrammes T.R.C. caractérisent le comportement métallurgique d'un alliage TA6V lors d'un refroidissement continu vers la température ambiante. La **Figure II.2** représente le diagramme de transformation en refroidissement continu du TA6V après une mise en solution à 1030°C pendant 30 minutes.

Ces diagrammes restent imprécis, ainsi, les températures M_s sont très différentes entre les deux auteurs. Les fractions de phases existantes ne sont pas rapportées. Des travaux récents réalisés sur d'autres alliages ont conduit à des caractérisations plus précises des diagrammes TTT et TRC par résistivité électrique. De telles mesures ont également été obtenues pour des alliages TA6V. Par ailleurs les approches plus récentes visent à différencier les domaines de transformation pour lesquels les mécanismes opérant sont différents, afin de prévoir les cinétiques en différenciant les morphologies des phases obtenues (phase au joint de grain, phase lamellaire en colonie, phase intragranulaire) [14].

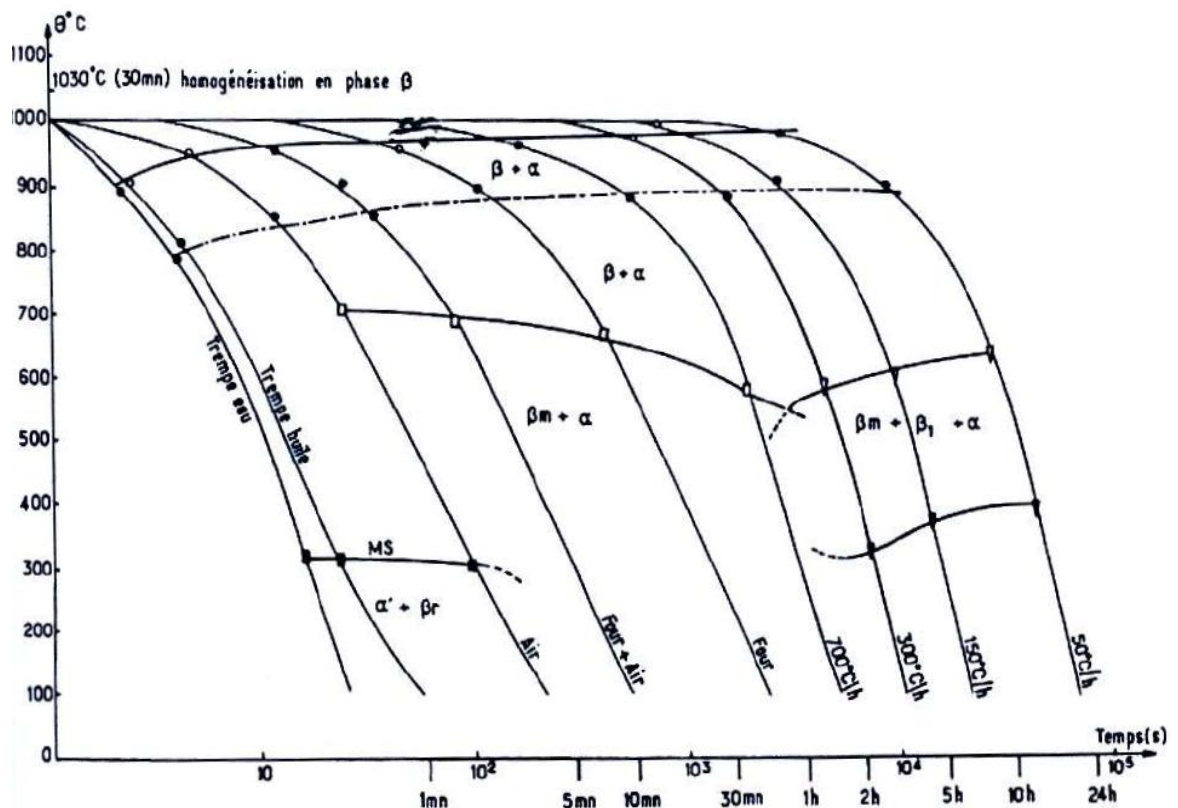


Figure II. 2: Diagramme TRC du TA6V [14].

II.4 Métallurgie de soudage du TA6V4

II.4.1 Définition du soudage

Le soudage est une opération qui consiste à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler ; soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans métal d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base [18].

II.4.2 Définition de la soudabilité

Un matériau est soudable à un degré donné, par un procédé et pour un type d'application, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'établir la continuité métallique par la constitution de joints soudés qui, par leurs propriétés locales et les conséquences globales de leur présence, satisfont aux caractéristiques requises et choisies comme bases de jugement [19].

II.4.3 Le soudage du titane

Les alliages de titane sont facilement soudables en utilisant divers procédés. Les soudures sont ductiles en l'état et ont les mêmes propriétés anticorrosives que le métal de base. La fissuration à chaud ou à froid n'est pas à craindre. Cependant, une bonne protection contre la contamination par les gaz de l'atmosphère (oxygène, azote, hydrogène) est indispensable car ils diffusent très rapidement dans l'alliage avec altération de ses propriétés mécaniques.

Les principaux procédés de soudage sont:

- Soudage à l'arc électrique.
- Soudage à l'arc sous gaz de protection T.I.G. (Tungsten-Inert-Gas), M.I.G. (Metal-Inert-Gas).
- Soudage par jet de plasma.
- Soudage sous flux.
- Soudage par résistance.

Généralement les procédés les plus répandus pour le soudage du titane et ses alliages sont le soudage par fusion et le TIG [7].

Les techniques de soudage du titane ressemblent à celles employées pour les alliages de nickel et des aciers inoxydables. Pour obtenir des soudures parfaites avec le titane, on insiste tout d'abord sur la propreté des surfaces et l'utilisation appropriée de la protection par flux de gaz inerte. Le titane fondu réagit facilement avec l'oxygène, l'azote et à l'hydrogène et l'exposition à ces éléments contenus dans l'air ou dans les contaminants de surface au cours du soudage peut affecter négativement les propriétés du métal de titane soudé. Par conséquent, certains procédés de soudage tels que le soudage à l'arc avec électrode enrobée, le soudage avec fil fourré et le soudage à l'arc immergé sont inappropriés pour le soudage du titane. De plus, le titane ne peut pas être soudé à la plupart des autres métaux du fait de la formation de composés métalliques friables qui entraînent la fissuration de la soudure [14].

La structure d'une soudure type d'un alliage est composée de 3 zones principales

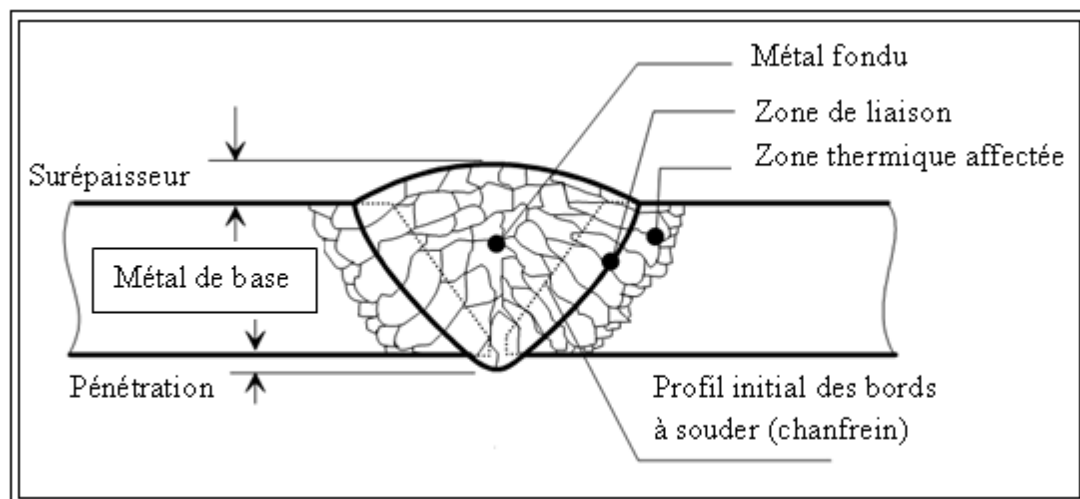


Figure II. 3: Les différentes zones de soudure [7].

a) Zone fondue

La zone fusion (ZF) est la région chauffée au-dessus de la température du liquidus. Bain de fusion est similaire à un système de fonderie où le métal de base est considéré comme un moule qui étire la solidification du métal fondu par un processus de ségrégation qui débutera parois du moule engendrant la germination et par suite la croissance. La structure du métal de base initiale est changée par le processus de fusion et solidification, et la composition peut également varier par évaporation de certains éléments de l'alliage. Un mélange complet des éléments est obtenu par les mouvements de convection forcé.

b) Zone affectée thermiquement

Le cycle thermique de soudage provoque au sein de cette zone, à partir de l'état initial, une ou plusieurs transformations à l'état solide intervenant à l'échauffement. Chaque transformation étant caractérisée par une température minimale, la limite extérieure de la zone affectée correspondante coïncide avec l'isotherme caractéristique de cette température.

e) Zone de métal de base

Le métal de base (MB) est la partie du matériau qui ne subit pas de modifications microstructurales. Bien que métallurgiquement inchangé, en revanche, (MB) est le siège de concentration des contraintes résiduelles transversales et longitudinales dépendant du degré de rétreint imposé à la soudure [18].

II.4.4 Caractéristiques métallurgiques des soudures

Au cours du soudage, la fusion et le possible ajout de métal d'apport, modifient l'histoire thermique du métal et donc :

- L'orientation et la grosseur des grains dans la ZF et la Z.A.T.
- Les cinétiques de transformations de phases dans la Z.A.T. et dans les dépôts en soudure multipasse.
- La pollution par des éléments interstitiels.

Tous ces cycles thermiques s'effectuent très rapidement. Or, les connaissances métallurgiques sur les alliages de titane sont basées sur des traitements thermiques longs et lents [14].

II.4.5 Propriété mécanique de la soudure

- Les soudures présentent une bonne ténacité, mais peuvent évoluer suivant le procédé de soudage utilisé. Ainsi, le soudage FE du Ti-6Al-6V-2Sn (classe α - β) diminue la ténacité, alors que le procédé TIG l'augmente sensiblement.
- les soudures réalisées gardent de bonnes propriétés de résistance en fatigue du métal de base et améliorent la résistance à la propagation des fissures [19].

II.5 Les cinétiques de transformations des phases

Les cinétiques de transformations de phase dans les solides implique souvent les effets de la chaleur et / ou des de refroidissement. Les transformations de phases ont lieu par germination, croissance et coalescence de la nouvelle phase à partir de la phase mère. La cinétique globale de transformation de phase (germination plus coalescence) Peut être représentée par l'évolution de la fraction transformée en fonction du temps et de la température. Dans le cas où la transformation a lieu dans les conditions isothermes, on doit tenir compte du diagramme TTT (transformation-température-temps) ainsi que diagramme de phases d'équilibre thermodynamique. Les conditions de transformation de phase isothermes ont été résolues exactement par Kolmogorov et plus tard indépendamment par Johnson et Mehl et Avrami, D'où le modèle modèle KJMA. Pour les transformations non-isothermes avrami et cahn [21] ont proposé de considérer la cinétique non isotherme comme une série de paliers isothermes.

Ainsi, d'une manière générale, la fraction transformée peut être écrite comme suit :

$$y(t,T)=1 - \exp\{-k(t,T)^n\} \quad (III.1)$$

où :

y : est la fraction transformée.

k : est la constante de vitesse, $k=k_0 \exp(-Q/RT)$ Q étant l'énergie d'activation.

n : est l'indice d'Avrami qui rend compte du mécanisme de la transformation.

II.6 conclusion

La structure d'une soudure est fortement influencée par les cycles thermiques. Ces derniers influencent la cinétique de transformation des phases. On peut, pour prédire les cinétiques de transformation en cours d'un traitement thermomécanique en conditions isothermes, utiliser le diagramme TTT de l'alliage) et l'appliquer la loi de JMA. L'utilisation d'un critère d'additivité pour calculer les cinétiques anisothermes s'impose. La validité de la loi de JMA a été vérifiée pour de nombreux alliages de titane et l'ensemble de cette démarche a conduit à des prédictions satisfaisantes pour l'alliage TA6V4.

**ETUDE
EXPERIMENTALE**

Chapitre III

Techniques expérimentales

- 1) Introduction.
- 2) Analyse de la composition chimique.
- 3) Description du procédé TIG.
- 4) Traitement thermique.
- 5) Caractérisation.
- 6) Calorimètre différentielle à Balayage (DSC).
- 7) Diffraction des Rayons X.
- 8) Caractérisation mécanique.

III.1 Introduction

L'objectif de ce travail est l'étude de l'évolution microstructurale issue de l'opération de soudage et sous l'effet d'un traitement thermique. Aussi, nous nous intéressons à l'étude de la cinétique de transformation de phase lors du refroidissement. Nous présentons dans ce chapitre le matériau étudié ainsi que les techniques et les méthodes expérimentales nécessaires pour réaliser les analyses, les examens microscopiques et les essais mécaniques (micro-dureté). Les essais ont été réalisés au niveau du laboratoire du Centre Nationale de recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC) et diffraction des rayons X (**DRX**) à université de Bejaia et la Calorimètre Différentielle à Balayage (**DSC**) au centre de recherche nucléaire ain wasara.

III.2 Analyse de la composition chimique

La composition chimique de l'alliage Ti-6Al-4V étudié est présentée dans le tableau III.1.

Tableau III.1: composition chimique Ti-6Al-4V [13].

Tableau III. 1: Composition chimique Ti-6Al-4V [13].

