

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

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

**Etude microstructurale d'un
alliage à base de titane**

Proposé et encadré par :

Pr.H.YOUSFI

Réalisé par :

AGGOUN Walid

Promotion Juin 2013

Hacen-Badi, El-Harrach, 16200 Alger

021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz

ملخص

يهدف هذا العمل إلى دراسة خليط التيتانيوم من خلال المعالجة الحرارية بدرجات حرارة مختلفة وفترات مختلفة. تتميز البنية المجهرية والميكانيكية لهذا الخليط مع الأخذ بعين الاعتبار هذه المعالجات

كلمات مفتاحية : خليط تيتانيوم، تصنيع، بنية مجهرية، صلابة مجهرية.

Résumé

Ce travail consiste à étudier un alliage de titane traité par un traitement thermique avec des températures et durées différentes. La caractérisation microstructurale et mécanique concerne cet alliage en tenant compte de l'influence de ces traitements.

Mots-clés : Alliage de titane, élaboration, microstructure, dureté, micro-dureté.

Abstract

This work consists in studying a titanium alloy by heat treatment with different temperatures and durations. Microstructural and mechanical characterization take in account the influence of these specific heat treatments.

Key-words : titanium alloy, Elaboration, Microstructure, Hardness.

REMERCIEMENTS

*J*e remercie tout d'abord Allah le tout puissant, de m'avoir donné le courage et la patience afin de mener à bien mon projet de fin d'étude.

*M*es sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur H. YOUSFI, mon encadreur, pour m'avoir dirigé, orienté, soutenu et dont les compétences intellectuelles, l'expérience, la modestie, la patience et la disponibilité ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je voudrais particulièrement remercier les membres du jury dont Mr .CHITROUB pour avoir accepté la présidence du jury ainsi que les examinateurs Mr .LARIBI et Mr .KASSER pour m'avoir honoré d'être membre de mon jury de soutenance.

Je souhaiterais également remercier tous mes enseignants du département de métallurgie de l'ENP, pour avoir participé à ma formation.

*F*inalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué d'une quelconque manière à l'aboutissement de ce travail.

Dédicaces

A mes parents qui me sont les plus chers au monde, que Dieu les protège, et que ce travail fasse qu'ils soient fiers de moi.

A mon frère et mes sœurs que j'aime très fort, et à qui je souhaite tout le bonheur et la réussite du monde,

A tous mes amis chacun par son nom,

A tous les étudiants de 5ème année du département de métallurgie,

A tous ceux que j'aime et qui m'aiment, où qu'ils soient,

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

SOMMAIRE

Résumé

Liste Des Figures

Liste Des Tableaux

Introduction Générale

CHAPITRE I : LE TITANE ET SES ALLIAGES

I. Le titane et ses alliages	3
1. Introduction.....	3
2. Les propriétés physiques de titane	3
3. Structure cristallographique	4
4. Les alliages de titane et l'effet des éléments d'alliage	7
4.1. Les alliages α	10
4.2. Les alliages β et quasi β	10
4.3. Les alliages α et β	11
4.3.1. Phase α	/12
4.3.2. Phase β	13
5. Principaux domaines d'utilisation du titane et de ses alliages	15

CHAPITRE II : L'ALLIAGE TA6V

II. L'alliage TA6V	17
1. Introduction	17
2. La microstructure	18
3. Propriétés physique	21
4. Cinétiques de transformation de phases	22
4.1. Diagramme T.T.T de TA6V	22

4.2. Diagramme T.R.C de TA6V	23
5. Caractéristiques physiques de l'alliage TA6V	24
5.1. Composition chimique	24
5.2 Capacité calorifique massique	25
5.3 Masse Volumique	26
5.4 Conductivité thermique	26
5.5 Influence de la température sur la contrainte d'écoulement	27

CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

1. Introduction	29
2. Matériaux utilisés	30
2.1. Alliage étudié	30
2.2. L'élaboration des échantillons	30
2.3. Traitement thermique	30
2.4. Préparation métallographique	31
2.4.1. Enrobage	31
2.4.2. Polissage	32
2.4.3. L'attaque chimique	33
2.5. Observation microscopique	34
2.6. Essai de dureté et de micro-dureté (Vickers)	35
2.6.1. La dureté	35
2.6.2. La micro-dureté	35

CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION

1. Introduction.....	38
2. Analyse microstructurale	38
3. Interprétation globale	45
4. Résultats de la micro-dureté	47

Conclusion Générale

Références Bibliographiques

LISTE DES FIGURES

<i>Figure I.1 : Plans caractéristiques de la maille hexagonale</i>	5
<i>Figure I.2 : le mécanisme proposé par Burgers</i>	5
<i>Figure I.3 : Cristallographie du titane</i>	6
<i>Figure I.4: Classification des éléments d'addition des alliages de titane</i>	8
<i>Figure I.5.1 : Variation schématique des diagrammes de phase pour divers éléments d'alliage du titane</i>	9
<i>Figure I.5.2 : Variation schématique des diagrammes de phase pour divers éléments d'alliage du titane</i>	9
<i>Figure I.6 : Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane</i>	15
<i>Figure II.1 : Diagramme schématique pseudo-binaire du TA6V</i>	17
<i>Figure II.2 : Différentes morphologies du TA6V en fonction du traitement</i>	18
<i>Figure II.3 : Exemple de morphologie que l'on peut rencontrer dans l'alliage TA6V</i>	20
<i>Figure II.4 : Evolution de la fraction volumique des phases</i>	21
<i>Figure II.5 : Diagramme TTT après remise en solution à 1025°C, 30 min</i>	23
<i>Figure II.6 : Diagramme TRC du TA6V</i>	24
<i>Figure II.7 : Capacité thermique du TA6V</i>	25
<i>Figure II.8 : Masse volumique du TA6V</i>	26
<i>Figure II.9 : Conductivité thermique du TA6V</i>	26
<i>Figure II.10 : Influence de la température sur le module de cisaillement du TA6V</i>	27
<i>Figure III.1 : Procédure expérimentale effectuée</i>	29
<i>Figure III.2 : Four à résistance électrique, de 1200°C</i>	30
<i>Figure III.3 : Le traitement thermique effectué</i>	31
<i>Figure III.4 : les échantillons de cette étude</i>	32

Figure III.5 : Polisseuse utilisée.....	33
xFigure III.6 : Polisseuse de finition utilisée de type « MECAPOL P300 ».....	33
Figure III.6 : Microscope optique (ENP, laboratoire de métallurgie).....	34
Figure III.7 : Micro-duromètre de type « SHIMADZU HMV-M3 ».....	36
Figure III.8 : Dimensions de l’empreinte selon l’essai de la dureté Vickers.....	36
Figure IV.1.a : Microstructure de L’alliage « TA6V » à l’état brut.....	38
Figure IV.1.b : Microstructure de L’alliage « TA6V » à l’état brut.....	39
Figure IV.2.a : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C pour une heure.	39
Figure IV.2.b : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C pour une heure.	40
Figure IV.2.b’ : des colonies de lamelles α séparées par une phase β	40
Figure IV.2.c : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C..... pour trois heures.	41
Figure IV.2.d : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C..... pour trois heures.	41
Figure IV.2.e : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C pour cinq heures.	42
Figure IV.2.f : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 800°C pour cinq heures.	42
Figure IV.2.h : Microstructure du TA6V explique la structure biphasé de cette alliage	43
Figure IV.3.a : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 940°C..... pour quatre heures (milieu).	43
Figure IV.3.b : Microstructure de L’échantillon de TA6V traité à 940°C pour quatre heures (gauche).	44

Figure IV.3.c : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 940°C	44
<i>pour quatre heures (droite).</i>	
Figure IV.3.d : la formation de la structure Widmanstätten dans le TA6V	45
Figure IV.4 : Illustration de la formation de la structure Widmanstätten	46
<i>dans l'alliage TA6V</i>	
Figure IV.5 : Histogramme représentant l'évolution de la micro-dureté (HV)	48
<i>en fonction de la durée et température du traitement.</i>	

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau I.1 : Les propriétés physique de titane</i>	4
<i>Tableau I.2 : Quelques alliages de titan : composition pondérale et famille d'appartenance</i>	7
<i>Tableau II.1 : Propriétés physiques du TA6V</i>	22
<i>Tableau II.2 : composition chimique du TA6V</i>	24
<i>Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage TA6V</i>	30
<i>Tableau III.2 : Les échantillons et ses traitements thermiques</i>	30
<i>Tableau IV.1 : Micro-dureté des différents échantillons</i>	47

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GÉNÉRALE :

Le titane est un métal léger, résistant, d'un aspect blanc métallique, qui résiste à la corrosion. Il est principalement utilisé dans les alliages légers et résistants. Les propriétés industriellement intéressantes du titane sont sa résistance à la corrosion et au feu, la biocompatibilité, mais aussi ses propriétés mécaniques (résistance, ductilité, fatigue, etc..) qui permettent notamment de façonner des pièces fines et légères comme les articles de sport ainsi que les alliages de titane sont des matériaux de choix dans l'aéronautique en particulier.

L'alliage de titane TA6V (composition pondérale 6% d'aluminium et 4% de vanadium) est l'alliage de titane le plus couramment utilisé. Il possède un bon compromis entre résistance mécanique et ténacité en plus de son excellente résistance à la corrosion. Sa microstructure, fortement influencée par son processus d'élaboration, conditionne en tout premier lieu les propriétés mécaniques du TA6V.

Ce travail s'inscrit justement dans le cadre des recherches des microstructures de cet alliage (TA6V) à l'application de traitement thermique avec des températures différentes, et durée de traitement différente.

Notre travail est réparti en trois parties principales. La première concerne la recherche bibliographique qui comporte deux chapitres. Le premier chapitre traite des généralités sur le titane et ses alliages. Le deuxième sur l'alliage TA6V ses propriétés physiques et microstructures possibles.

La deuxième partie est consacrée aux techniques expérimentales utilisées. On décrit le matériau utilisé et le mode opératoire allant de l'élaboration des échantillons aux différents traitements thermiques appliqués, à la préparation des échantillons pour l'observation microscopique et finalement à l'essai de micro-dureté.

La troisième partie est consacrée aux résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs interprétations.

Enfin, ce travail sera achevé par une conclusion générale.

CHAPITRE I :

Le titane et ses alliages

I. Le titane et ses alliages :

1. Introduction :

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

Cette première partie est consacrée au rappel des propriétés et caractéristiques générales du titane (propriétés thermodynamiques, métallurgie, catégories des alliages...). Les données de base concernant ce matériau particulier sont indispensables pour aborder par la suite l'expertise de la nuance de notre titane d'étude [1].

2. Les propriétés physiques de titane :

Le titane, comme ses alliages, présente des caractéristiques (résumées dans le **Tableau I.1**) :

- sa masse volumique est environ **60 %** de celle de l'acier ($\rho = 4,5 \text{ g.cm}^{-3}$).
- sa tenue à la corrosion est exceptionnelle dans de nombreux milieux tels que l'eau de mer ou l'organisme humain.
- ses caractéristiques mécaniques restent élevées jusqu'à une température d'environ **600°C**.
- sa transformation en demi-produits et en pièces de forme par les techniques usuelles (forgeage, emboutissage, filage, coulée, soudage, usinage...) est raisonnablement aisée.
- il est disponible sous des formes et des types de produits très variés : lingots, billettes, barres, fils, tubes, brames, tôles, feuillards.
- il est non magnétisable.

- son coefficient de dilatation, légèrement inférieur à celui de l'acier, est moitié de celui de l'aluminium.
- son module d'Young (environ 100 GPa) est très proche de celui des structures osseuses [1].

Propriétés physiques du titane		
Propriété	Valeur	Unité
Numéro atomique	22	–
Masse atomique	47,9	g
Masse volumique	4,507	g.cm ⁻³
Température de transformation allotropique	882	°C
Température de fusion	1 670	°C
Température d'ébullition	3 535	°C
Capacité thermique massique	522,5	J.kg.K ⁻¹
Conductivité thermique	16,7	W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Résistivité électrique à 20 °C	47,8 × 10 ⁻⁸	Ω.m
Coefficient de dilatation linéaire à 25 °C	8,5 × 10 ⁻⁵	K ⁻¹
Susceptibilité magnétique	3,2 × 10 ⁻⁶	cm ³ .g ⁻¹
Module d'élasticité	110 000	MPa
Coefficient de Poisson	0,33	–

Tableau I.1 : Les propriétés physique de titane [1].

3. Structure cristallographique:

A température ambiante, le titane présente une structure hexagonale compacte, appelée phase α , de paramètres: $a_\alpha = 0.295$ nm et $c_\alpha=0.468$ nm. Ces valeurs conduisent à un rapport (c_α/a_α) (égal à 1.587) inférieur à la valeur théorique de 1.633 relative à la structure hexagonale compacte classique.

En comparaison aux autres métaux hexagonaux tels que le magnésium ($c/a=1.624$) ou le zinc ($c/a=1.86$), les plans prismatiques ou pyramidaux (selon les éléments d'alliages) deviennent les plans atomiques de plus grande densité, au dépend du plan basal, favorisant ainsi le glissement (**Figure I.1**). La multiplicité des plans de glissement qui en résulte explique la ductilité importante du titane.

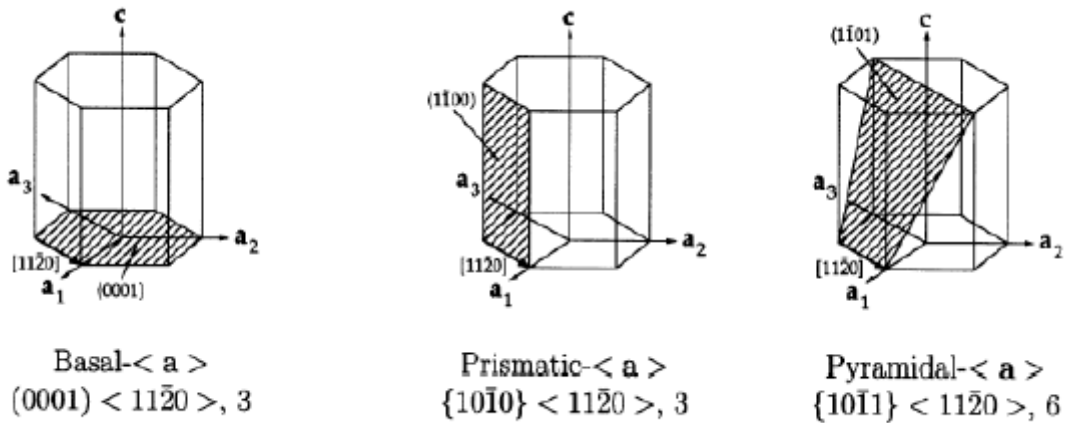


Figure I.1 : Plans caractéristiques de la maille hexagonale [2].

Le passage de phase $\beta \rightarrow \alpha$ se fait selon le mécanisme proposé par Burgers :

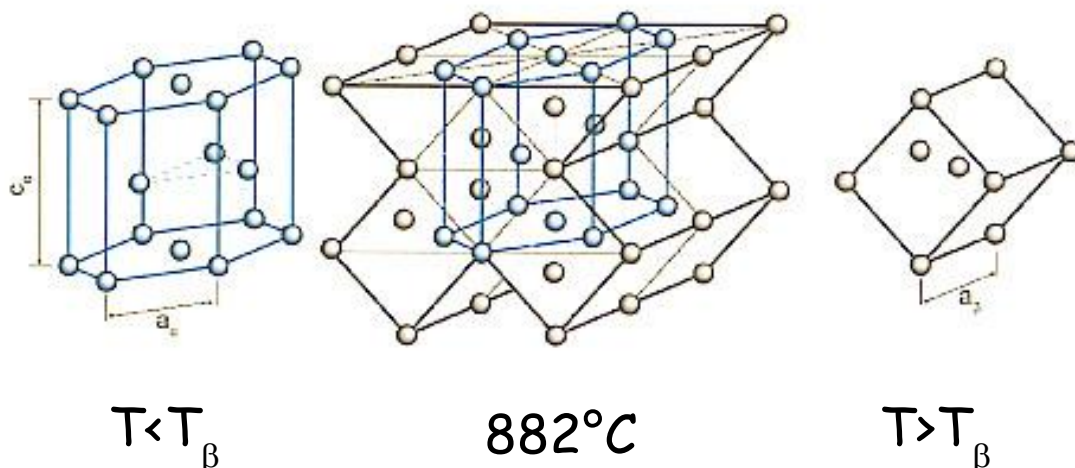


Figure I.2 : le mécanisme proposé par Burgers [1].

➡ 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 [3].

➡ 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].

➡ Bien qu'il existe théoriquement, pour un monocristal, de nombreuses orientations possibles après double traversée du point de transformation (41 pour le cycle $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$ et 57 pour le cycle $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$), on ne trouve en fait qu'une seule orientation : celle de départ, ce qui caractérise une hérédité cristallographique très forte qui est, par exemple, mise en évidence lors de l'examen des textures. [4].

La phase α reste stable jusqu'à la température de transformation (882°C pour le titane pur) à laquelle la structure cristalline devient de type cubique centrée (Figure I.3). La phase ainsi formée, appelée phase β de paramètre $a_\beta=0.332$ nm, reste stable jusqu'à la température de fusion (1670°C). La température de transition $\alpha \rightarrow \beta$ est plus communément appelée transus β (T_β). Pour les alliages, cette température est fonction des éléments d'addition.

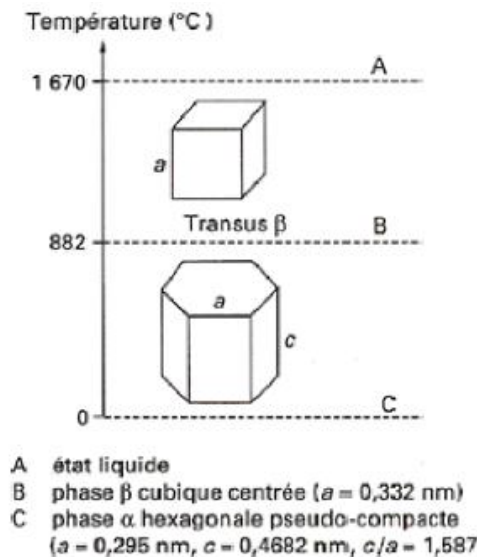


Figure I.3 : Cristallographie du titane [1].

4. Les alliages de titane et l'effet des éléments d'alliage :

L'addition d'un élément d'alliage fait apparaître dans le diagramme un domaine biphasé $\alpha + \beta$. Notons que les éléments à faible rayon atomique (C, B, O₂, H₂, N₂) entrent en insertion dans le réseau, alors que les autres forment des solutions solides de substitution. Les éléments d'addition influent différemment sur le diagramme d'équilibre, certains sont alphas-gènes (ils favorisent le domaine α hexagonal compact), d'autres bêta-gènes (ils favorisent le domaine β cubique centré) ou neutres. Les éléments « alphas-gènes » augmentent les températures de transformation tandis que les éléments « bêta-gènes » les abaissent. En outre, ceux-ci sont classés en deux catégories [5] :

- **Les isomorphes** : qui stabilisent la phase β à la température ambiante,
- **Les eutectoïdes** : qui donnent naissance à des composés intermétalliques.

Les éléments β eutectoïdes tels que le fer, le chrome, le manganèse, etc., donnent naissance à des composés intermétalliques définis. Les éléments β isomorphes tels que le molybdène, le vanadium, etc., donnent naissance à une solution solide continue en phase β . Les alliages de titane sont classés suivants le type de structure qu'ils favorisent à la température ambiante. On distingue les alliages de types α , β ou α - β . Ils ont chacun leurs propres spécificités. [5]

Nom commercial	Al	V	Mo	Nb	Fe	Cr	Sn	Zr	Si	Famille
T40 (1)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	α
TA5E	5	-	-	-	-	-	2,5	-	-	α
TA8DV	8	1	1	-	-	-	-	-	-	quasi α
IMI 685	6	-	0,5	-	-	-	-	5	0,2	quasi α
TA3V	3	2,5	-	-	-	-	-	-	-	$\alpha + \beta$
TD5AC	4,5	-	5	-	-	1,5	-	-	-	$\alpha + \beta$
IMI 550	4	-	4	-	-	-	2	-	0,5	$\alpha + \beta$
TA6V	6	4	-	-	-	-	-	-	-	$\alpha + \beta$
54M	6	4	0,8	-	0,4	-	-	-	-	$\alpha + \beta$
6242	6	-	2	-	-	-	2	4	-	$\alpha + \beta$
6246	6	-	6	-	-	-	2	4	-	$\alpha + \beta$
SP700	4,5	3	2	-	2	-	-	-	-	quasi β
Ti17	5	-	4	-	-	4	2	2	-	quasi β
β -CEZ	5	-	4	-	1	2	2	4	-	quasi β
555	5	5	5	-	0,35	3	-	-	-	quasi β
10-2-3	3	10	-	-	2	-	-	-	-	quasi β
TV15CA	3	15	-	-	-	3	3	-	-	quasi β
β 21S	3	-	15	2,7	-	-	-	-	0,2	quasi β
38644	3	8	4	-	-	6	-	4	-	quasi β

Tableau I.2 : Quelques alliages de titan : composition pondérale et famille d'appartenance [1].

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

Figure I.4: Classification des éléments d'addition des alliages de titane [5].

- **Les alliages α** : contiennent une forte majorité d'éléments alphagènes, et présentent à température ambiante quasiment 100% de phase α ,
- **Les alliages β et quasi β** : sont constitués principalement de la phase β stable ou métastable,
- **Les alliages α et β** : contiennent à la fois les phases α et β à température ambiante.

Remarquons que le titane commercialement pur est en fait un alliage α car il contient toujours des impuretés telle que le fer, et des éléments interstitiels : carbone, oxygène, azote et hydrogène. [5]

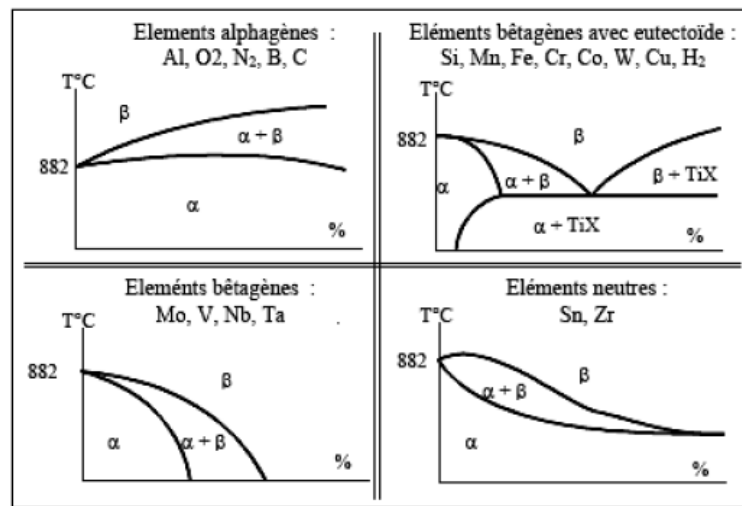


Figure I.5.1 : Variation schématique des diagrammes de phase pour divers éléments d'alliage du titane [5].