Eléments (massique)	Ti	Al (%)	V (%)	O (ppm)	Fe (ppm)	C (ppm)	N (ppm)	Sn (ppm)	H (ppm)
Valeurs mesurées	Base	6.39	3.87	1811	1036	101	63	103	<60

La figure III.1 représenté la position relative de l'alliage Ti -6Al-4V utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Ti-6Al.

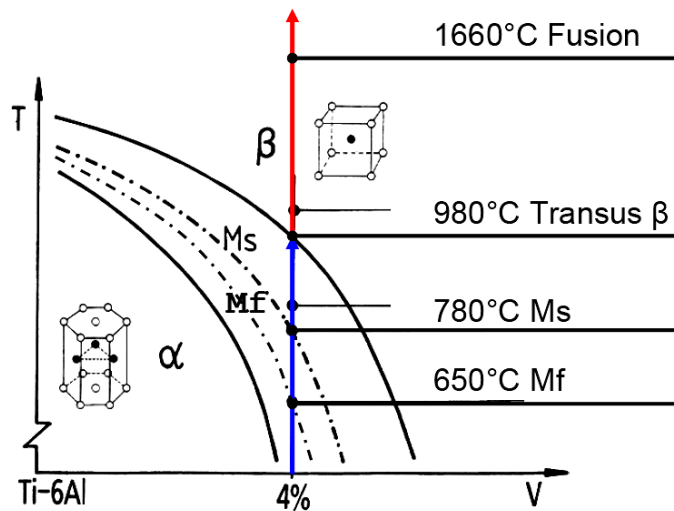


Figure III. 1: Diagramme schématique pseudo-binaire du Ti-6Al [14].

III.3 l'opération de soudage

3.1 Préparation de surface

L'obtention de bonnes soudures doit passer par une bonne préparation des pièces à souder, cette étape est importante car le film d'oxyde qui se forme naturellement à la surface des pièces en titane s'hydrate très rapidement et peut être ensuite la cause de porosités (hydrogène) dans les soudures lors de la formation du joint.

La méthode recommandée la plus simple est de faire le pré-usinage avant soudage très peu de temps avant ce dernier. Une autre solution, plus lourde, est de faire un décapage fluo-nitrique (2 à 4 % en volume HF + 30 à 40 % en volume HNO₃) suivi d'un rinçage à l'eau distillée.

Ou l'utilisation appropriée de la protection par flux de gaz inerte. Le titane fondu réagit facilement avec l'oxygène, l'azote et l'hydrogène et l'exposition à ces éléments contenus dans l'air ou dans les contaminants de surface au cours du soudage peuvent affecter négativement les propriétés du métal de titane soudé.

Dans notre cas, l'opération de préparation de surface a été réalisée par pré-usinage au niveau de l'atelier de soudage du CSC.

III.3.2 Description du procédé TIG

L'alliage de titane (TiA6V) est soudé facilement grâce à un certain nombre de procédés de soudage utilisés aujourd'hui. La méthode la plus usuelle de soudage de cet alliage est le procédé de soudage à l'arc sous protection gazeuse avec électrode de tungstène (TIG). Le métal d'apport devant avoir une composition chimique aussi proche que possible de celle du métal de base pour assurer la continuité métallique (une bonne soudabilité), Le choix de ce procédé est conforme à la norme en raison de la très bonne qualité de la soudure obtenue.

Le procédé GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), également connu sous le nom de procédé TIG (Tungsten Inert Gas) est illustré dans la **Figure III.2**. L'énergie nécessaire pour fondre le métal à assembler est assurée par un arc électrique amorcé et maintenu entre une électrode réfractaire en Tungstène ou alliage de tungstène et la pièce à souder, sous une atmosphère inerte ou légèrement réductrice.

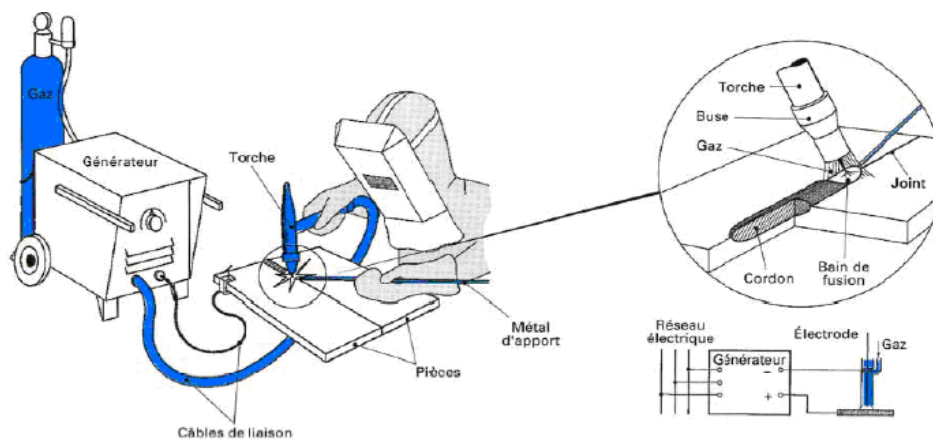


Figure III. 2: Schéma du procédé TIG [24].

On peut utiliser du matériau d'apport, soit sous forme de baguettes présentées manuellement, soit sous forme de fil d'apport en alimentation automatique (**Figure III.3**). Les outils de mécano-soudure TIG sont utilisés pour des tuyaux et celui des plaques tubulaire sur les échangeurs de chaleur.

Le soudage TIG se caractérise par :

- La stabilité de l'arc ;
- Une maîtrise parfaite du résultat ;

Le procédé TIG convient en fait pour tous les matériaux soudables à l'exception du plomb et du zinc, ainsi pour tous les types de joints dans toutes les positions. Il s'utilise surtout pour le soudage des aciers inoxydables, des métaux légers tel que les alliages de titane, aluminium, magnésium, et du cuivre, En termes de productivité le soudage TIG ne peut pas rivaliser avec des méthodes telles que le soudage à l'arc court [24].

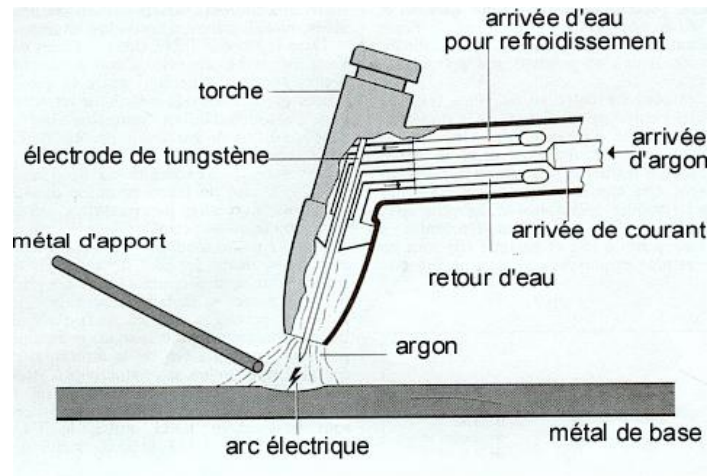


Figure III. 3: Principe du procédé de soudage TIG simple flux [24].

III.3.3 Déroulement de l'opération de soudage

Une telle procédure de soudage nécessite des préparatifs en vue de réaliser une soudure saine et conforme aux normes du point de vue caractéristique mécanique, métallurgique et géométrique (**Figure III.4**). A cet effet nous avons pris en considération les opérations suivantes :

1. Découpage des tôles à souder avec une cisaille « Guillotine » (dû à la faible épaisseur de nos tôles) et pour éviter les échauffements qui peuvent introduire des changements structuraux des tôles si elles avaient été sciées.
2. Nettoyage des bords à souder : enlèvement de l'humidité ainsi que les huiles et graisses provenant de l'opération d'usinage à l'aide d'un solvant approprié.
3. Fixation et pointage des tôles à souder : la fixation des bords des tôles à souder a été faite par la réalisation de points de soudure, ensuite les deux tôles à souder sont fixées par des étaux sur une table métallique.
4. Réalisation de la protection à l'envers : il est évident que s'il y a risque d'oxydation du bain de fusion par l'air côté de soudage, il y a aussi risque d'oxydation à l'envers du

cordon de soudure. Pour cela, on a mis les tôles sur une pièce qui possède une rainure en V, à l'aide d'un papier réfractaire, on a couvert les extrémités de la rainure et on a laissé juste une fente d'un petit diamètre pour permettre l'accès du gaz de protection.

5. Enregistrement du temps du soudage : on a saisi le temps écoulé pour la réalisation de chaque passe à l'aide d'un chronomètre. Le temps d'inter passes a également été saisi.

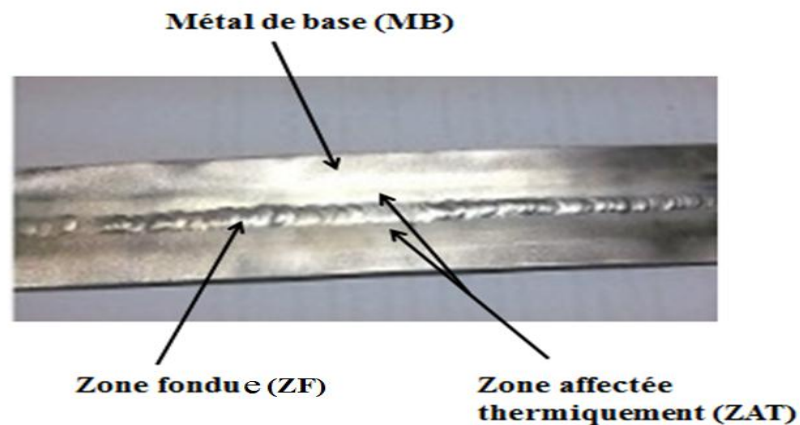


Figure III. 4: la tôle soudée.

III.3.4 Les paramètres de soudage

Le tableau III.1 représente les différents paramètres de préparation de soudage et le tableau III.2 représente les différents paramètres de soudage réalisé.

Tableau III. 2: Paramètre de préparation de soudage [25].

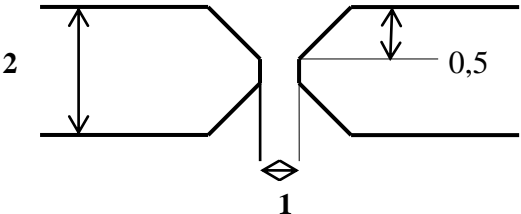
<p>Procédé de soudage : Soudage à l'électrode réfractaire (TIG)</p>	<p>Atelier de soudage : CSC de Cheraga</p>
<p>Métal de base : Alliage de Titane « TA6V »</p>	<p>Métal d'apport : AMS 4951 sous forme de baguette $\varnothing = 1 \text{ mm}$</p>
<p>joint : Chanfrein en X</p> 	<p>Position : Soudage en position horizontale</p> <p>Courant électrique : C.C avec polarité (-) à l'électrode</p>

Tableau III. 3: Les différents paramètres de soudage [25].

Dimension (mm)	N° de passe	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage (s)	Gaz de protection
100x100x2	1	46	13	83	Argon
	2	46	13	92	Argon

. Calcul des paramètres de soudage

La vitesse de soudage est donnée par [25] :

$$V_s = \frac{l_s}{t_s} \quad (\text{III.1})$$

Avec :

l_s : Longueur soudée

t_s : Le temps de soudage

A.N :

Vitesse de la première passe : $V_s = \frac{100}{83} = 1,204$ mm/s

Vitesse de la deuxième passe : $V_s = \frac{100}{92} = 1,086$ mm/s

. Calcul de l'énergie de soudage

L'énergie réellement transmise par l'arc électrique E_t (j/mm) est donnée par :

$$E = \eta \frac{U \times I}{v} \quad (\text{III.2})$$

Avec :

- ✓ U : tension de l'arc (V)
- ✓ I : intensité du courant (A)
- ✓ v : vitesse d'avance de la torche (mm/s)
- ✓ η : le coefficient d'efficacité du transfert de chaleur et 0,7 pour le procédé TIG [25].

A.N : $E = 0,7 \frac{13 \times 46}{1,145} = 365.59$ j/mm.

III.4 Traitement thermique

Après la réalisation des soudures, nous avons découpé 9 échantillons par micro-tronçonneuse (laboratoire ENP) sous forme rectangulaire de 30 mm de longueur, 05 mm de largeur et 02 mm d'épaisseur (**Figure III.5**). Ces échantillons ont subi un traitement thermique dans un four sous vide à pompe primaire de pression 10^{-2} bar (au laboratoire ENP) le traitement thermique consiste en un maintien pendant une heure à différentes températures. Quatre températures ont été choisies : 1000, 900, 700 et 500.

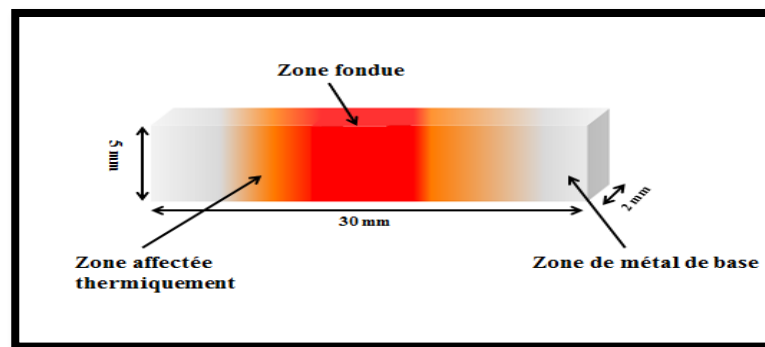


Figure III. 5: schéma illustratif des échantillons utilisés.

III.5 Caractérisation

Les caractérisations structurale et mécanique de l'alliage de titane étudié ont été obtenues par différentes méthodes d'investigation telles que : le microscope optique, la diffraction de rayon X et la microdureté. Nous donnons ci-après les principes de mise en œuvre et les caractéristiques des méthodes qui ont été utilisées pour notre étude.