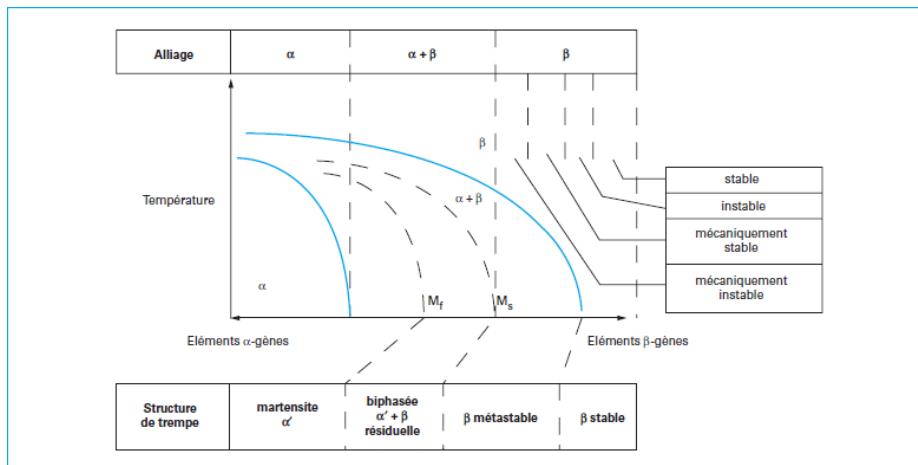


Figure I.5.2 : Variation schématique des diagrammes de phase pour divers éléments d'alliage du titane [5].

4.1. Les alliages α :

Pour ces alliages, la structure est monophasée α à température ambiante. Les éléments d'alliages qui stabilisent la phase α élèvent la température de transformation α en β . C'est le cas des éléments tels que l'aluminium, l'oxygène, le carbone et l'azote.

- **L'aluminium** : est le principal élément qui entre, en substitution, dans la composition de la plupart de ces alliages. Il améliore la ductilité et la résistance mécanique à chaud.
- **L'oxygène** : possède un effet durcissant, mais ne doit être présent qu'en faible quantité sous peine de provoquer une diminution de la ductilité.

Ces alliages ne durcissent pas par traitement thermique. Ils ont une bonne résistance à l'oxydation à chaud, ainsi qu'une bonne soudabilité. De par leur structure (HC), ils sont difficiles à déformer à froid. Ils présentent une bonne stabilité sous contrainte à chaud et un faible allongement de fluage jusqu'à 650°C.

Cependant, pour certaines nuances, effectuer une trempe et un revenu conduit à la précipitation de composés intermétalliques dans une matrice α -aciculaire. On augmente ainsi la résistance au fluage jusqu'à 550°C, mais la résistance à la traction reste relativement modeste. La limitation de la teneur en éléments alphagènes dans ces alliages provient de la nécessité d'éviter une précipitation de phases intermétalliques telles que **Ti₃Al** qui réduisent la ductilité et favorisent la corrosion sous tension [5].

4.2. Les alliages β et quasi β :

Les alliages β restent monophasés β à température ambiante et les alliages β métastables peuvent garder une structure β -métastable par refroidissement rapide. Leur déformabilité à froid est bonne. Ils sont soudables à l'état trempé et peuvent atteindre des caractéristiques mécaniques élevées à l'état trempé revenu [5].

4.3. Les alliages α et β :

Ce sont actuellement les alliages de titane susceptibles de présenter les résistances mécaniques les plus élevées. Leur aptitude à la conformation à froid est limitée, mais elle reste meilleure que celle des alliages α . Leur aptitude au soudage, bien que convenable, est limitée par les conséquences des transformations métallurgiques créées par les chauffes successives. La température limite d'emploi de ces alliages est de 450°C. Au-delà, ils deviennent instables métallurgiquement. Ils sont généralement utilisés soit à l'état trempé revenu, soit à l'état recuit [5].

Enfin on peut rappeler l'effet des éléments d'alliages sur les propriétés d'usage :

- **L'hydrogène** : L'hydrogène n'a pas d'influence directe sur les propriétés mécaniques, cependant sa précipitation sous forme d'hydrures provoque une baisse de la ductilité. L'hydrogène est moins soluble dans la phase α (19 ppm dans le T40) que dans la phase β (800 à 1000 ppm dans le TA6V) [5].
- **L'oxygène, le carbone et l'azote** :

L'oxygène, le carbone et l'azote ont pour effet d'augmenter la dureté (durcissement par solution solide) et les caractéristiques de résistance mécanique au détriment de la ductilité et de l'allongement à la rupture. Leur teneur est donc maintenue à des niveaux relativement bas (<1000 ppm pour le carbone). Lors de la coulée du titane en moule graphite, une contamination superficielle en oxygène entraîne une augmentation de la dureté ainsi qu'un épaissement des lamelles α , [6].
- **L'aluminium** :

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 phase fragilisante Ti_3Al [7].

- **Le vanadium :**

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. Les différentes phases rencontrées dans les alliages de titane et leurs morphologies [5].

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane sont fortement dépendantes de la microstructure, celle-ci étant elle-même tributaire des transformations induites lors des traitements thermiques ou thermomécaniques du matériau. Ainsi, les propriétés d'usage telles que la résistance, la ductilité, la ténacité, la fatigue et le fluage sont étroitement liées à la microstructure, notamment à la forme et à la taille de la phase α .

4.3.1. Phase α :

Il s'agit de la phase basse température de structure cristallographique pseudo-hexagonale compacte dont les paramètres, calculés à l'aide d'expériences de diffractométrie sont pour le TA6V :

$$a = 2,918 \pm 0,003 \text{ \AA}$$

$$c = 4,671 \pm 0,005 \text{ \AA}$$

$$\text{D'où } c/a = 1,600$$

Ces valeurs restent proches de celles obtenues dans le cas du titane pur. Certains auteurs [8], distinguent plus avant :

- **la phase α primaire (α_1)** qui reste présente lorsque le matériau est traité thermiquement dans le domaine biphasé, la proportion de phase présente dépend bien sûr de la température de traitement.

- **la phase α dite aciculaire (α_{II})** (ou lamellaire) formée au cours du refroidissement par germination et croissance le long d'un ensemble de plans cristallographiques préférentiels de la matrice β . Cette phase est également désignée sous le nom de structure en vannerie ou de Widmanstätten. Castro et Séraphin [9] distinguent également les phases α_1 et α_2 selon leur texture morphologique.

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

- La résistance diminue.
- La ductilité est réduite du fait d'une part de l'allongement des empilements de dislocations 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'auto-diffusion 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 [10].

4.3.2. Phase β :

Elle possède la structure cubique centrée du titane β , forme allotropique de haute température. On distingue plusieurs formes de phase β :

- 1) **Phase β (βI)** : phase haute température de structure cristallographique cubique centrée.

- 2) **Phase β stable (β_s)** : phase β retenue à l'ambiante, stable et impossible à transformer par traitement thermique. La stabilisation de cette phase provient d'une concentration supérieure en élément bêtagène (principalement le vanadium) obtenue par refroidissement lent. La phase β devient stable à l'ambiante pour une teneur en vanadium supérieure à 15%
- 3) **Phase β transformée (β_t)** : structure biphasée composée d'un mélange de phase α et β . Cette « phase » est issue de la transformation de la phase β haute température lors de refroidissements lents.
- 4) **Phase β métastable (β_m)** : phase β retenue à l'ambiante, mais avec sa composition chimique haute température, est susceptible de se transformer par traitement thermique ultérieur (en phase α à haute température et ω (cf. plus loin au paragraphe(d)) à basse température).
- 5) **Phase β résiduelle (β_r)** : phase β résiduelle résultant d'un refroidissement hors équilibre.

Pendant un maintien aux températures élevées (dans le domaine β) en l'absence de tout champ de contrainte ou de déformation imposée, il y a croissance des grains β . Par contre, en cas de pré-déformation, il se produit, pour un taux de déformation critique, un phénomène « d'explosion » de la taille de grains ; elle peut être multipliée par trois ou quatre. Ceci est dû à une mobilité accrue par la déformation d'un faible nombre de joints de grains β . Au-delà de ce seuil critique, la densité de joints/sous-joints mobiles est accrue évitant ainsi cette explosion de la taille des grains. Dans le cas d'une déformation élevée il y a restauration dynamique, puis recristallisation continue avec formation de nouveaux petits grains de phase β aux joints des gros grains [11].

La **Figure I.6** présente les principales propriétés d'emploi des alliages de titane pour les différents types d'alliage.

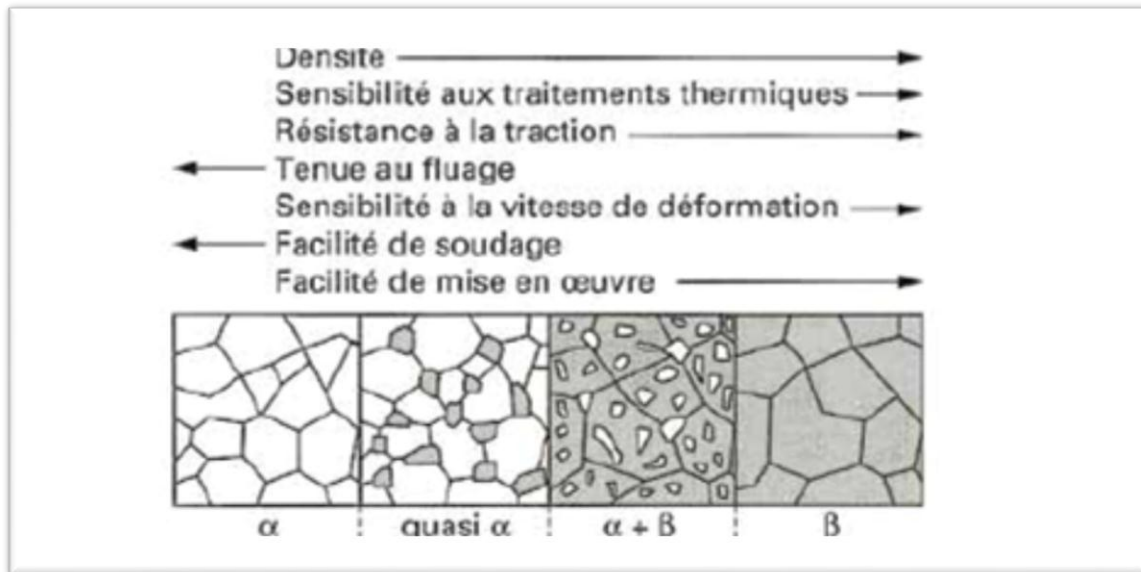


Figure I.6 : Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane [12].

5. Principaux domaines d'utilisation du titane et de ses alliages :

Ce sont leurs caractéristiques mécaniques élevées (limite d'élasticité, charge à la rupture), associées à leur masse volumique faible, qui ont rendu l'utilisation des alliages de titane particulièrement attrayante dans de nombreux secteurs tels que :

- l'énergie, la chimie, la pétrochimie (environ 48%) : les vannes, les pompes, les échangeurs de chaleur... ;
- l'aéronautique civil (environ 37%) et militaire (environ 7%) : les turbines d'hélicoptères, les éléments de train d'atterrissage, les pièces moteurs.
- Le domaine médical (environ 1,5%) a été attiré par leur biocompatibilité : prothèses de hanches, articulaires, buccales et dentaires.
- Depuis quelques années, les alliages ont fait leur apparition dans des domaines grand public :
- les sports et loisirs (environ 5,5%) : équipements de golf, raquettes de tennis, pièces de cycle ;
- autres secteurs (environ 2%) : la lunetterie, l'horlogerie, les pièces de voiture (soupape, bielle, axe de transmission), instruments de musique.