III.5.1 Caractérisation métallographique

L'étude métallographique est un moyen de contrôle essentiel de la structure micrographique des matériaux métalliques. On commence par la préparation d'échantillon, enrobage le polissage et l'attaque chimique et en fin l'observation micrographique à l'aide d'un microscope optique.

III.5.1.1 Préparation des échantillons

Après prélèvement des échantillons, on a effectué un enrobage à froid en utilisant un mélange résine – durcisseur ; et ensuite laisser la résine se solidifier pendant quelques minutes. Cette étape permet d'avoir une surface plane et une meilleure manipulation des échantillons pendant le polissage.

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (**Figure III.6**) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (P800, P1000, P1200, P2400 et P4000), la seconde (polissage fin) est effectuée sur papier feutre en utilisant de la poudre d'alumine de granulométrie de 0.05 μm . Pour les deux étapes, l'utilisation de lubrifiant (eau) est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Après polissage, nous avons fait passer les échantillons dans un bain à ultrasons afin de finaliser leur nettoyage.



Figure III. 6: Polisseuse.

Après le polissage et nettoyage dans le bain à ultrasons, la surface de nos échantillons a un aspect miroir. On l'a soigneusement séchée, ils sont donc prêts à l'attaque chimique.

III.5.1.2 Attaque chimique

Elle vient après le polissage de finition, elle permet de révéler les phases existantes au niveau de la microstructure d'alliage de titane (TiA6V). Une fois que les surfaces des échantillons sont polies (état miroir), on procède à l'attaque chimique (10ml HF, 5ml HNO₃, et 85ml eau) pendant 20 seconde.

Tableau III. 4: Description de solution d'attaque utilisée.

Type de solution	Composition et paramètres
Chimique	10ml HF 5ml HNO ₃ 85ml eau

III.5.1.3 Observation microscopique

Le but principal de l'observation microscopique est la mise en évidence de la structure des différents échantillons traités.

a) Microscopie Optique

Pour l'observation de la microstructure nous avons utilisé un microscope optique de type ZEISS doté d'une caméra numérique(**FigureIII.7**), cet examen a été réalisé au niveau du Centre Nationale de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC) Chéraga, avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000x. Ce microscope est doté d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant la capture de photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. L'avantage de la microscopie optique, autre sa grande facilité d'utilisation, est qu'elle permet l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



Figure III. 7: Microscope optique de type ZEISS.

c) Microsonde électronique EDS

Le spectromètre de dispersion en énergie EDS (Energy Dispersive Spectrometer) fonctionne par conversion de l'énergie du photon en paires électron-trou dans une diode, ou détecteur solide, constituée par un cristal de silicium dopé au lithium Si(Li). Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des paires électron-trou qui permettent le passage d'un courant électrique sous forme d'une impulsion. La hauteur de chaque impulsion étant proportionnelle à l'énergie de chaque photon, il est ainsi possible de discriminer, d'après leur énergie, les photons X émis par l'échantillon analysé.

L'analyse EDS permet de connaître la composition élémentaire qualitative et quantitative d'un échantillon, par discrimination des énergies et comptage des photons X émis par la région de l'échantillon bombardée par le faisceau d'électrons. Toutefois, cette technique ne permet pas de détecter les éléments de plus petit numéro atomique tel que le carbone [26].

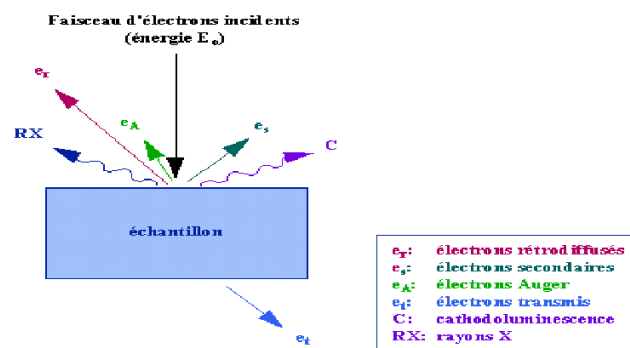


Figure III. 8: Interaction électron/matière [26].

III.6 Diffraction des Rayons X

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette cible est refroidie par une circulation d'eau. Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de BRAGG est réalisée :

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

Avec :

n : ordre de la diffraction.

λ : longueur d'onde du faisceau de rayon X.

d : distance de deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

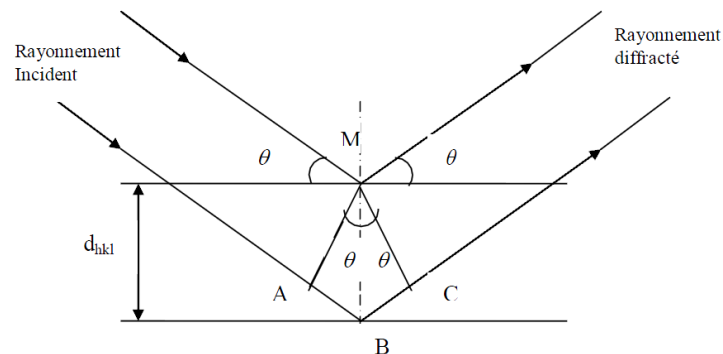


Figure III. 9: Principe de la loi de Bragg [28].

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est à dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de **rayons X** est dévié est égal à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire d . Si l'on connaît la longueur d'onde du faisceau de **rayons X**, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance d et ainsi identifier la structure du cristal [28].

III.7 Calorimètre différentielle à Balayage (DSC)

III.6.1 Définition

L'analyse calorimétrique différentielle se propose d'être à la fois sensible, précise en température et quantitative, le mot différentiel indique, ici encore, que ces expériences utilisent toujours deux détecteurs disposés de telle sorte que la substance inerte de référence subisse les mêmes perturbations thermiques que l'échantillon (perturbations thermiques externes aux calorimètres, anomalies ou imperfections de la programmation en température).

Le signal utile correspond alors à la différence entre les signaux des deux détecteurs (affectés, respectivement, à la référence et à l'échantillon) [27].

III.6.2 Principe de la méthode

L'appareil fonctionne selon le principe de la compensation des puissances à la suite de la réaction d'isomérisation (exothermique) il se produit une différence de température entre l'échantillon et la référence (**Figure III.9**), pour la combler la température de la tête de mesure de l'échantillon est maintenue constante jusqu'à ce que de façon continue et automatique la tête de mesure de la référence s'ajuste grâce à la puissance de chauffe [22].

On enregistre un signal dH/dt qui est

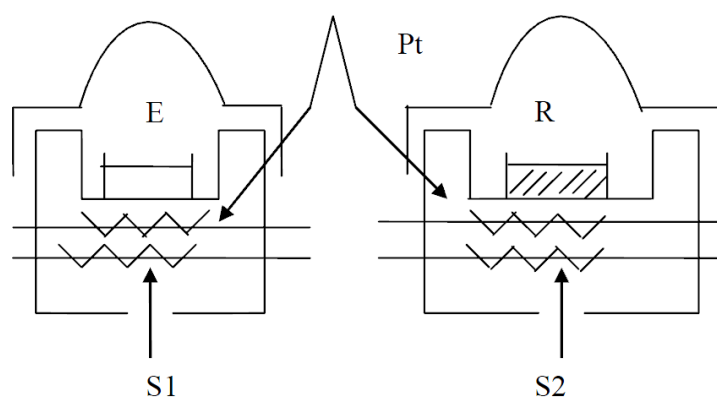


Figure III. 10: Principe d'un appareil DSC à compensation de puissance [27].

E : échantillon

R : référence

S1, S2 : résistances chauffantes

Pt : résistance thermométrique

Condition expérimentale

- Chois une plage de température et vitesse de refroidissement bien précise, pour cela on choisit la vitesse de refroidissement $V=20$ à partir 1100°C (Température l'échantillon).
- l'échantillon de dimensions bien précise (cylindrique de diamètre 3mm et d'épaisseur 2mm).

III.8 Caractérisation mécanique

Dans cette partie on s'intéresse à étudier l'évolution de la microdureté.

Les essais de microdureté ont été réalisés au niveau de laboratoire du (CSC) avec une charge de 300 g/F, l'empreinte est d'autant plus grande que le métal est moins dur.

III.8.1 Essai de microdureté

L'essai consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. La dureté est mesurée par rapport aux dimensions des empreintes laissées par le pénétrateur sur la surface du matériau contrôlé. Ces empreintes sont d'autant plus importantes que le métal est qualifié de mou, en d'autres termes, la dureté peut être définie comme la résistance à la pénétration.



Figure III. 11: Microduromètre.

III.8.2 Essai de microdureté Vickers

Dans le cas de la dureté Vickers le pénétrateur a la forme d'une pyramide droite à base carrée et d'angle de 36° au sommet. La charge de l'essai utilisée dans notre étude est de 300 g (0,3 N). Enfin, l'essai de dureté se déroule à la température ambiante. Dans la figure au-dessous montre la dimension de l'empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vickers.

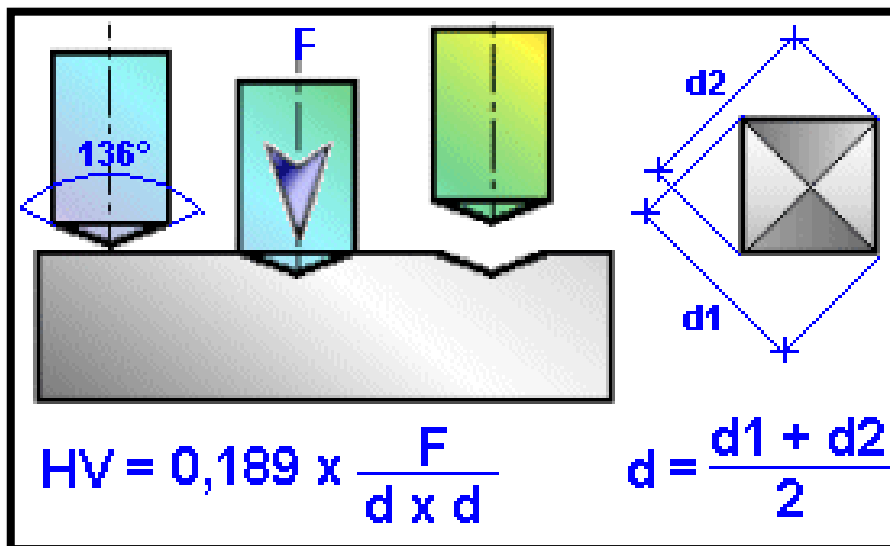


Figure III. 12: Principe de la microdureté [25].

Notre essai a été réalisé sur un échantillon prélevé perpendiculairement à l'axe du cordon de soudure des tôles soudées. Ce sont les échantillons attaqués que nous avons utilisé pour la microdureté.

La mesure de la dureté dans notre cas a été effectuée par un balayage ce qui a pour objectif d'étudier l'évolution de la dureté dans les différentes zones de la soudure: le métal de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

A cet effet, les mesures ont été réalisées selon 3 profils parallèles aux bords de l'éprouvette (**Figure III.13**).

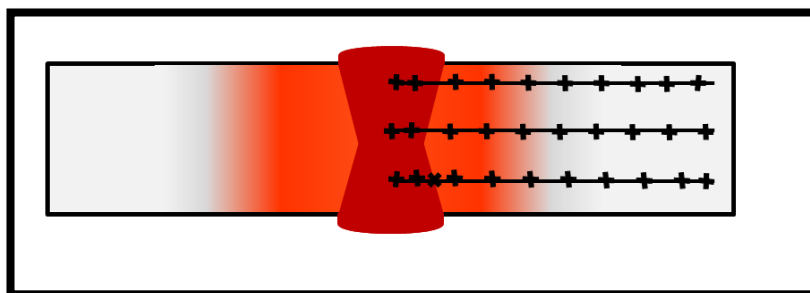


Figure III. 13: Schéma du balayage pour la mesure de la dureté sur les trois zones de soudé.

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Chapitre IV

Résultats et interprétations

- 1) Analyse de la composition chimique.
- 2) Caractérisation microstructurale.
- 3) Essai de microdureté.
- 4) Etude de la cinétique de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ en condition de refroidissement continu.

IV.1 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 EDS au Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA). La composition chimique de l'alliage est présentée dans la figure ci-dessous.

Chacun des résultats présentés dans la **Figure IV.1**, est la moyenne de plusieurs points d'un échantillon de l'alliage étudié.

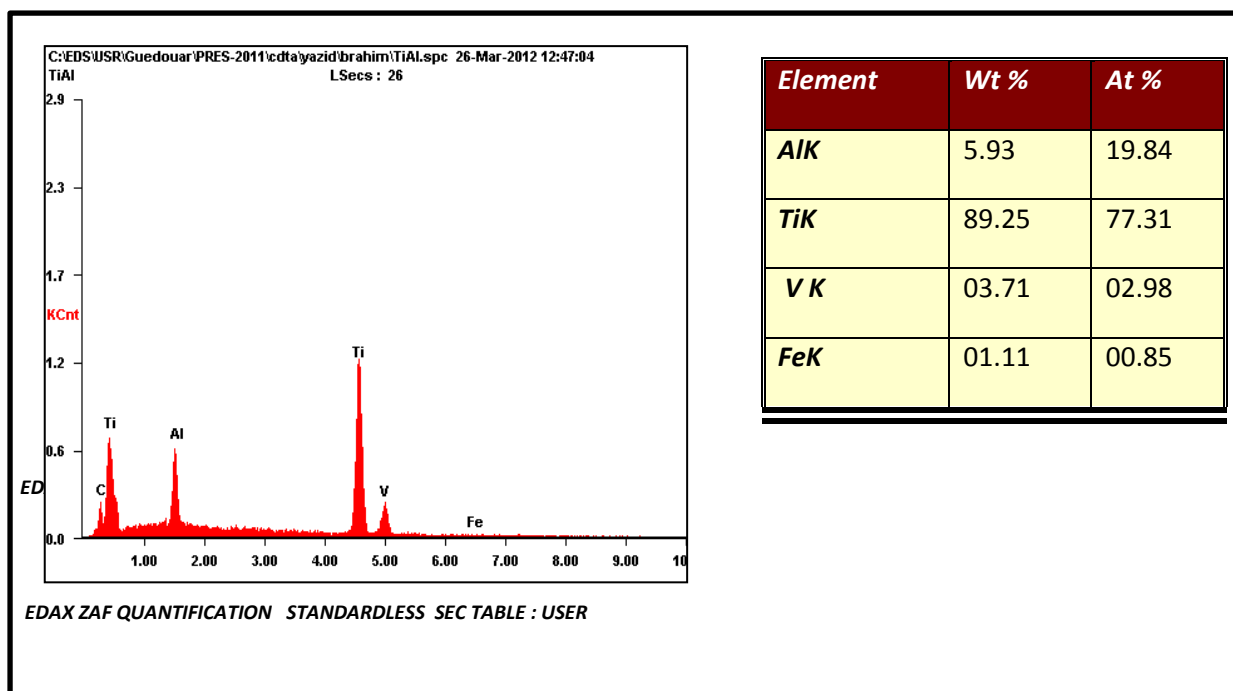


Figure IV. 1: Composition chimique de l'alliage TA6V étudié par EDS.

IV.2 Caractérisation microstructurale

IV.2.1 Evolution microstructurale lors de l'opération de soudage

La **Figure IV.2** représente les trois zones de l'alliage de titane soudé par le procédé TIG (la zone fondue, la ZAT et le métal de base).

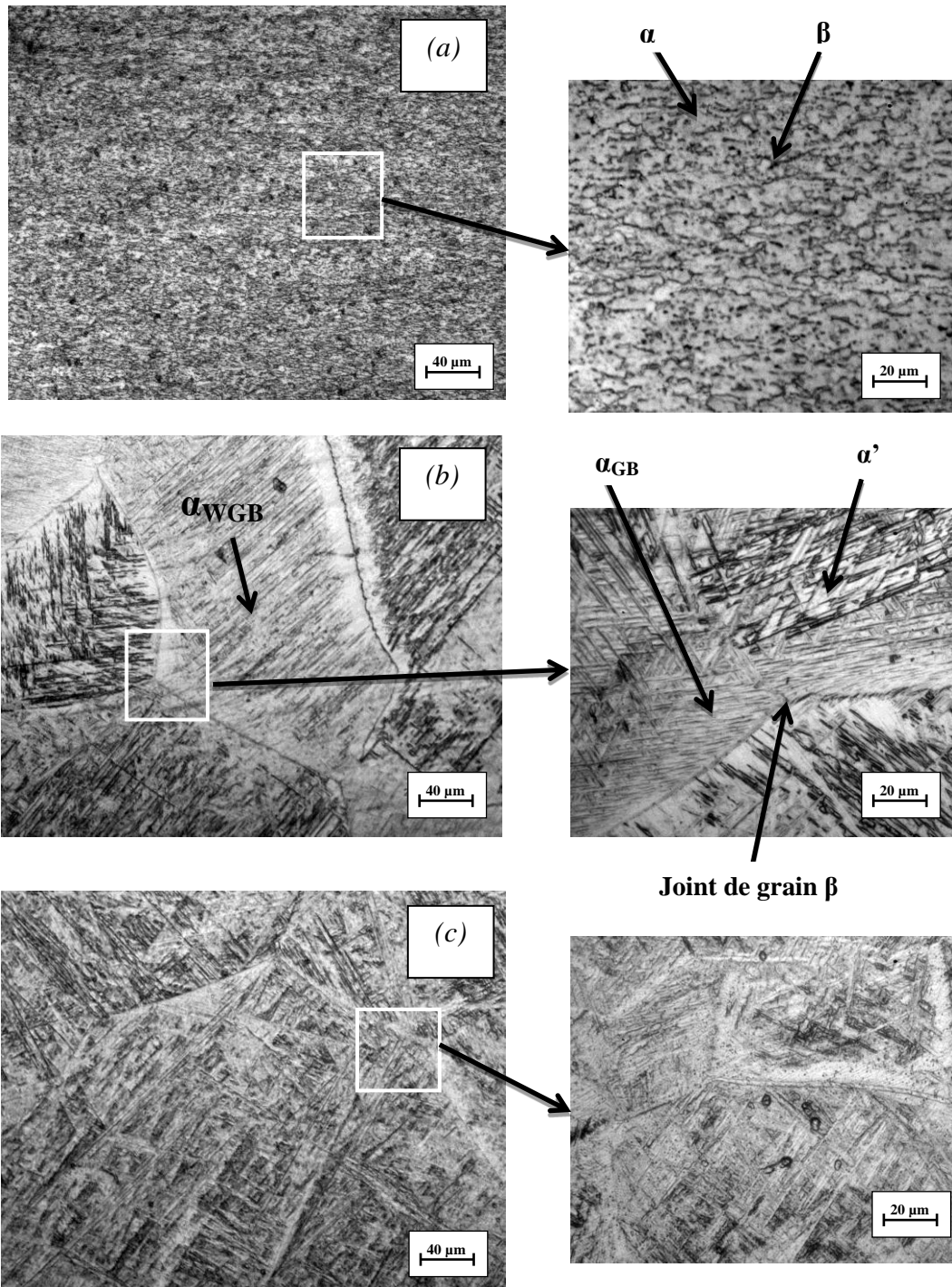


Figure IV. 2: La microstructure des trois zones de soudage de l'échantillon non traité, a) MB, b) ZAT, c) ZF.

.Dans le métal de base (**Figure IV.2a**), on remarque une structure biphasée. En effet, les grains de phase β sont répartis de manière homogène dans une matrice α , on constate, aussi, que les grains de la phase α sont plutôt allongés dans la direction de laminage.

Dans la ZAT (**Figure IV.2b**), on observe l'apparition de la phase α_{GB} (α grain boundary) au niveau des joints de grains β/β , sous forme de liseré continu et parfois discontinu. On assiste, aussi, à l'apparition de α_{WGB} (α Widmanstätten grain boundary) à partir des lamelles α_{GB} (α grain boundary). On observe aussi dans la ZAT des aiguilles de martensite α' (de structure (HC) et de composition chimique semblable à celle de la phase β). Les micrographies de la ZAT ont été prises au voisinage proche de la zone fondue. Dans cette zone (ZAT surchauffée) la température est très élevée et peut atteindre 900 °C. Ainsi, la microstructure, dans cette zone, sera constituée de grains β . Au cours du refroidissement, on assiste à l'apparition de la phase α au niveau des joints β/β . On remarque, aussi, le grossissement des grains β au niveau de la ZAT.

Dans la ZF (**Figures IV.2c**), la microstructure, après solidification, est constituée exclusivement de grains β sous forme epitaxiale puisqu'ils germent à partir des grains de la ZAT. Au cours du refroidissement, on observe la formation de la phase α et α' au niveau des joints de grains β/β . Notons, aussi, que les aiguilles enchevêtrées de la phase α , présentent des orientations préférentielles.

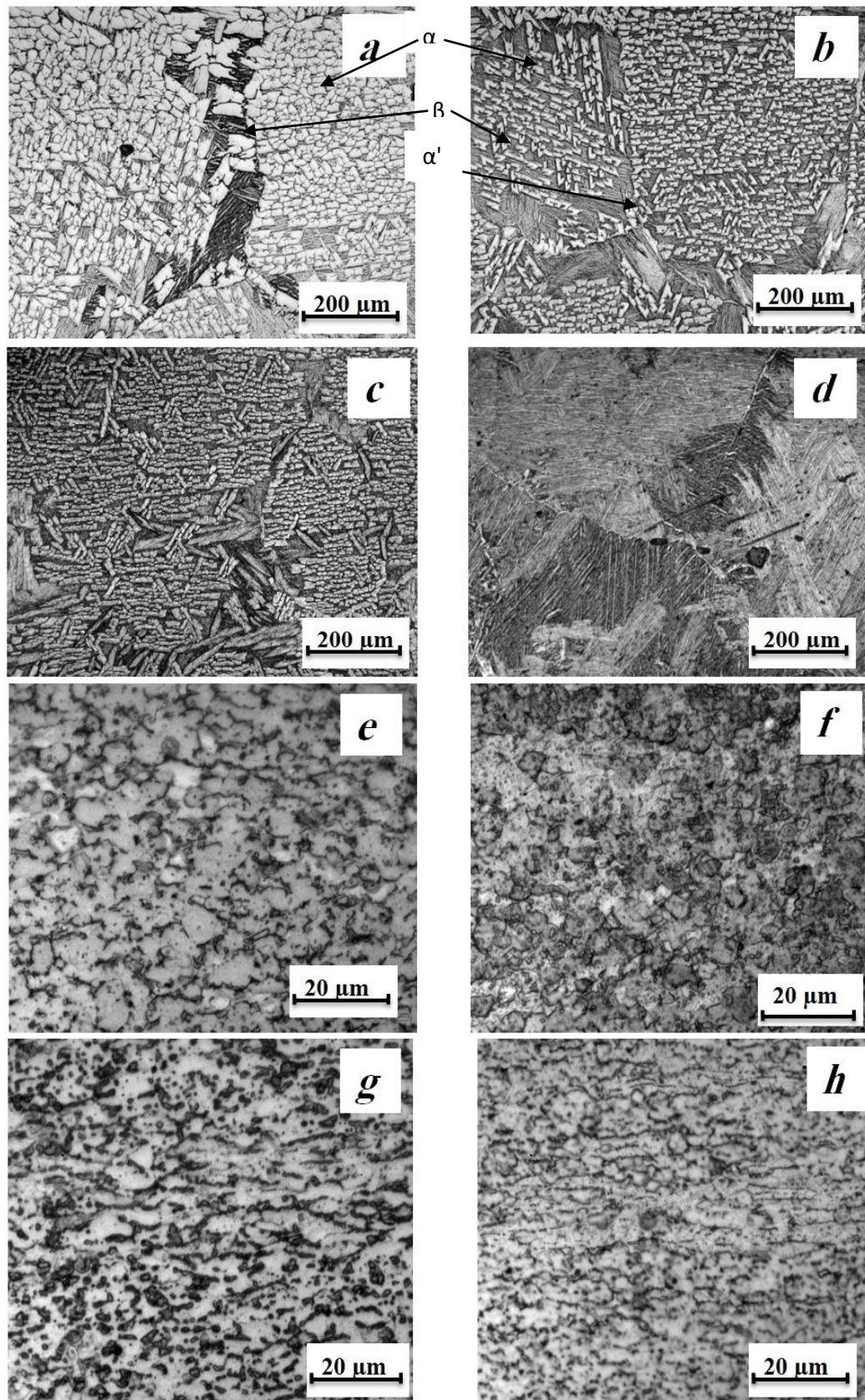
IV.2.2 Evolution de la microstructure lors d'un traitement thermique

Pour étudier l'influence d'un traitement thermique et de la vitesse de refroidissement sur l'évolution de la microstructure de l'alliage (TiA6V), nous avons fait des observations micrographiques au microscope optique dans les trois zones de la soudure.

IV.2.2.1 Le métal de base

La **Figure IV.3**, représente l'évolution de la microstructure du métal de base après refroidissement à partir les températures suivantes 1000, 900, 700 et 500 °C, dans les deux milieux de refroidissements (four et air).

Figure IV. 3: Evolution de la microstructure du métal de base après refroidissement à partir



a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air).

D'après la **Figure IV.3** on constate que les grains deviennent plus grands à la température de traitement 1000°C. Après le traitement thermique, on note la formation de la phase α à partir de la phase β sous forme de lamelles dans différentes directions. Ces lamelles sont larges pour le traitement à 1000°C. Les lamelles deviennent de moins en moins larges quand la température de traitement baisse.

En outre, la largeur et la longueur des lamelles deviennent plus en plus importantes dans le cas du refroidissement dans le four par rapport au refroidissement qui se fait à l'air car la vitesse de refroidissement dans le four est lente. En plus, on constate la présence de la martensite dans les différentes températures de traitement à l'exception du traitement à 500 °C car la température fin martensite (M_f) est supérieure à 500 °C (voir diagramme TRC).

De plus, la martensite apparaît dans les échantillons ayant été refroidis à l'air libre.

IV.2.2.2 La zone affectée thermiquement et la zone fondue

Dans les **Figures IV.4, IV.5** on constate l'évolution de la microstructure dans la ZAT et la ZF des échantillons traités dans les températures 1000, 900, 700 et 500 °C dans les deux milieux de refroidissements (air et four). En premier lieu, on peut constater que l'évolution de la microstructure est la même que celle observée dans le métal de base. En effet, on observe une microstructure constituée de $\beta + \alpha + \alpha'$. Le grossissement des grains se fait de la même manière que dans le MB c'est-à-dire quand la température de traitement augmente, les grains deviennent plus gros. Egalement, la largeur des lamelles sera diminuée si la température de traitement diminue. On outre, la quantité de la martensite devient de plus en plus importante si la température de traitement diminue, surtout à la température de 700°C. Par contre, à la température de 500°C, on remarque l'absence de la martensite ou la présence avec des quantités négligeables, puisque la température 500°C est inférieure à M_f . Par ailleurs, dans le refroidissement à l'air, la quantité de martensite est remarquable par rapport au refroidissement dans le four.