CHAPITRE II :

L'alliage TA6V

II. L'alliage TA6V :

1. Introduction :

L'alliage de titane TA6V (norme française) ou Ti-6Al-4V (norme américaine) est l'alliage le plus couramment utilisé. Il représente à lui seul environ 50% du marché. C'est un alliage largement étudié dans la littérature. Le bon compromis entre résistance mécanique et ténacité, en plus de sa faible densité et son excellente résistance à la corrosion. La composition de l'alliage est de 6% en poids d'aluminium et 4% en poids de vanadium, et des éléments résiduels. Le schéma suivant présente un diagramme de phase pseudo-binaire Ti-6Al-V : [1]

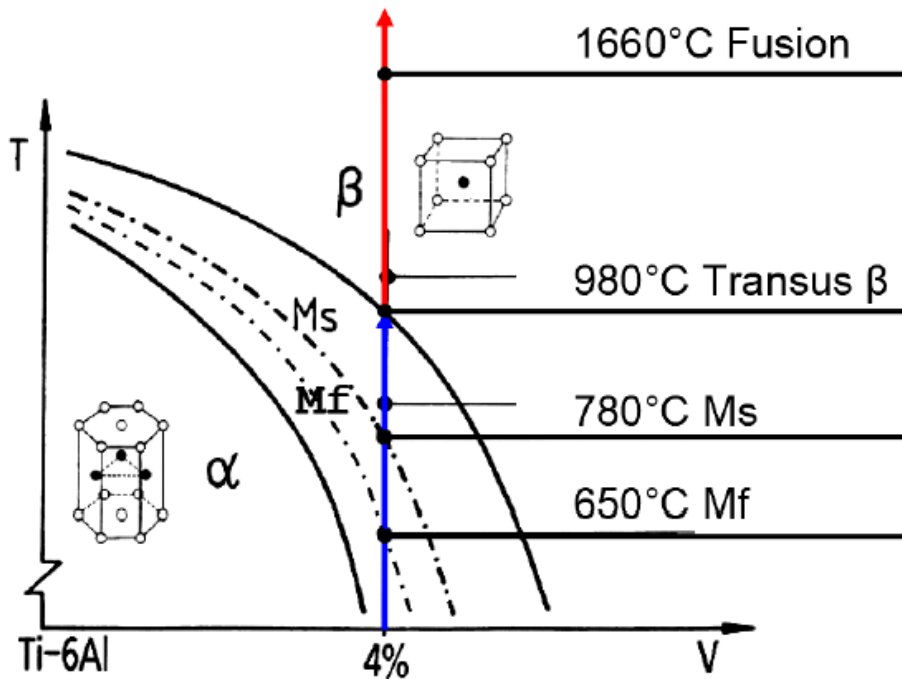


Figure II.1 : Diagramme schématique pseudo-binaire du TA6V [1]

- A température ambiante, le TA6V est biphasé α (HCP) + β (CC) avec un très faible pourcentage de phase β . Au cours du chauffage lent, il y a dissolution de la phase α , et la fraction de phase β augmente pour être égale à 1 aux températures supérieures à la température T_{β} . Cette valeur de l'ordre de 980-1000°C, est fonction de la composition de l'alliage et est très sensible aux teneurs en éléments résiduels, notamment l'oxygène. [1]

- Au-delà de la température T_{β} , seule la phase β est présente. Elle est de structure cubique centrée de paramètre $a = 3,192 \text{ \AA}$ (ce paramètre est inférieur à celui du titane pur du fait de la contraction induite par le vanadium dont le paramètre de maille est plus petit que celui du titane). La température de fusion du TA6V se situe vers 1660°C et sa température d'ébullition est autour de 3285°C . [10]

2. La microstructure :

- Différentes microstructures sont obtenues par traitement thermique selon le domaine à partir duquel l'alliage est refroidi et selon la vitesse de refroidissement employée :

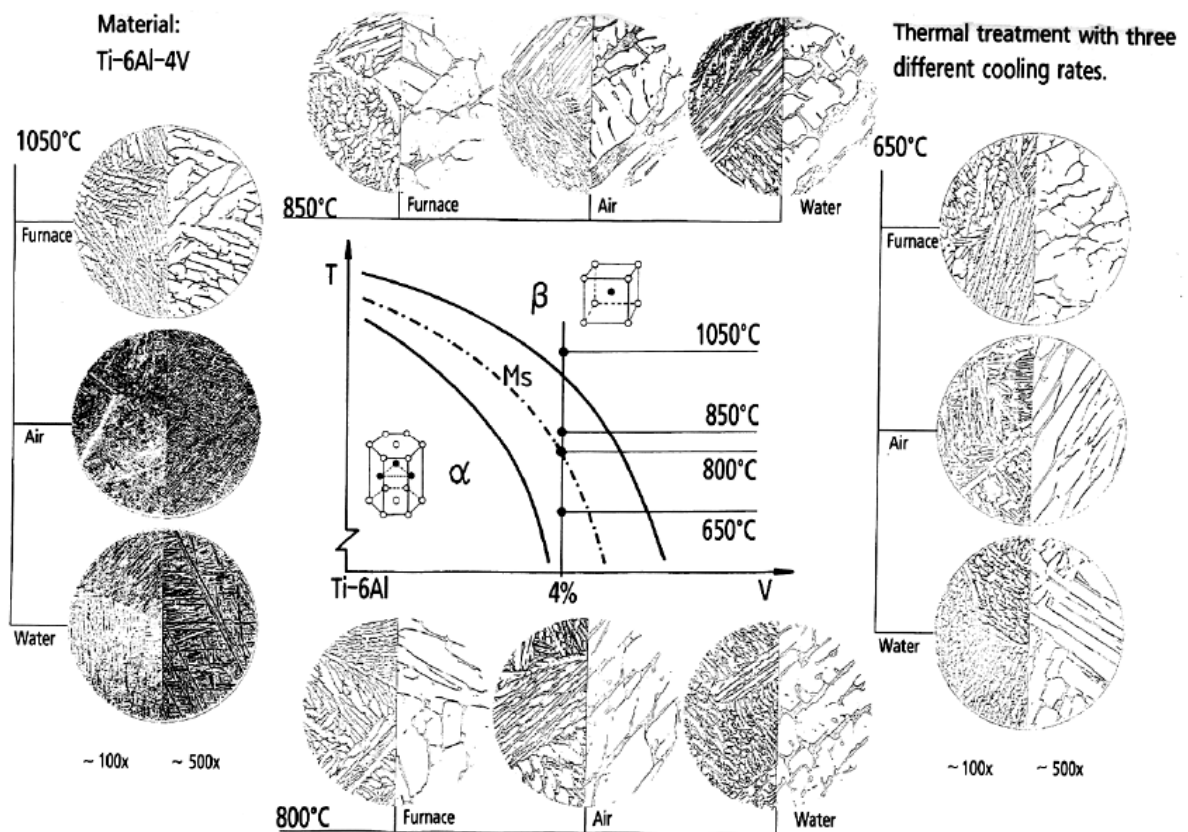


Figure II.2 : Différentes morphologies du TA6V en fonction du traitement thermique [13]

- Si cet alliage est lentement remis en solution dans le domaine β puis refroidi, la structure sera lamellaire ou aciculaire et l'épaisseur des lamelles sera fonction de la vitesse de refroidissement

- Si l'alliage est mis en solution dans le domaine β , et refroidi par une trempe énergétique, la phase β subit une transformation martensitique conduisant à la formation de la phase α' . La phase martensitique a la même composition chimique que la phase β et sa structure cristalline est hexagonale pseudo-compacte. Ses paramètres cristallins sont très proches de ceux de la phase α : $a\alpha'$ est pratiquement identique à $a\alpha$ alors que $c\alpha'$ est légèrement plus petit que $c\alpha$. Des valeurs de températures de début M_s et de fin M_f de transformation martensitique ont été rapportées respectivement égales à 780 et 650°C [11]

- Quand la vitesse de refroidissement diminue, le diamètre des aiguilles augmente (**Figure II-3b**). Puis les aiguilles laissent place à des lamelles d'épaisseur de plus en plus importante (morphologie lamellaire, dite « en vannerie » ou de Widmanstätten). Par traitement thermomécanique (déformation à chaud ou simple traitement thermique sur structures très déformées), on peut « briser » les lamelles et les faire recristalliser en nodules sphériques. On obtient alors la morphologie équiaxe. [5]

- A ces trois morphologies principales s'ajoute une quatrième, la morphologie bimodale ou duplex, qui est formée de grains de phase α dans une matrice de phase β . Elle est obtenue par revenu (recuit basse température) après trempe depuis le domaine β ou le haut du domaine $\alpha+\beta$. Pour une morphologie donnée, la microstructure finalement obtenue va dépendre de l'évolution microstructurale des deux phases α et β , pendant les traitements thermomécaniques de mise en forme. Si l'alliage est mis en solution dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$, sa microstructure finale dépend de la structure initiale, des conditions de remise en solution (chauffage et température et temps de traitement), des conditions de refroidissement. Une morphologie α équiaxe peut ainsi être conservée, voire la fraction volumique peut en être augmentée par croissance des grains existants au cours d'un refroidissement lent. Un refroidissement plus rapide limite la croissance des grains équiaxes et conduit à la germination de nouveaux grains lamellaires ou aciculaires suivant la vitesse de refroidissement. (**Figure II.3 c et d**) [5]

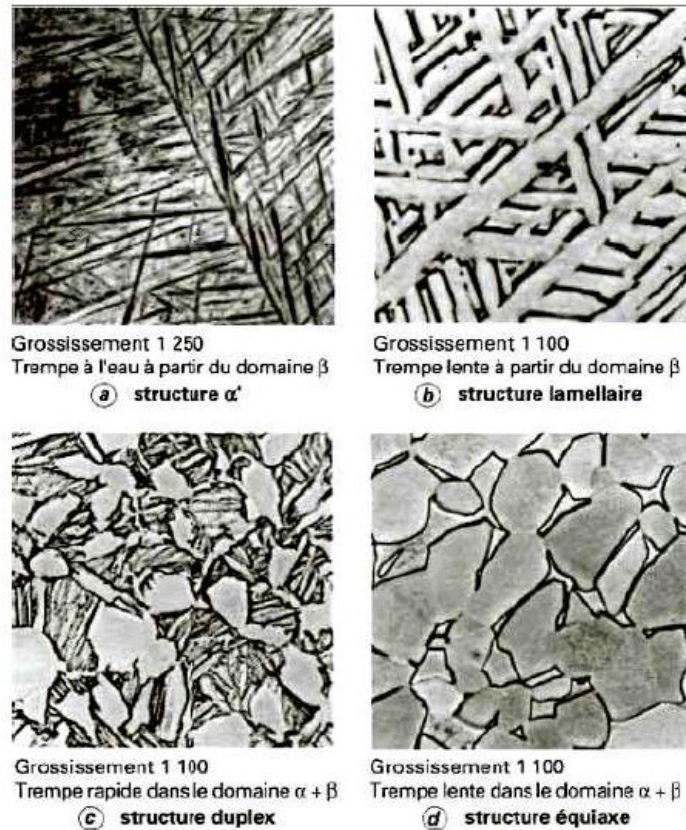


Figure II.3 : Exemple de morphologie que l'on peut rencontrer dans l'alliage TA6V [5]

La représentation schématique du diagramme d'équilibre montre que la fraction de phase β à l'équilibre thermodynamique varie avec la température. Castro et Séraphin ont déterminé la fraction volumique des phases présentes à l'ambiante en fonction de la température d'arrêt du recuit à l'aide de deux techniques, la diffraction des rayons X et une analyse micrographique (Figure 2-17). Une trempe à l'eau, quelle que soit la température de recuit, conduit à la formation de phase martensitique α' dont la proportion décroît avec la température de recuit : une trempe à l'eau depuis 1100°C entraîne la formation de martensite alors qu'une trempe à l'eau à partir de 950°C ($T < T_{\beta}$) produit une microstructure biphasée $\alpha + \beta$ avec présence de phase α' au sein de la phase β . Faisant l'hypothèse qu'il n'y a pas de croissance des nodules de phase α au cours de la trempe à l'eau, Castro et Séraphin obtiennent ainsi la fraction de phase β à l'équilibre en fonction de la température (correspondant à la fraction de β), valeur essentielle pour établir des modèles de cinétiques de transformation de phases [14].