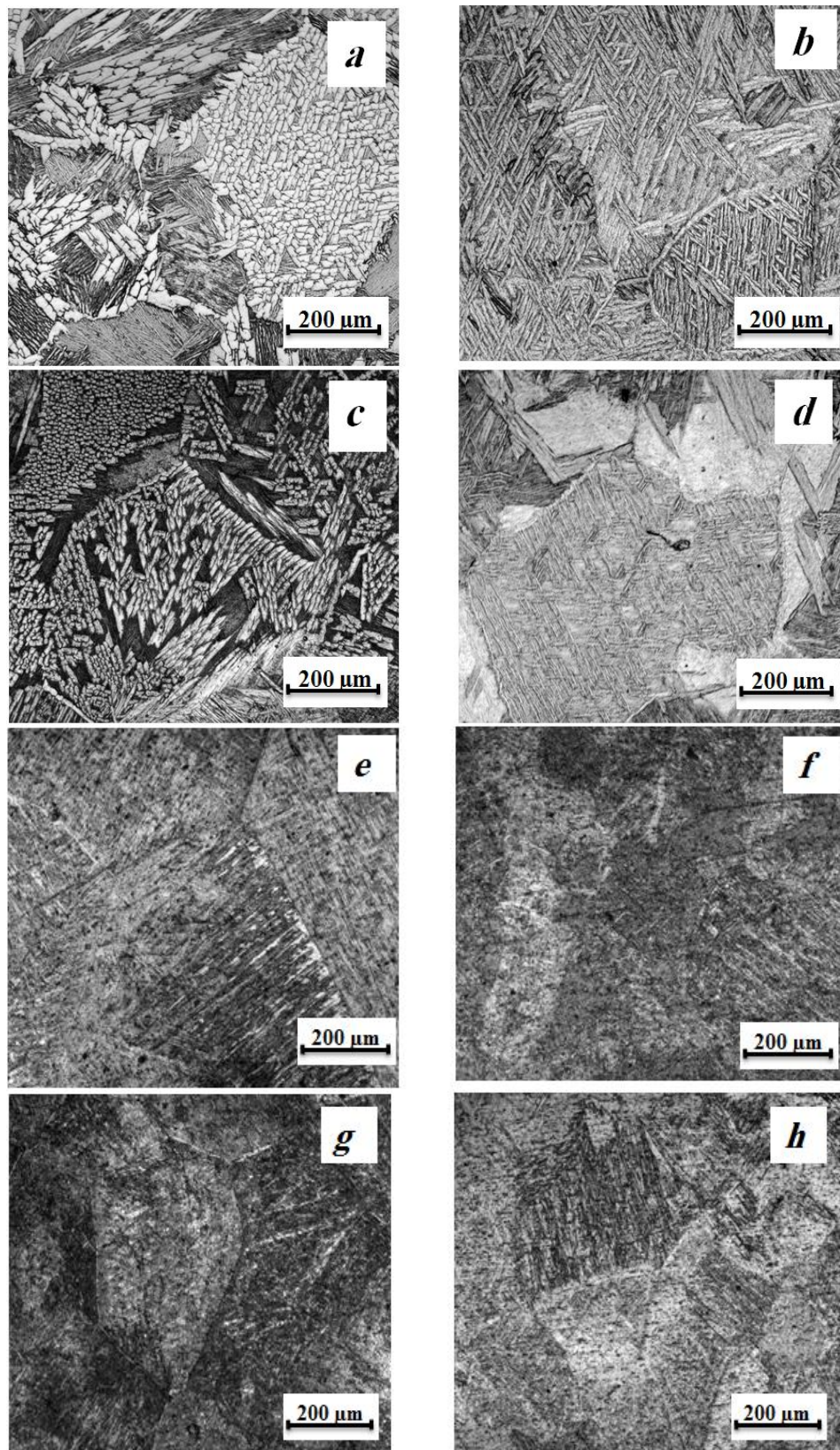


Figure IV. 4: Evolution de la microstructure de la zone affectée thermiquement après refroidissement à partir a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air).

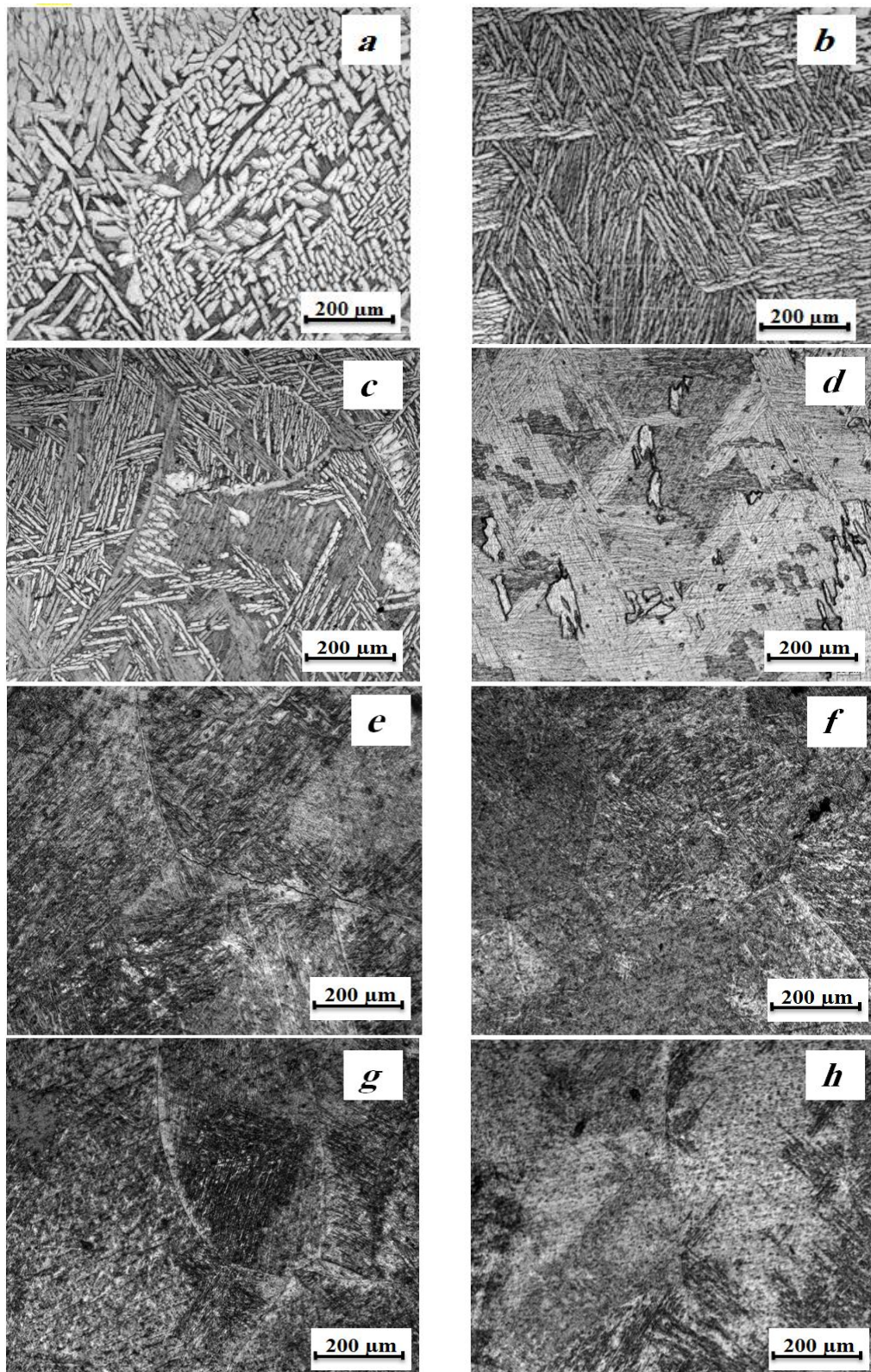


Figure IV. 5: Evolution de la microstructure de la zone fondue après refroidissement à partir a) 1000, c) 900, e) 700 et 500 °C (refroidissement dans le four) et b) 1000, d) 900, f) 700 et h) 500 (refroidissement à l'air).

IV.2.3 Caractérisation par rayons X

Les **Figures IV.6, IV.7 et IV.8**, illustrent les résultats de la diffraction rayons X réalisée sur l'échantillon non traité. Sur ces diffractogrammes, on constate la présence des pics des phases α et β qui sont les deux phases qui constituent l'alliage. L'analyse a été effectuée dans le métal de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

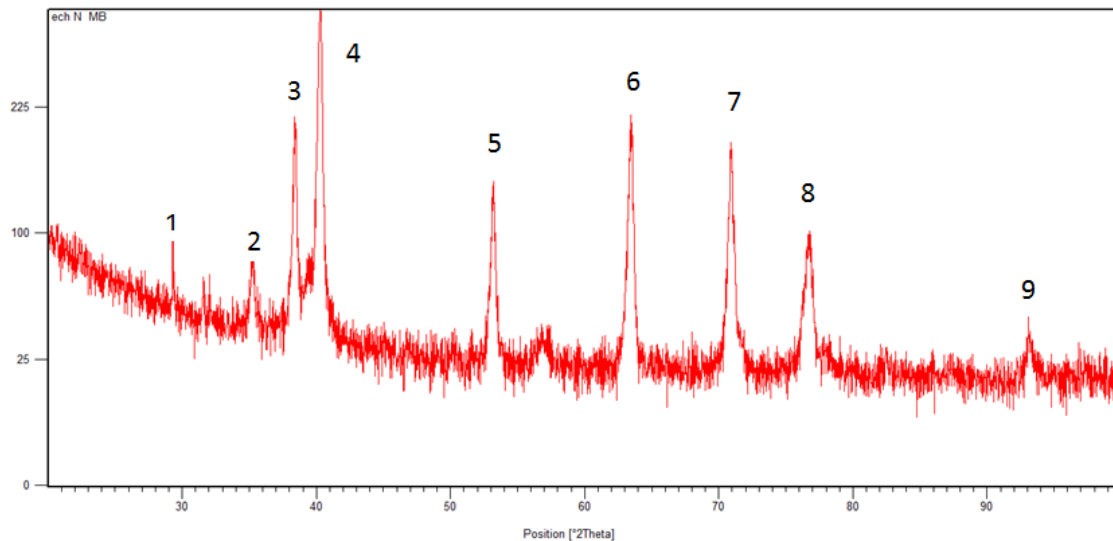


Figure IV. 6: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (MB).

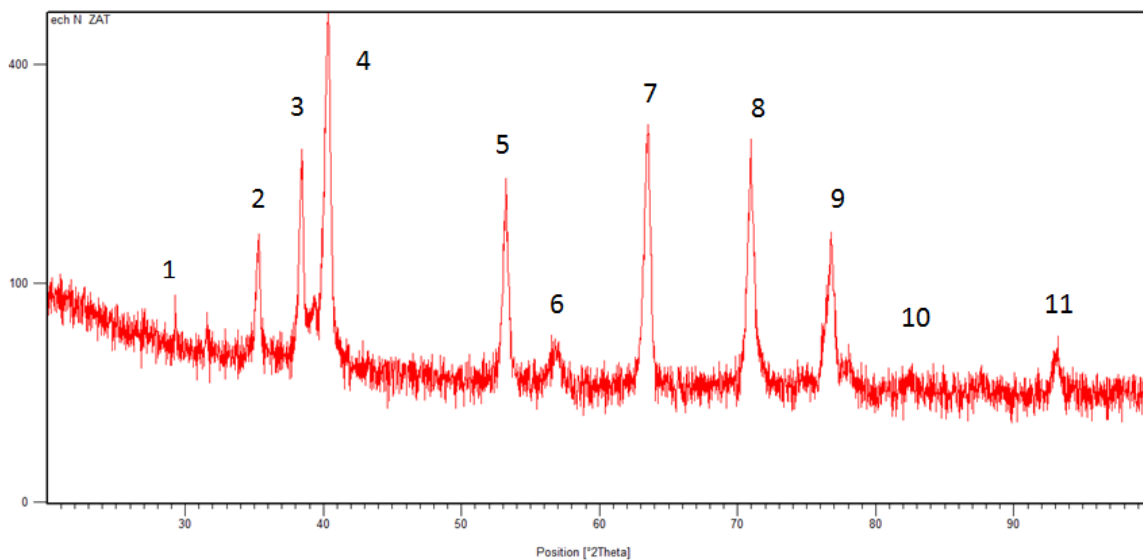


Figure IV. 7: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (ZAT).

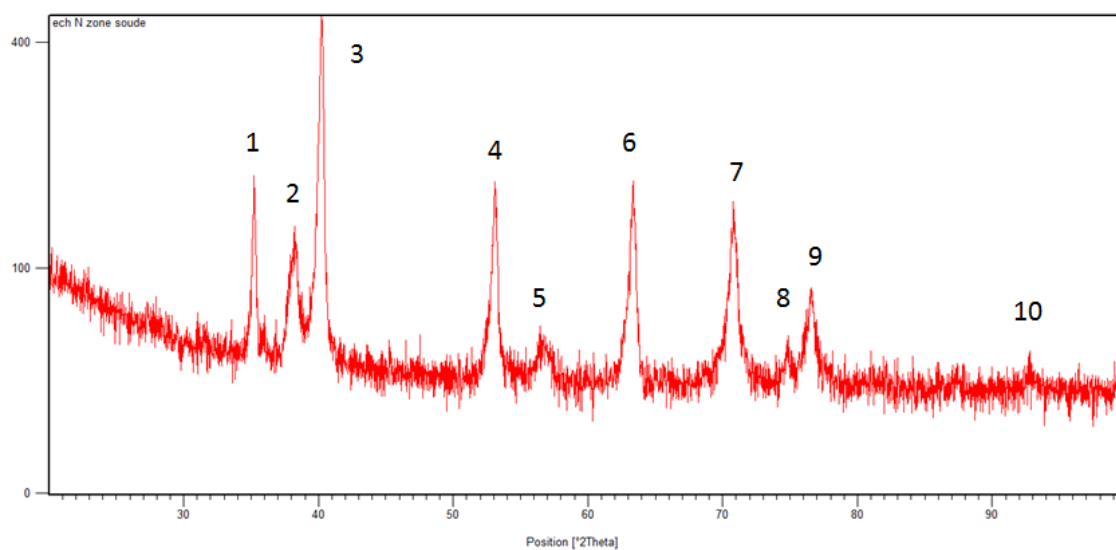


Figure IV. 8: Résultats de la diffraction des rayons X de l'échantillon non traité (ZF).

Pour identifier les pics on a utilisé le programme CARINE.V3 qui donne les diffractogrammes des phases α et β du titane pur (**Figure IV.9 et IV.10**).

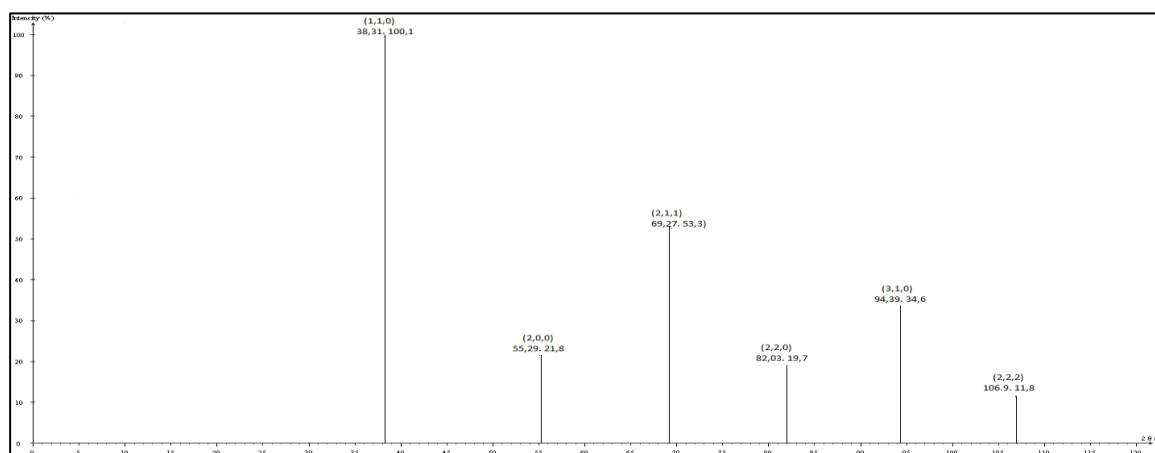


Figure IV. 9: Diffractogramme de la phase β (CC) du titane pur.

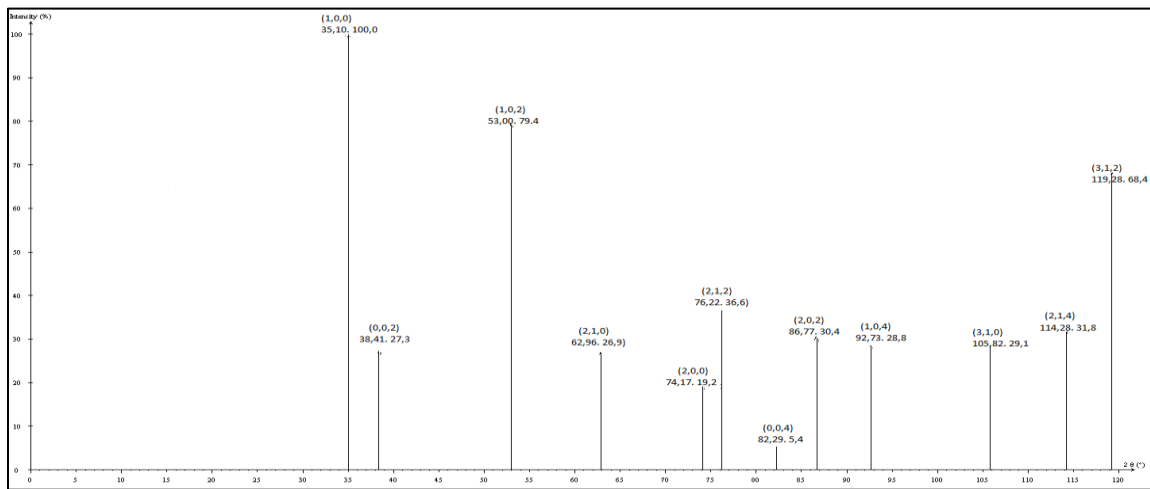


Figure IV. 10: Diffractogramme de la phase α (HC) du titane pur.

Dans la Figure IV.6 nous avons : 1 : NI , 2 : α (100), 3 : α (002) et β (110), 4 : α (102), 5 : β (200), 6 : α (2-10), 7 : β (211), 8 : α (2-12), 9 : β (310).

Dans la Figure IV.7 nous avons : 1 : NI, 2 : α (100), 3 : α (002) et β (110), 4 : α (101), 5 : α (102), 6 : β (200) , 7 : α (2-10) , 8 : β (211) , 9 : α (2-12), 10 : α (004) et β (220) , 11 : β (310).

Dans la Figure IV.8 nous avons 1 : α (100) , 2 : β (110) , 3 : α (101) , 4 : α (102), 5 : β (200), 6 : α (2-10) , 7 : β (211) , 8 : α (200), 9 : α (2-12) , 10 : β (310).

NI : Pic de diffraction non identifié.

Il en ressort de l'analyse par DRX ce qui suit :

On constate le nombre élevé de pics de la phase α dans les trois zones de la soudure.

IV.3 Essai de microdureté

IV.3.1 Effet du soudage

Après avoir effectué des profils de dureté sur les sections transversales des soudures, on constate une variation de la dureté dans les différentes zones de la soudure (ZF, ZAT et MB).

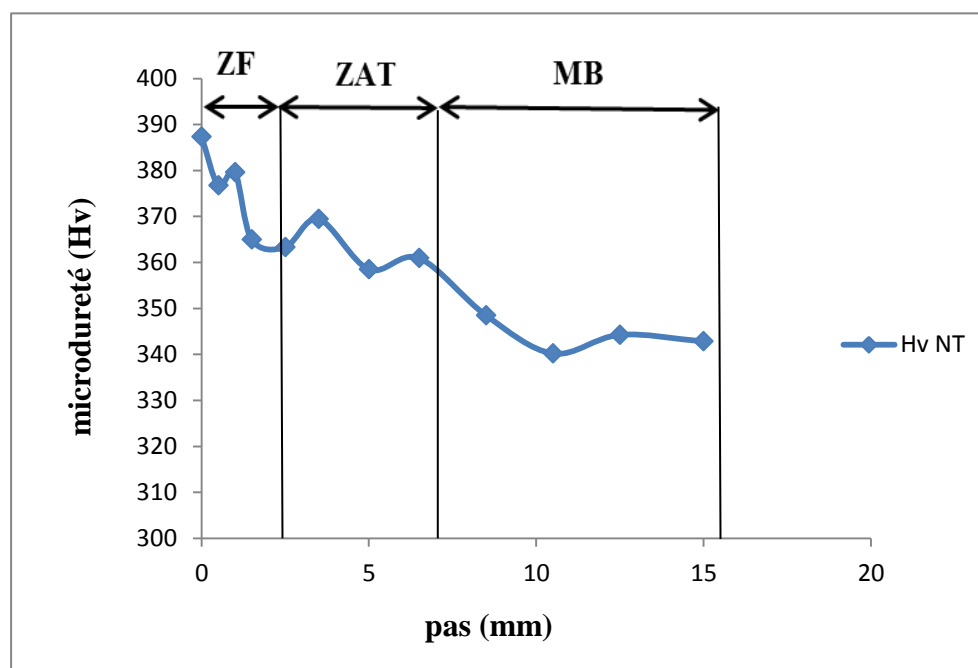


Figure IV. 11: Profil de microdureté de l'échantillon non traité.

D'après la Figure ci-dessus on remarque que l'augmentation de la dureté est régulière à l'approche de la ligne de fusion, puisque les contraintes dans la ZF sont très importantes par les cycles thermiques de soudage. Aussi, la microstructure est plus fine ce qui implique une augmentation de la densité des joints de grains.

Concernant la ZAT, on assiste à un grossissement des grains, on s'attend donc à une chute de la microdureté, mais celle-ci est plus élevée que celle du MB à cause de l'effet de la présence de la martensite (la martensite étant plus dure).

IV.3.2 Effet des traitements thermiques

Les Figures IV.12, IV.13 illustrent l'évolution de la microdureté pour les différents échantillons traités thermiquement dans les trois zones de la soudure pour les deux milieux de refroidissement (air et four).

Les courbes présentent des variations semblables pour les températures 1000, 900, 700 et 500°C dans les deux milieux de refroidissement. Lorsque la température de traitement augmente, le profil de la dureté diminue. Cela peut être expliqué par la diminution des contraintes résiduelles et le grossissement des grains. Par contre, le profil de la dureté à 700°C est élevé à cause de la présence de martensite en quantité importante ($M_f < 700^\circ\text{C} < M_s$). Egalement, La présence de la martensite est importante dans les échantillons refroidis à l'air que ceux refroidis dans le four.

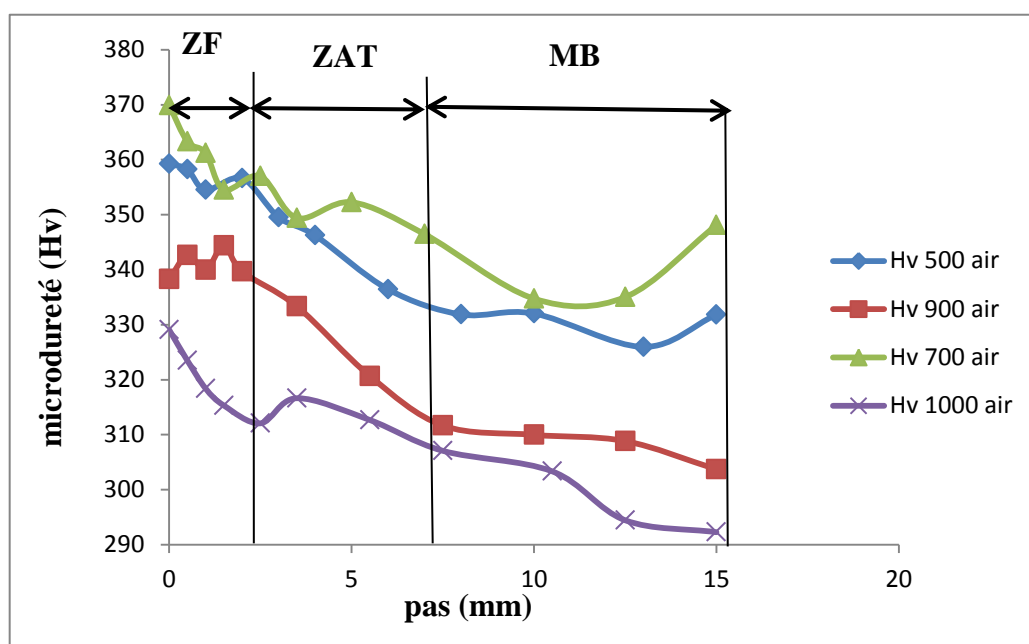


Figure IV. 12: Profils de microdureté après refroidissement à partir les températures suivantes 1000, 900, 700, 500 °C (à l'air).

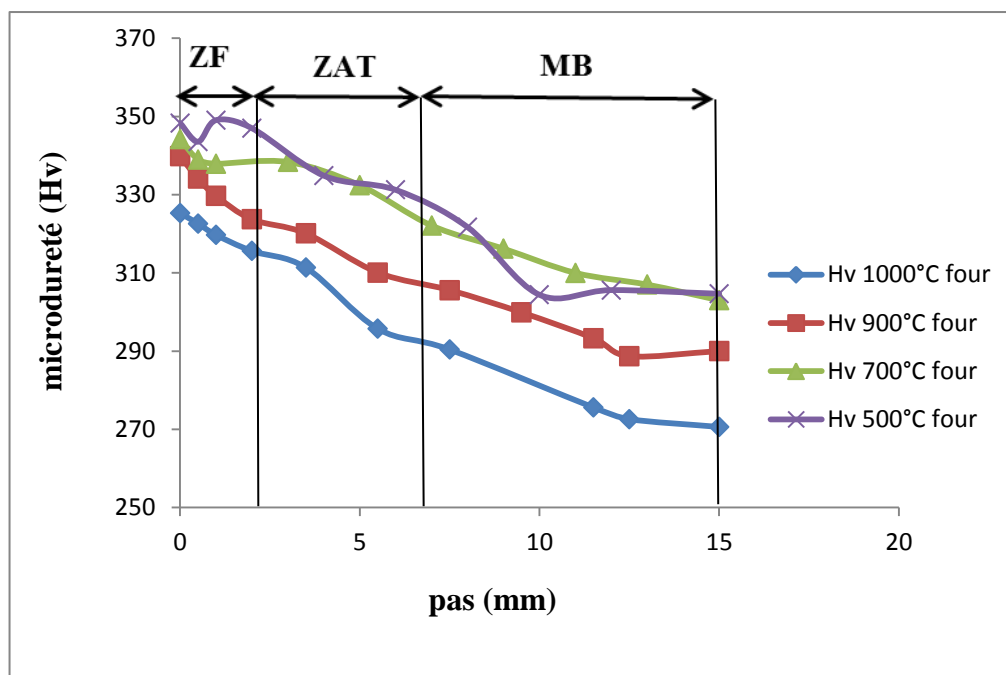


Figure IV. 13: Profils de microdureté après refroidissement à partir des températures suivantes 1000, 900, 700, 500 °C (dans le four).