Par ailleurs Hocheid a défini une température de remise en solution M_d , à partir de laquelle la phase β présente à cette température est retenue à l'ambiante (ne se décompose plus en α'). Cette valeur se situe autour de 720°C [11].

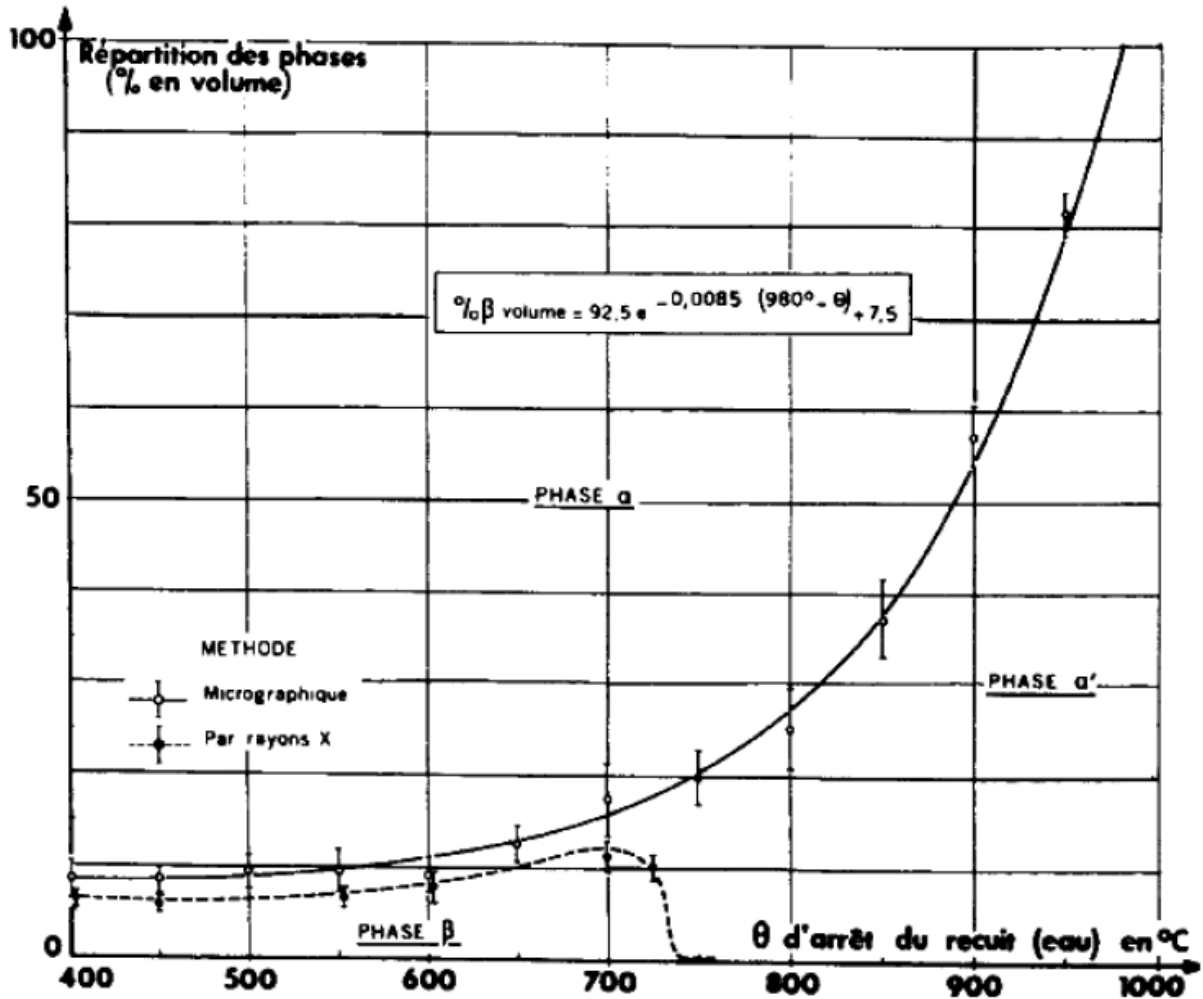


Figure II.4 : Evolution de la fraction volumique des phases [14]

3. Propriétés physique :

- Les principales caractéristiques physiques de cet alliage et les propriétés mécaniques à température ambiante sont données dans le Tableau 2-4 :

	Propriétés	Valeurs
T _{eb.}	Température d'ébullition	3285°C
T _f	Température de fusion	1650-1675°C
T _β	Transus β	980-995°C
ρ _S	Masse volumique (20°C)	4520-4430 kg/m ³
ρ _L	Masse volumique (T=T _f)	4200 kg/m ³
M	Masse molaire	46,7 g/mol
C _{pS}	Capacité calorifique massique (20°C)	610 J/kg.K
C _{pL}	Capacité calorifique massique (T=T _f)	986 J/kg.K
α	Coefficient de dilatation thermique linéaire (20°C)	8-9 10 ⁻⁶ K ⁻¹
λ	Conductivité thermique	5,8-6,8-7,1 W/m.K
γ _{LV}	Tension de surface du liquide (T=T _f)	1,38 N/m
η	Viscosité dynamique du liquide (T=T _f)	5,2 10 ⁻³ N s/m ²
Ω _S	Résistivité électrique (20°C)	47,8-54,0 μΩ.cm
Ω _L	Résistivité électrique (T=T _f)	168-171 μΩ.cm
ν	Coefficient de Poisson	0,33
E	Module d'Young	106-114 GPa
R _{p0,2}	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique	990-1050 MPa
R _m	Résistance maximale à la traction	1050-1140 MPa
A	Allongement à la rupture	14-15%
σ _D	Limite d'endurance en traction (à 10 ⁷ cycles), %R _m	49%
HRC	Dureté	36
Izod	Résistance à l'impact (charpy)	10-20,3 J

Tableau II.1 : Propriétés physiques du TA6V [11]

4. Cinétiques de transformation de phases :

Pour atteindre les cinétiques de transformations de phases, il est usuel d'établir les diagrammes TTT (Transformations-Temps-Température) et TRC (Transformations en Refroidissement Continu). Les premières études de cinétique de transformation ont été celles de Hocheid qui introduisent les diagrammes T.T.T. et TRC du TA6V [11].

4.1. 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. (Figure II.5) représente la cinétique de transformation du TA6V après une remise en solution à 1025°C pendant 30 minutes [11].

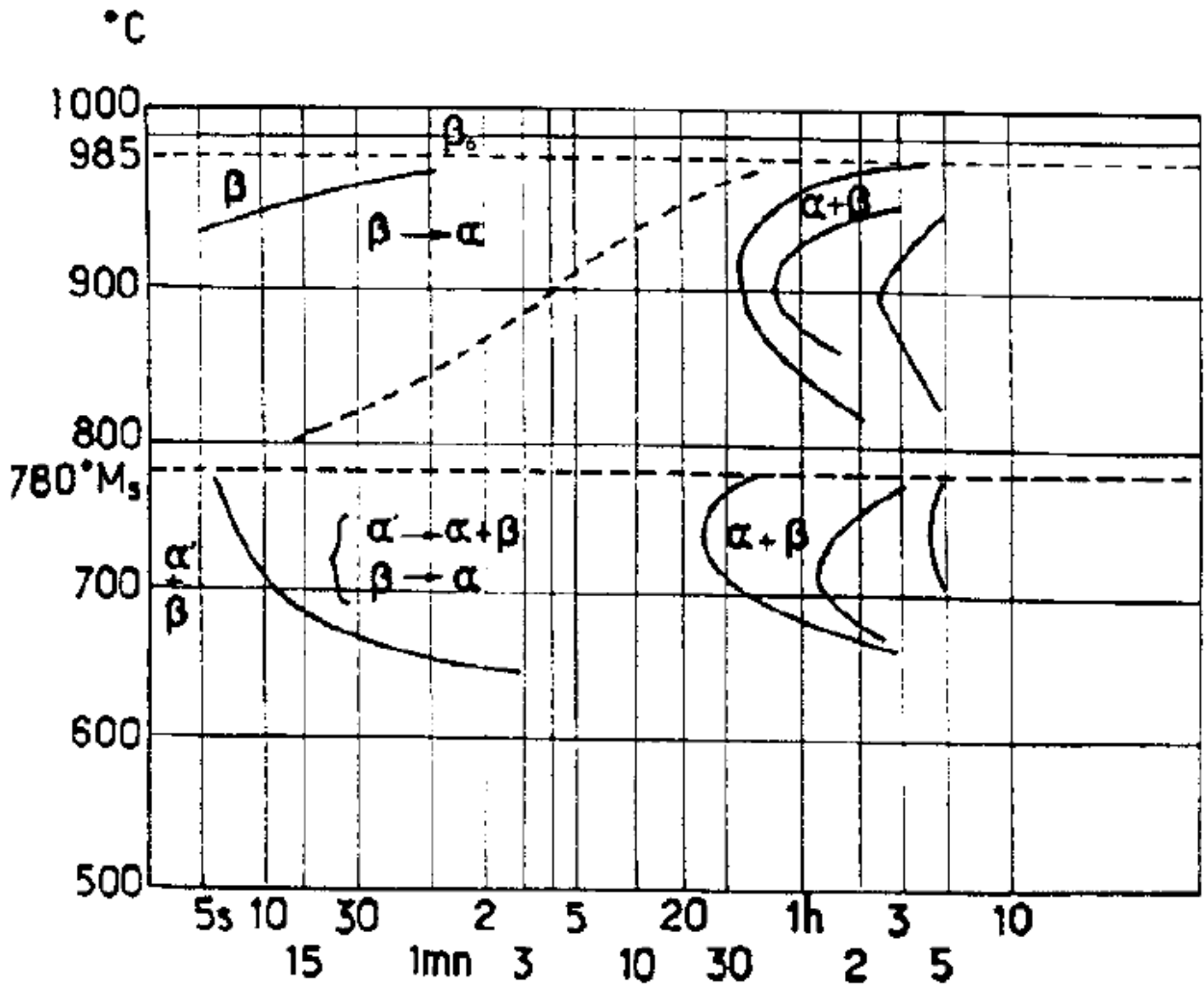


Figure II.5 : Diagramme TTT après remise en solution à 1025°C, 30 min [11]

4.2. Diagramme T.R.C. du TA6V :

Les diagrammes T.R.C. caractérisent le comportement métallurgique du TA6V lors d'un refroidissement continu vers la température ambiante. Ils définissent pour un ensemble d'histoires thermiques subies par la pièce au refroidissement, les instants et les températures de début et de fin de transformations structurales relatives à chacune de ses histoires thermiques particulières et dans certain cas les pourcentages de constituants formés lorsqu'une transformation s'achève. La **Figure II.6** représente le diagramme de transformation en refroidissement continu du TA6V après une mise en solution à 1030°C pendant 30 minutes [15].