IV.4 Etude de la cinétique de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ en condition de refroidissement continu

Nous avons étudié la cinétique de changement de phase durant un refroidissement continu, à vitesse constante (isochrone). Pour cela, nous avons effectué des essais de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Le cycle thermique utilisé consiste en :

- Un chauffage à vitesse constante (20 °C/min) jusqu'à une température de 1100 °C ;
- Un maintien à 1100 °C pendant 20 min suivi d'un refroidissement suivant une vitesse de 20 °C/min.

Les essais ont lieu sous vide et sous atmosphère contrôlée pour éviter le risque d'oxydation de nos échantillons.

Les **Figures** IV.14, IV.15 et IV.16 représentent les variations de l'enthalpie en fonction de la température dans les trois zones de la soudure.

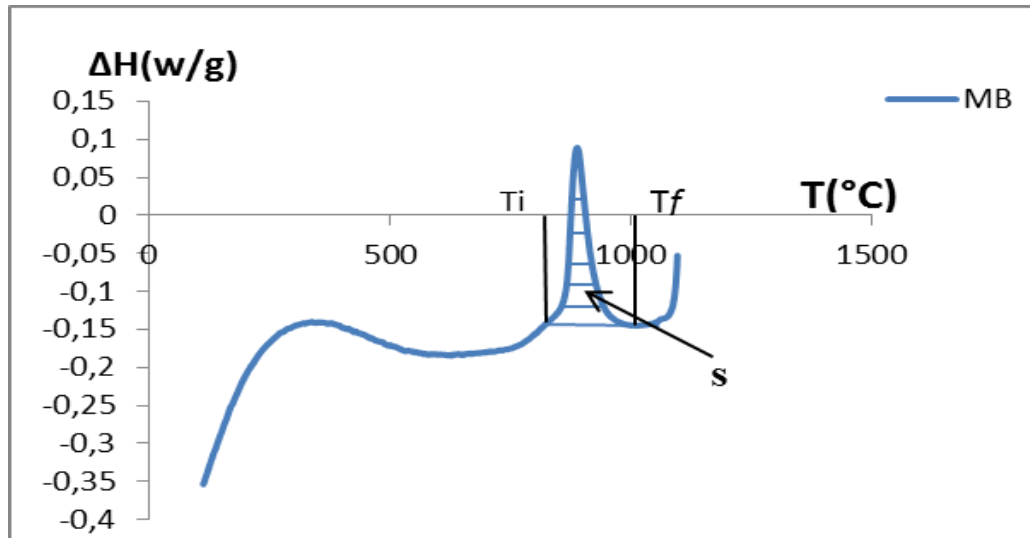


Figure IV. 14: Résultat de la DSC pour le métal de base.

Nous avons utilisé le programme MATLAB, dont l'organigramme illustré dans la **Figure IV.17** donne les démarches nécessaires pour calculer le début et la fin de transformation et les chaleurs latentes.

T_i = le début de la transformation. $T_i = 819.27 \text{ }^\circ\text{C}$

T_f = la fin de transformation. $T_f = 1000.1 \text{ }^\circ\text{C}$

S_1 = la surface de pics (la chaleur latente) $S_1 = 10.762 \text{ }^\circ\text{C.W/gr}$

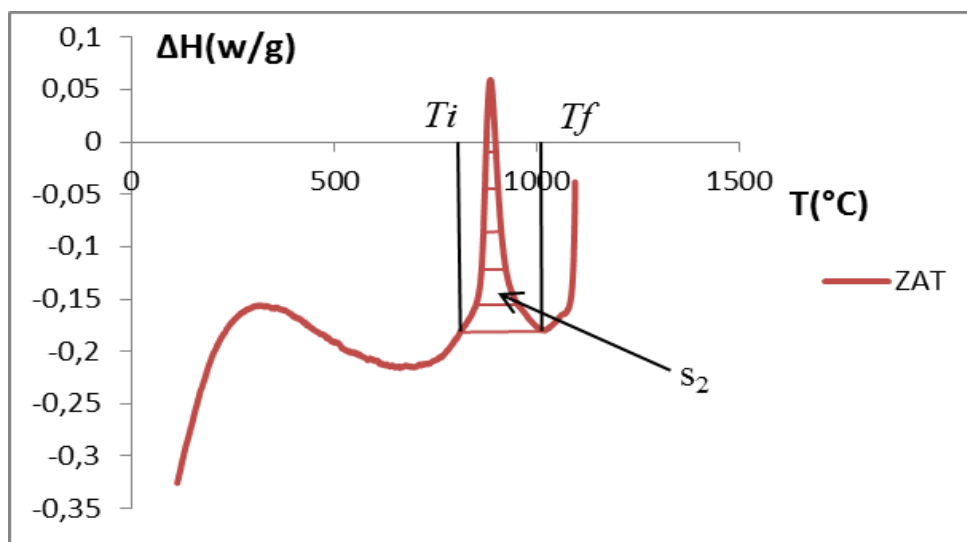


Figure IV. 15: Résultat de DSC pour la zone affectée thermiquement.

$T_i = 821.46 \text{ }^\circ\text{C}$

$T_f = 1000.8 \text{ }^\circ\text{C}$

$S_2 = 10.992 \text{ }^\circ\text{C.W/gr}$

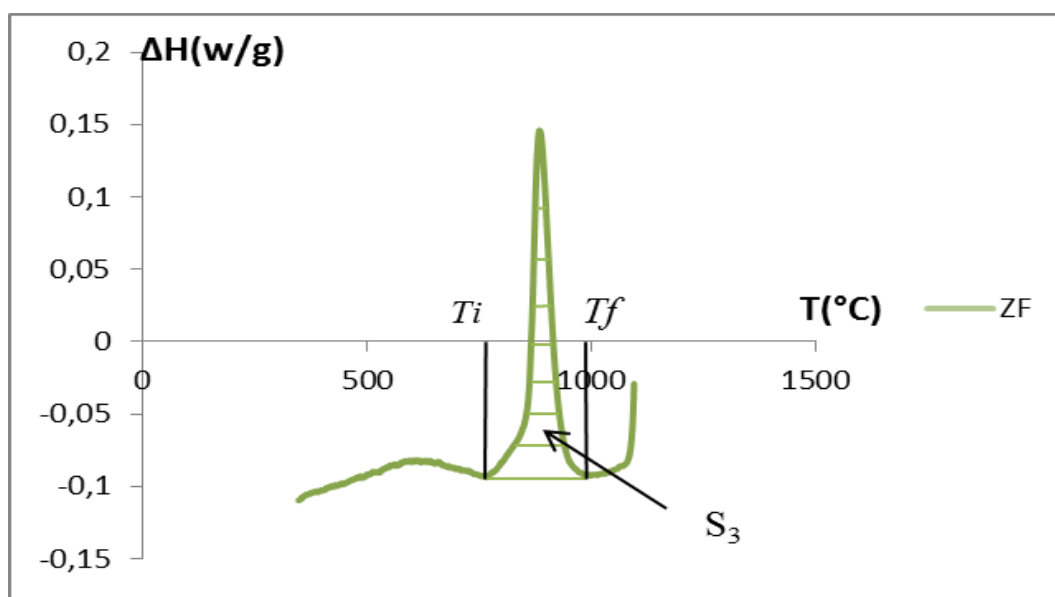


Figure IV. 16: Résultat de DSC pour la zone fondue.

$T_i=774.59$ °C.

$T_f=986.97$ °C.

$S_2 = 12.045$ °C.W/gr.

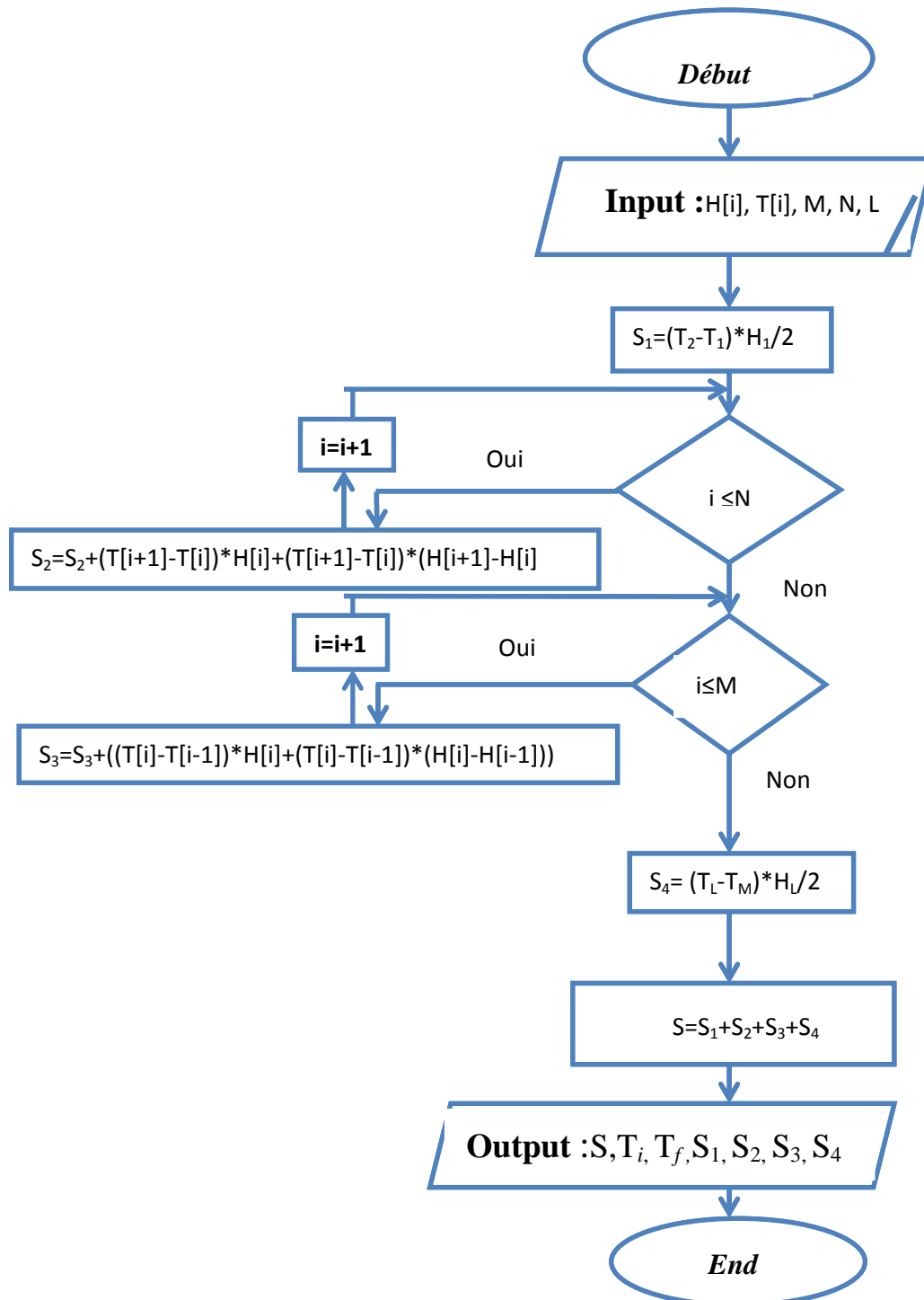


Figure IV. 17: Organigramme de programme pour calculer S (les surfaces de pique).

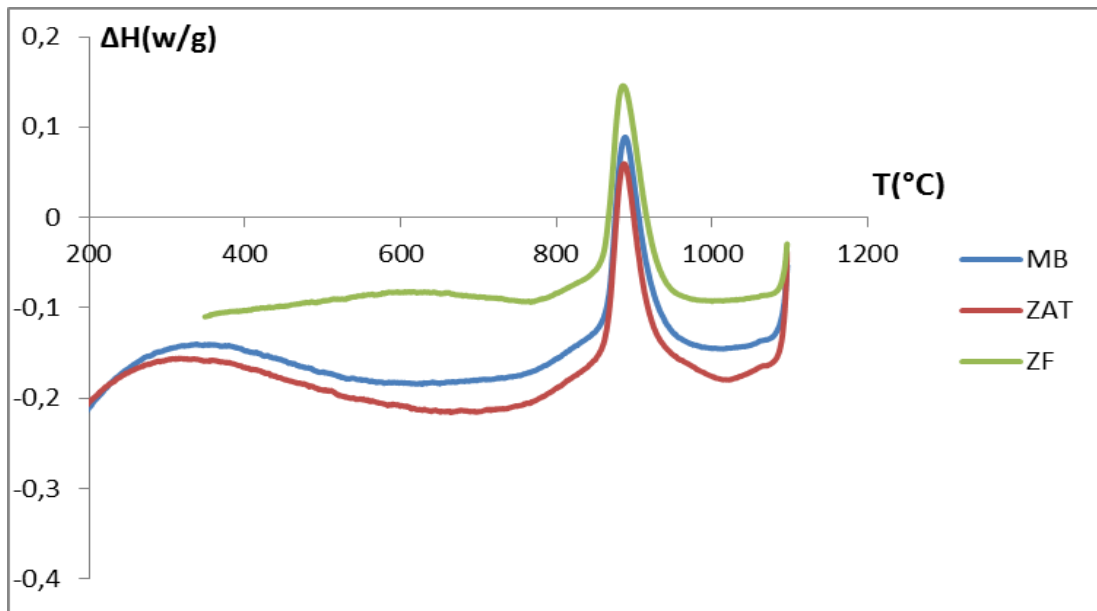


Figure IV. 18: Résultat de la DSC pour les trois zones (ZF, ZAT, MB).

D'après la **Figure IV.18**, les courbes DSC ; pour les trois zones de soudage, sont semblables, on remarque que nous avons une transformation nette entre 800 et 1000 °C, avec des petites différences telles que : la température au début et à la fin de la transformation, la hauteur des pics et la chaleur latente.

On remarque aussi que la température de début de la transformation dans la zone fondue est la plus petite en revanche ; sa chaleur latente est la plus élevée.