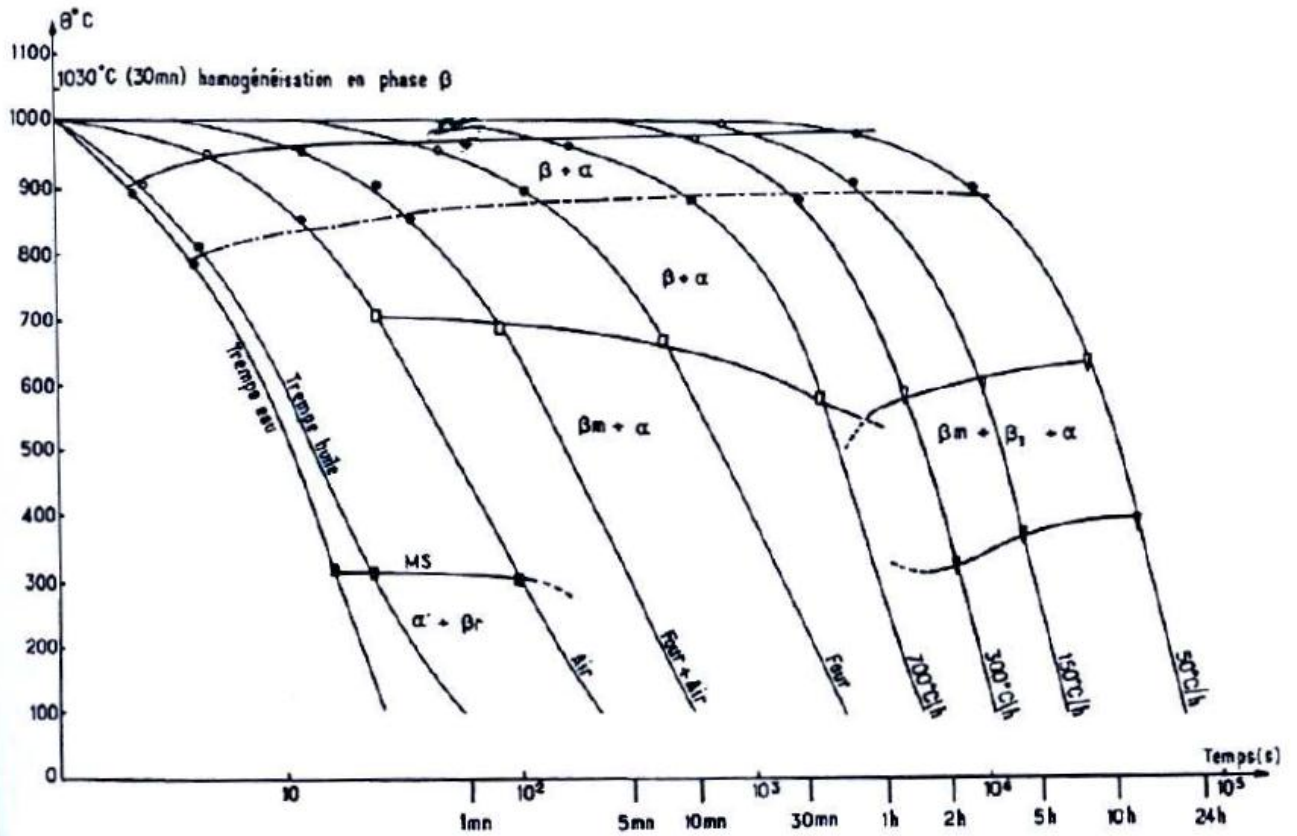


Figure II.6 : Diagramme TRC du TA6V [15]

5. Caractéristiques physiques de l'alliage TA6V :

5.1. Composition chimique :

Exigences de composition chimique pour le Ti-6%Al-4%V :

Elément	Al	V	Fe	O2	N2	C	H	Impureté (chacun)	Somme des impuretés
%min	5,50	3,50	-	-	-	-	-	-	-
%max	6,75	4,50	0,30	0,20	0,03	0,08	150ppm	0,10	0,40

Tableau II.2 : composition chimique du TA6V [5]

5.2. Capacité calorifique massique :

La **Figure II.7** présente l'évolution de la capacité calorifique en fonction de la température (résultat obtenu par le CEA en comparaison à d'autres auteurs). Les valeurs présentent des dispersions, cependant les résultats des essais réalisés au CEA paraissent cohérents vis-à-vis des résultats obtenus par les autres auteurs. [16]

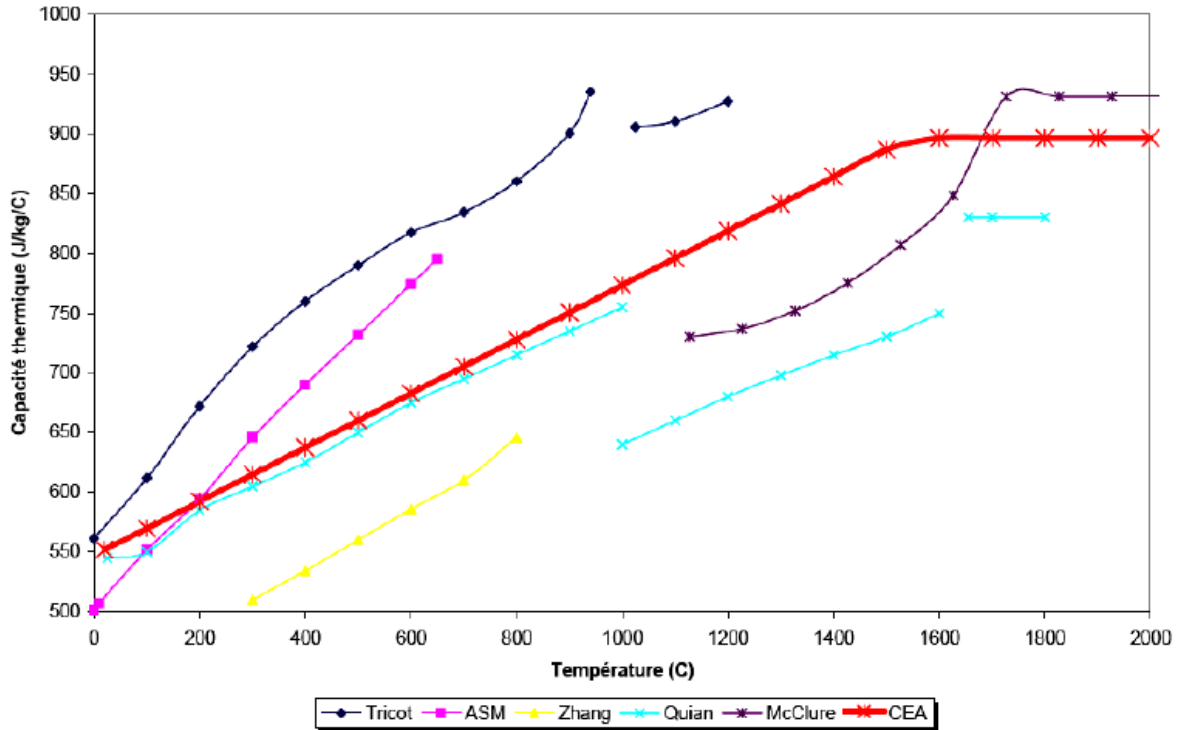


Figure II.7 : Capacité thermique du TA6V [16]

5.3. Masse Volumique:

L'évolution de la masse volumique en fonction de la température est présentée en Figure II.8 :

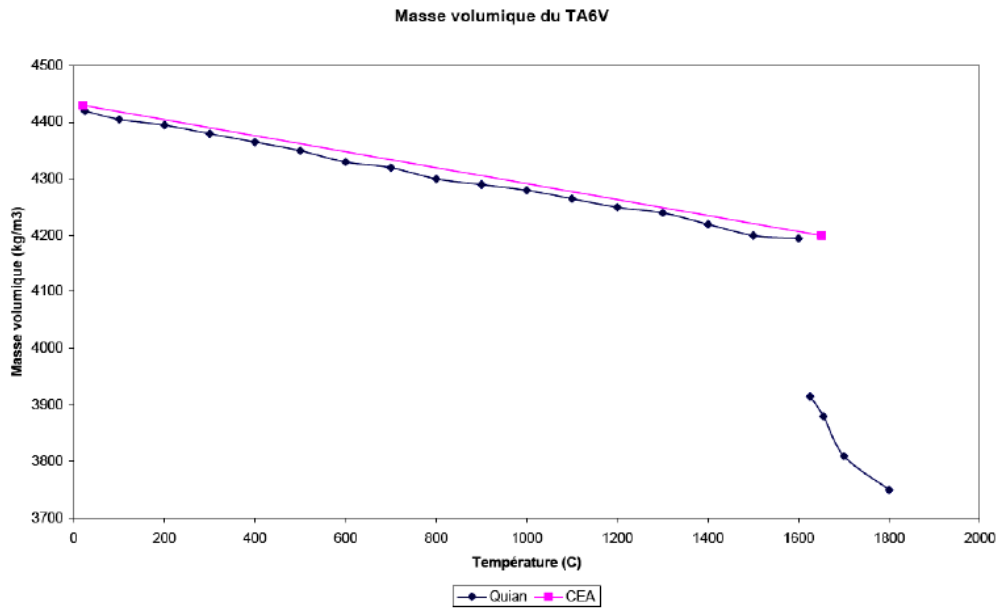


Figure II.8 : Masse volumique du TA6V [16]

5.4. Conductivité thermique :

La Figure II.9 présente l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température et compare ces résultats avec ceux de la littérature :

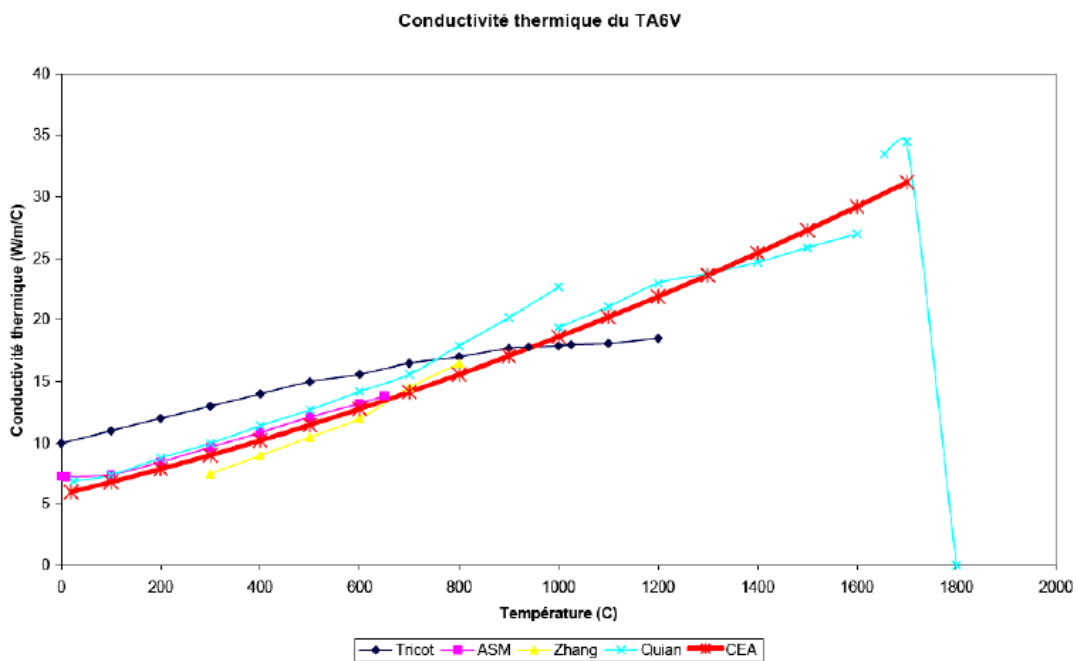


Figure II.9 : Conductivité thermique du TA6V [16]

5.5. Influence de la température sur la contrainte d'écoulement :

Le module d'Young E varie entre 112 et 88 GPa pour un coefficient de Poisson oscillant autour de 0.33 :

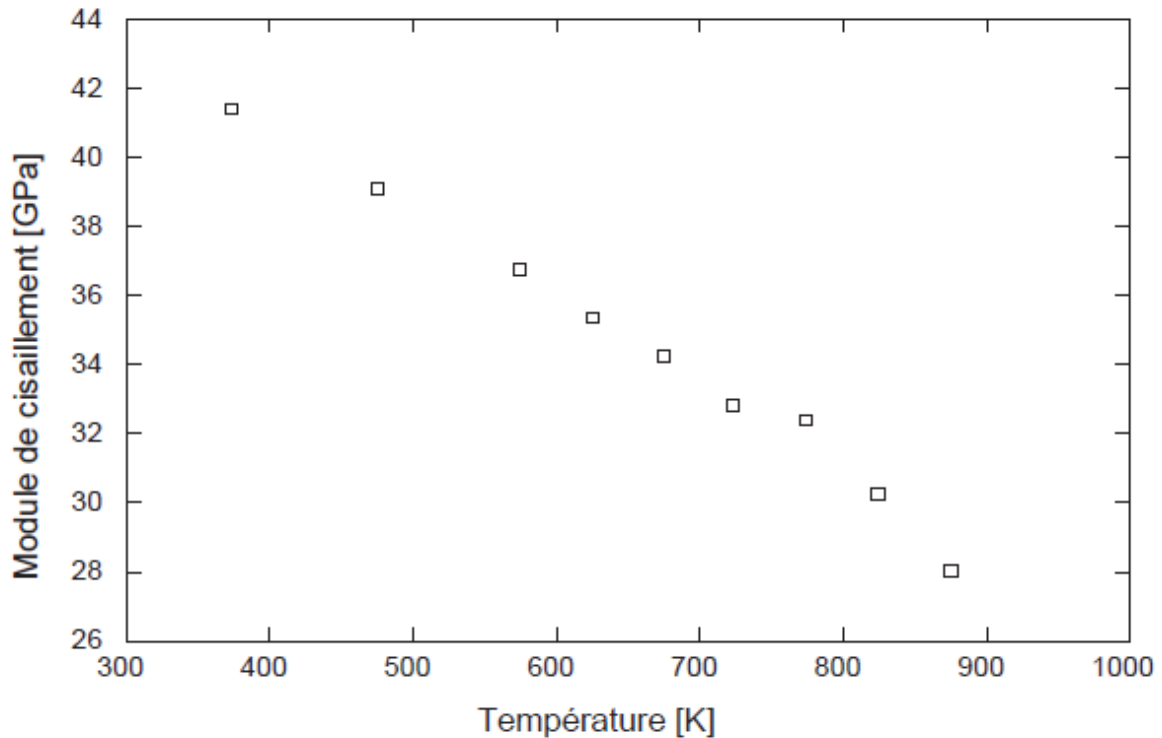


Figure II.10 : Influence de la température sur le module de cisaillement du TA6V [3]

➤ **Bilan :**

Le titane étudié (TA6V) présente une microstructure biphasée particulière dite de type Widmanstätten. Cette structure est composée de colonies de lamelles de phase α séparées par une phase β . Les moyens d'observation employés (microscope optique, MEB) n'ont pas révélé d'hétérogénéités telles que des inclusions d'oxydes ou de carbures dans le matériau.

CHAPITRE III :

**Techniques
expérimentales**

1. Introduction :

Ce travail consiste à étudier structurellement un alliage de titane le TA6V élaboré par un traitement thermique, L'objectif du travail est de révéler les microstructures acquises par le matériau, et de mesurer la micro-dureté après le traitement thermique.

Dans ce but, différentes techniques ont été utilisées pour mener aux mieux notre étude expérimentale comme le montre la **Figure III.1** :

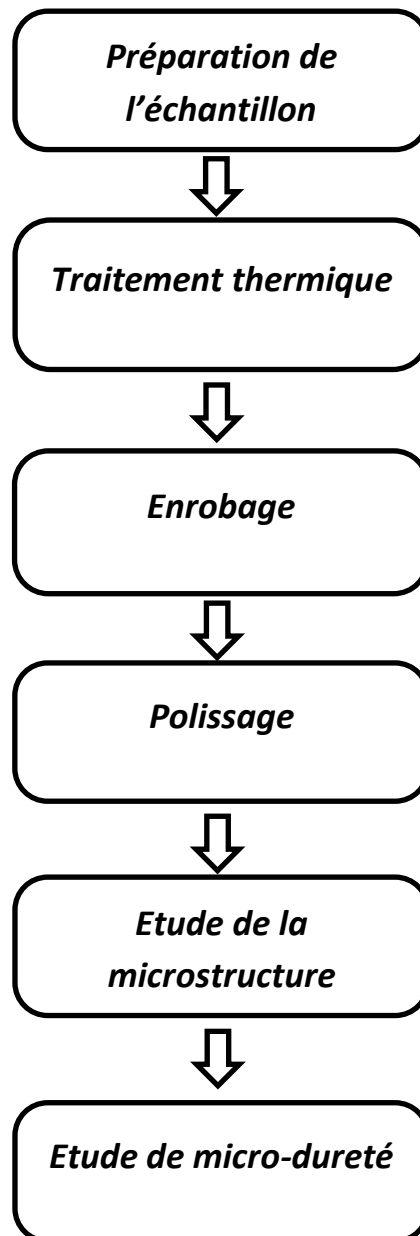


Figure III.1 : Procédure expérimentale effectuée.

2. Matériaux utilisés :

2.1. Alliage étudié :

Les échantillons d'alliage de titane utilisés lors de cette étude ont la composition chimique reportée dans le **Tableau III.1** :

Elément	Al	V	Fe	O2	N2	C	H	Impureté (chacun)	Somme des impuretés
%min	5,50	3,50	-	-	-	-	-	-	-
%max	6,75	4,50	0,30	0,20	0,03	0,08	150ppm	0,10	0,40

Tableau III.1 : Composition chimique de l'alliage TA6V.

2.2. L'élaboration des échantillons :

Des échantillons ont été destinés à la caractérisation microstructurale sous forme rectangulaire : **A, B, C** et **D** comme indique le tableau suivant :

<i>L'échantillon</i>	<i>La température du traitement</i>	<i>Le temps de traitement</i>
<i>A</i>	<i>800 °C</i> <i>(Trempe)</i>	<i>1 Heure</i>
<i>B</i>		<i>3 Heures</i>
<i>C</i>		<i>5 Heures</i>
<i>D</i>	<i>940 °C</i> <i>(Refroidissement à l'air)</i>	<i>4 Heures</i>

Tableau III.2 : Les échantillons et ses traitements thermiques.

2.3. Traitement thermique :

Le traitement thermique des échantillons s'est effectué dans un four à résistance électrique (**Figure III.2**) :



Figure III.2 : Four à résistance électrique, de 1200°C

Pour l'étude microstructurale de cet alliage on a fait le traitement thermique de revenu à des températures : **800°C** (1 Heure, 3 Heures, 5 Heures), **940°C** (4 Heures). Puis on fait un refroidissement à l'air pour l'échantillon **D**, et une trempe pour **A, B, C**.

La trempe a été faite dans un bain d'eau. Le traitement effectué pour notre étude est schématisé dans la **Figure III.3** :

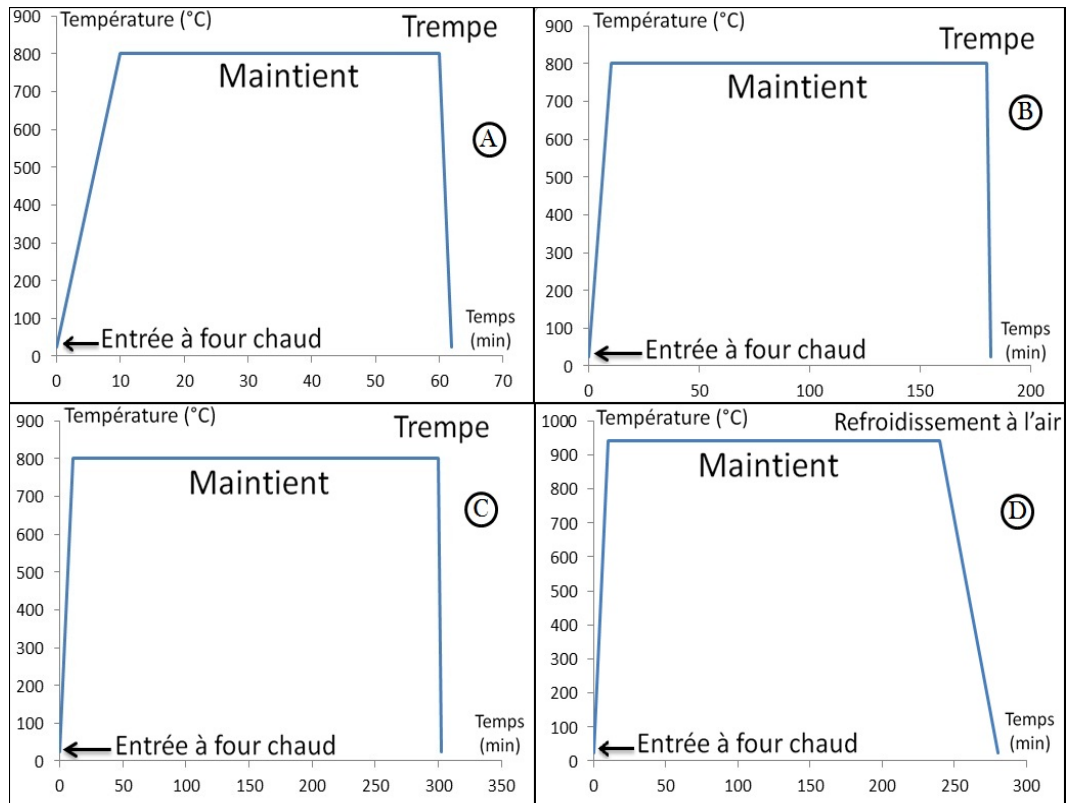


Figure III.3 : Le traitement thermique effectué.

2.4. Préparation métallographique :

2.4.1. Enrobage :

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation par la microscopie. Il consiste à mettre les échantillons dans des petits moules puis de remplir ces moules par une résine polymère qui après solidification piège l'échantillon. Nous avons utilisé l'enrobage à froid pour éviter toutes transformations et changements structuraux. (**Figure III.4**)

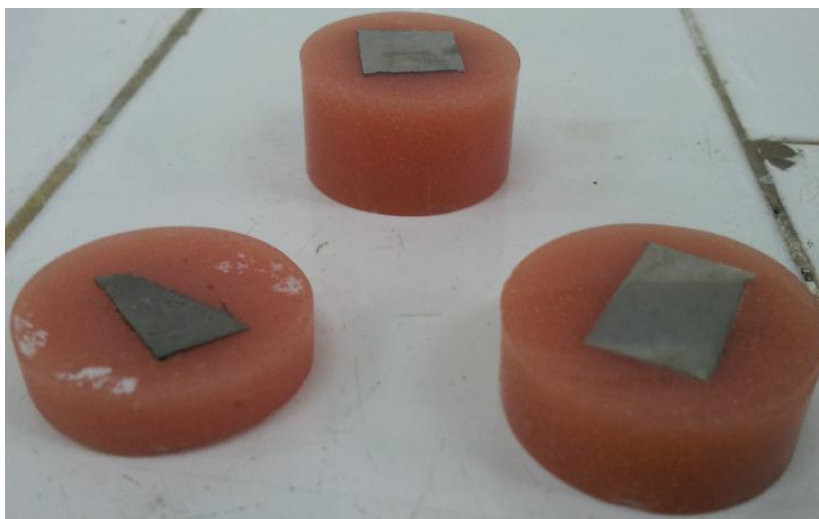


Figure III.4 : les échantillons de cette étude.

2.4.2. Polissage :

Le polissage a pour but principal l'obtention d'une surface plane et la qualité de surface miroir. Cette opération de polissage est effectuée en deux étapes :

- **Pré-polissage :**

Il se fait par frottement de l'échantillon, à l'aide de tout moyen approprié, par exemple sur des papiers abrasifs de granulométries de plus en plus fines. Dans le cas où des papiers abrasifs sont utilisés, ceux-ci doivent être fixés sur des disques tournant à une vitesse donnée ou sur des platines planes immobiles à l'aide d'une polisseuse (**Figure III.4**). L'échantillon étant alors frotté à la main sur les papiers. Le polissage se fait habituellement avec arrosage d'eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

Le polissage consiste à éliminer successivement les traces de polissage d'un papier d'une granulométrie donnée par de nouvelles suivantes. À chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit être lavé à l'eau et séché à l'air comprimé. De plus, lors du polissage manuel, à chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit subir une rotation de 90° de façon à ce que les nouvelles raies de polissage soient perpendiculaires aux raies précédentes.