Nous avons calculé, à partir de la **Figure.IV.18**, la fraction transformée en fonction de la température en utilisant l'équation (IV.1)

$$f(T) = \frac{\int_{T_s}^T \frac{\partial h}{\partial t} dt}{\int_{T_s}^{T_E} \frac{\partial h}{\partial t} dt} = \frac{\int_{T_s}^T H dT}{\int_{T_s}^{T_E} H dT} \quad (\text{IV.1})$$

Avec :

$f(T)$ = la fraction transformée en fonction de la température.

T_s : température de début de transformation.

T_E : température de la fin de transformation.

$\frac{\partial h}{\partial t}$: le flux de la chaleur mesurée.

On développe le calcul de l'équation (IV.1) par le programme MATLAB, dont l'organigramme, illustré dans la **Figure IV.28**, donne les démarches nécessaires pour calculer la fraction transformée en fonction de la température.

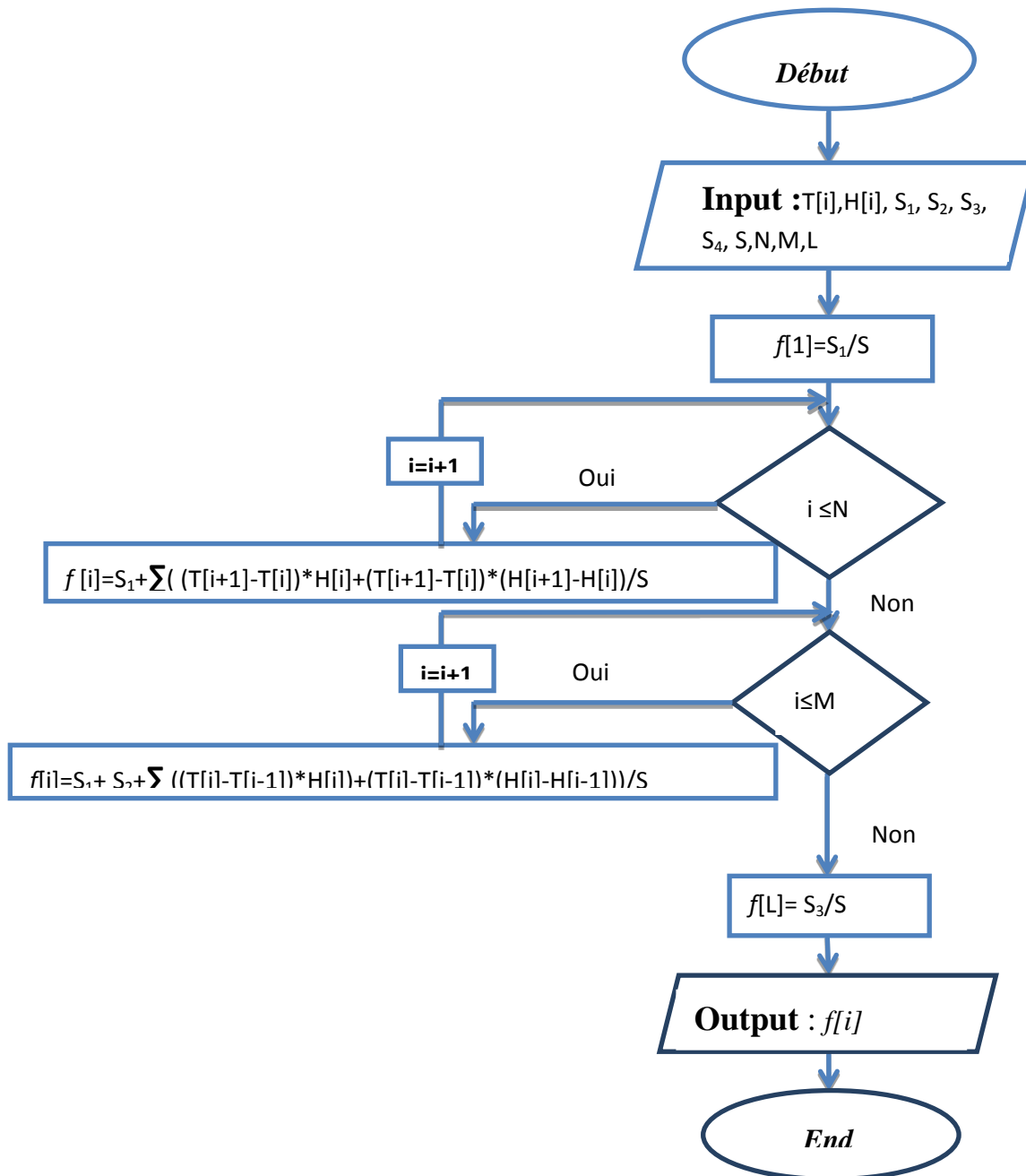


Figure IV. 19: Organigramme de programme qui calcule la fraction.

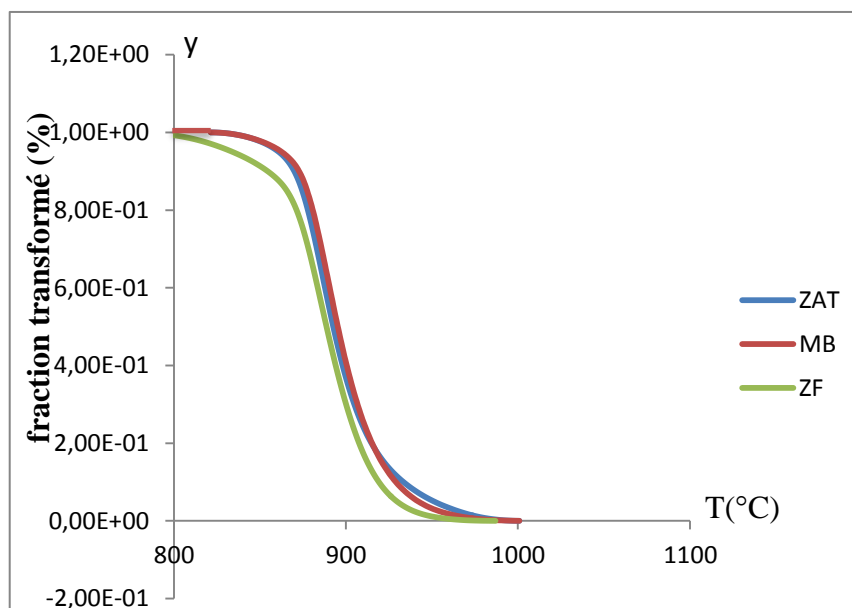


Figure IV. 20: Evolution de la fraction transformée en fonction de la température dans les trois zones de la soudure.

Les courbes de la **Figure IV.20**, sont de forme sigmoïdale dont l'équation est de type JMA, décrite par la formule (IV.2) :

$$y(t, T) = 1 - \exp\{-k(t, T)^n\} \quad \text{IV.2}$$

Elles représentent la fraction transformée en fonction de la température. On observe que les courbes ont des allures semblables. Celles du métal de base et de la ZAT sont identiques, Mais on note un écart entre la zone fondue et le métal de base. Cela peut être expliqué par la différence de la composition chimique entre le métal d'apport et le métal de base.

On distingue, à partir de les courbes ci-dessus, trois stades de transformations :

- Apparition des premiers germes de la phase α aux hautes températures (dans l'intervalle 1000 – 900 °C environ).
- Croissance des germes initialement formés. Dans ce cas la vitesse de transformation est décroissante, cette partie correspond à l'intervalle de température (900 – 850 °C environ).
- Coalescence des grains de la phase α . dans ce cas la vitesse de transformation est nulle, cette partie correspond à l'intervalle de températures (850 – 800 °C)

**CONCLUSION
GENERALE &
RECOMMANDATION**

Conclusion & recommandations

Les résultats obtenus à partir de ce travail, nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- L'opération de soudage conduit à l'apparition de trois zones (le Métal de Base, la Zone Affectée Thermiquement et la Zone Fondue). Ces zones sont différentes d'un point de vue microstructural. En effet, les cycles thermiques imposés par le soudage engendrent l'apparition de nouvelles phases. De plus, on assiste au niveau de la ZAT à un grossissement des grains. Aussi, les vitesses de refroidissement rencontrées dans l'opération de soudage provoquent l'apparition de la martensite plus particulièrement dans la ZF.
- On a réalisé des traitements thermiques qui consistent à maintenir les échantillons à haute température (1000, 900, 700 et 500 °C) pendant 1 heure, suivi d'un refroidissement au four et à l'air libre. Ces traitements ont eu pour effet de causer un grossissement des grains, la formation des nouvelles phases (α_{GB} , α_{WGB} , α'). le refroidissement au four n'ayant pas provoqué la formation de la martensite. De plus, on constate que plus la vitesse de refroidissement est rapide plus les lamelles de la phase α qui apparaissent sont fines.
- Les propriétés mécaniques (microdureté) de cet alliage varient sensiblement avec la vitesse de refroidissement, lors d'un traitement thermique à haute température. Ainsi, plus la température du traitement est élevée plus la microdureté est faible.
- L'étude de la cinétique de transformation de la phase α peut être décrite par le modèle empirique **Johnson-Mehl-Avrami (JMA)**. Les cinétiques sont semblables. Celles du métal de base et de la ZAT sont identiques, Mais on note un écart entre la zone fondue et le métal de base. Cela peut être expliqué par la différence de la composition chimique entre le métal d'apport et le métal de base.

A la fin de ce travail, nous recommandons, une étude plus approfondie de la cinétique de transformation de phase. Pour cela il est important de considérer aussi bien les transformations de phase en conditions isothermes qu'en conditions anisothermes. Cela permettra de déterminer les paramètres de l'équation de JMA (l'indice d'Avrami « n » et la constante de vitesse « k ») et d'estimer l'énergie d'activation qui correspond à la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$.

Il est aussi important de s'intéresser à la transformation au chauffage ($\alpha \rightarrow \beta$).

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIE

Références bibliographie

- [1] **K. Biavant, Guerriere**, Etude de l'amorçage de fissuration de fatigue dans le Ti-6Al-4V, Thèse doctorat, Ecole centrale Paris, décembre (2000).
- [2] **G. Lutjering, J.C. Williams**, Titanuim, Manchester Science Centre, Grosvenor Street, Manchester 2eme édition (2007).
- [3] **C. Leyens, M. Peters**, Titanium and Titanium Alloys, DLR – German Aerospace Center Institute of Materials Research 51170 Köln, Germany, (2002).
- [4] **F. Guillemeot**, Etude métallurgique d'alliages de titane pour applications biomédicales, thèse doctorat, Institut Nationale des Sciences Application de Rennes, (2000).
- [5] **Y. COMBRES**, Mise en forme des alliages de titane, , techniques de l'ingénieur, M 3160.
- [6] **j.donachie**, titanium : A Technical Guide, ASM International, 2eme édition (2000).
- [7] **C. Ferdinand**, mise en œuvre et caractérisation d'assemblages soudés par procédés tige et laser de tôles d'alliages de titane réfractaires, thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, novembre (2005).
- [8] **M. Colombié**, matériaux métalliques, Dunod, Paris, 2eme édition (2008).
- [9] **M. Dupeux**, Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, Paris, (2004).
- [10] **F. Prima**, Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane β -métastable, thèse doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Paris, décembre (2000).
- [11] **J. DA Costa Teixeira**, Etude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17, thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, (2005).
- [12] **Y. Combres, B. Champin**, Traitements thermiques des alliages de titane, techniques de l'ingénieur, M1335.
- [13] **R. Ghislain**, Comportement tribologique d'un alliage de titane traité et / ou revêtu en fretting à débattement libre, thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (mai 2007).
- [14] **Y. Robert**, simulation numérique du soudage du ta6v par laser yag impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécanique associées à ce procédé, thèse doctorat, Ecole des Mines de Paris, septembre (2007).

- [15] **Y. Combres**, Propriétés du titane et de ses alliages, techniques de l'ingénieur, M557
- [16] **R. Pederson**, Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V, Luleå, (May 2002).
- [17] Handbook titanium, Military handbook titanium and titanium alloys. MIL-DBK-697 A, 1974.
- [18] **K. Liamine**, Etude des paramètres du soudage TIG Pulsé sur l'alliage d'Aluminium 2024 T3, mémoire de fin d'étude de, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, (2009).
- [19] **J. P. Ferte**, Assemblage métallurgique dans la construction des turboréacteurs, techniques de l'ingénieur, M 7 778.
- [20] **Y. COMBRES**, Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages, techniques de l'ingénieur, M 7 778.
- [21] **A. R. Massih, L. O. Jernkvist**, Transformation kinetics of alloys under non-isothermal conditions, Malmö University, SE-205 06 Malmö, Sweden, (2009).
- [22] **S. Malinov, Z. Guo, W. Sha, A. Wilson** Differential Scanning Calorimetry Study and Computer Modeling of $\beta \rightarrow \alpha$ Phase Transformation in a Ti-6Al-4V Alloy, (April 2001).
- [23] **ASM International**, ASM Handbook, Volume 3, Alloy Phase Diagrams, Copyright,1992 by ASM International.
- [24] **R. Cazes**, Soudage à l'arc. Techniques de l'ingénieur, B7730, (Août 1995).
- [25] **I. Hadji**, Etude de la soudabilité et de comportement mécanique d'un alliage de titane, Université de Boumardes, 2012.
- [26] **F. Guendouzi**, caractérisation par microscopie électronique et EDS de la corrosion d'un revêtement en acier inoxydable, mémoire de fin études, Ecole Nationale Polytechnique, (2009).
- [27] **H. Laamari**, Etude thermodynamique des matériaux de référence et leurs application dans les techniques d'analyse thermique et de calorimétrie, thèse magister, Université de Batna, (2008).
- [28] **N. kherrouba**, précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205, thèse magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, (2006).