Figure III.5 : Polisseuse utilisée.

- **Polissage de finition :**

Après avoir terminé l'opération de pré-polissage nous avons fait subir aux échantillons un polissage de finition. Cette opération permet d'améliorer davantage l'état de surface en utilisant des feutres imbibés de suspensions d'alumine diluées dans l'eau. La granulométrie de la poudre d'alumine utilisée est de $0,05 \mu\text{m}$. La *Figure III.6* représente la polisseuse utilisée pour le polissage de finition avec une vitesse maximale de rotation de 400 tours/mn.



Figure III.6 : Polisseuse de finition utilisée de type « MECAPOL P300 ».

2.4.3.L'attaque chimique :

Elle vient après le polissage de finition, elle permet de révéler les phases existantes au niveau de la microstructure de l'alliage. Une fois que les surfaces des échantillons sont polies (état miroir), on procède à l'attaque chimique, la solution d'attaque défère d'un alliage à l'autre. Dans le cas de notre alliage **TA6V** on utilise l'un des réactifs suivants :

- *Composition chimique 1 (temps d'attaque de 3 min) :*
HF (50%) : 4 ml, HNO₃ (69%) : 8 ml, H₂O : 500 ml.
- *Composition chimique 2 (temps d'attaque de 12 secs) :*
HF (50%) : 10 ml, HNO₃ (69%) : 5 ml, H₂O : 85 ml.

- La composition chimique 2 est celle qui a été utilisée cette étude. Pour la préparation de la solution d'attaque, l'utilisation des acides très concentrés est très dangereuse, il faut utiliser des moyens de protections, dans une espace aéré.

2.5. Observation microscopique :

Pour l'étude de la structure, nous avons utilisé un microscope optique muni d'un logiciel d'analyse qui permet de lire, de traiter et de sauvegarder les images sur le micro-ordinateur. L'avantage de ce microscope optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Il est relié à un micro-ordinateur pour le traitement de l'image.

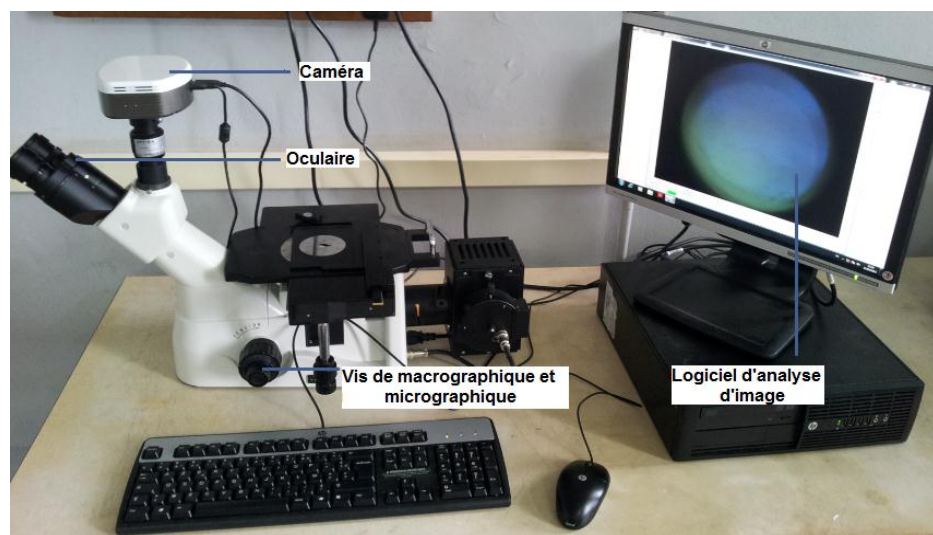


Figure III.6 : Microscope optique (ENP, laboratoire de métallurgie).

2.6. Essai de dureté et de micro-dureté (Vickers) :

2.6.1. La dureté :

La mesure de la dureté correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. La dureté est alors une propriété mécanique complexe et difficile à interpréter, qui dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration [17].

Les essais de dureté réalisés sur les échantillons figurants dans le (*Tableau III.2*).

2.6.2. La micro-dureté :

La micro-dureté est une l'une des propriétés mécaniques qui caractérisent les matériaux. Elle exprime la résistance d'un matériau soumis à une déformation plastique localisée.

L'essai de micro-dureté est réalisé à l'aide du micro-duromètre (*Figure III.7*), le principe est de mesurer les diagonales des empreintes laissées par un cône, et avec une charge de 100g (*Figure III.8*). La dureté Vickers par la mesure de la moyenne des diagonales, à l'aide de la formule suivante [17]:

$$HV = 1,8544 \cdot 10^3 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Tel que :

D (µm) : La moyenne des diagonales.

F : La force appliquée en Kilo-Newton



Figure III.7 : Micro-duromètre de type « SHIMADZU HMV-M3 ».

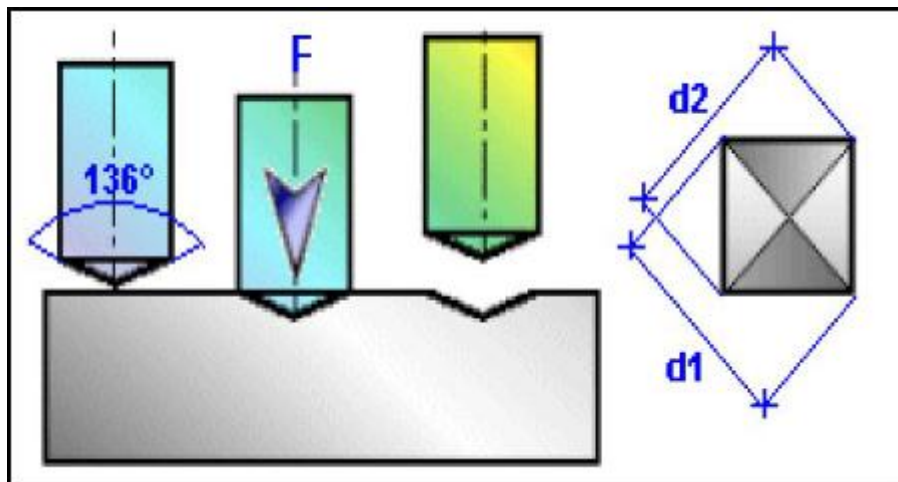


Figure III.8 : Dimensions de l'empreinte selon l'essai de la dureté Vickers.

CHAPITRE IV :
Résultats et
Interprétation

1. Introduction :

Dans ce chapitre nous présenterons l'analyse chimique des échantillons élaborés, la caractérisation métallographique par microscope optique ainsi que la micro-dureté avec les interprétations des résultats obtenus. Les différents résultats seront interprétés en relation avec d'autres travaux et informations recueillies dans la bibliographie.

2. Analyse microstructurale :

En fonction du mode opératoire et des techniques expérimentales effectuées dans cette partie, cette analyse se fait en trois étapes :

- L'analyse de l'échantillon brut de l'alliage.
- L'analyse des échantillons traités à **800°C** (1H, 3H, 5H).
- L'analyse de l'échantillon traité à **940°C** (4H).

On a pris ces températures car on peut voir la transformation des phases α et β plus clair que d'autres températures (d'après le diagramme d'équilibre) [5].

➤ **Échantillon à l'état brut :**

La **Figure IV.1** représente l'échantillon de base «TA6V» à l'état brut. On rappelle que cet échantillon de base n'a pas été élaboré de la même façon que les quatre échantillons étudiés.

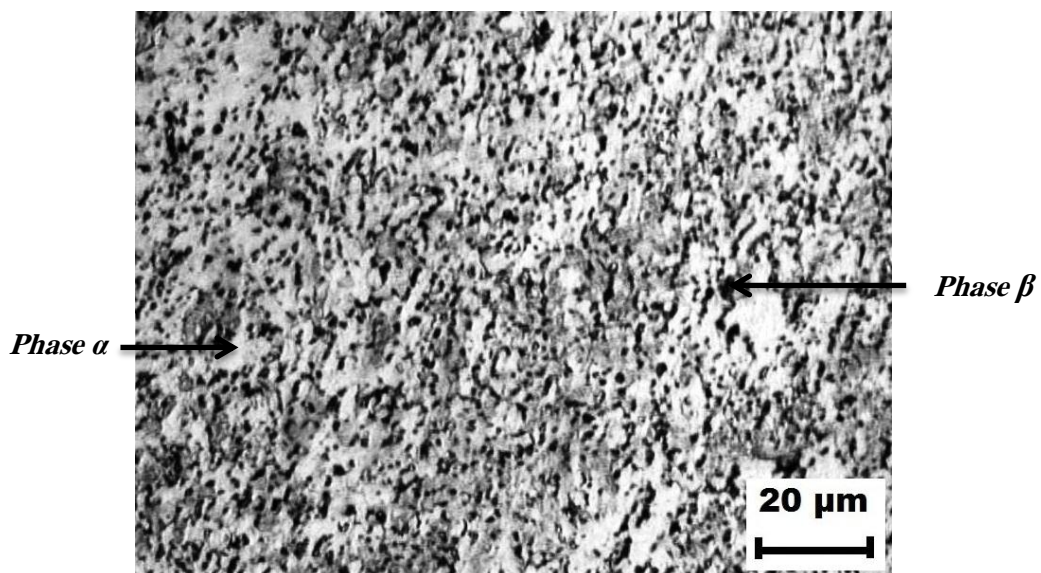


Figure IV.1.a : Microstructure de L'alliage « TA6V » à l'état brut.

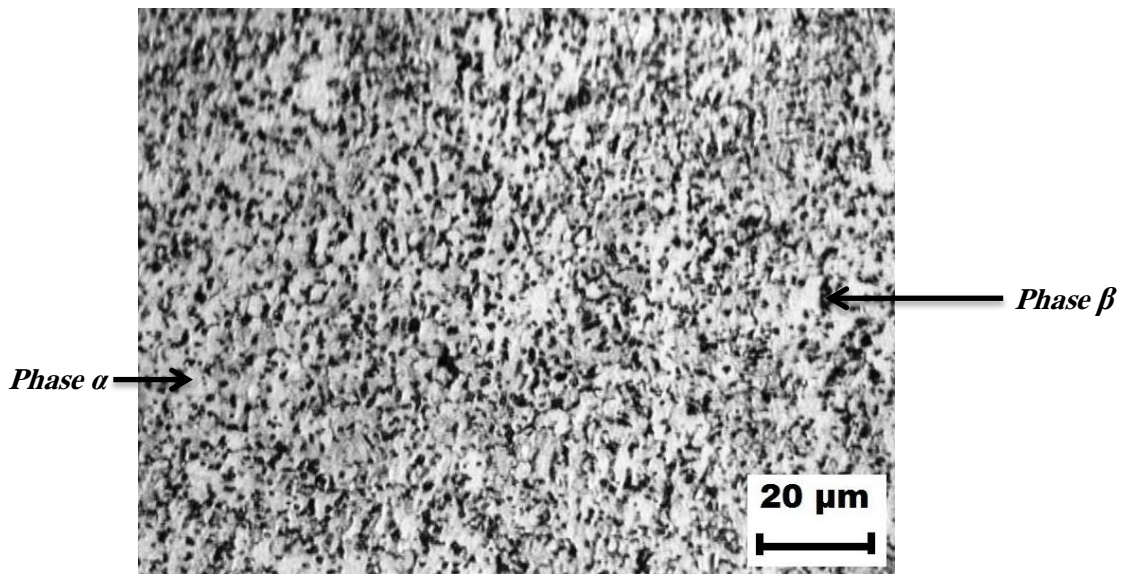


Figure IV.1.b : Microstructure de L'alliage « TA6V » à l'état brut.

La microstructure de l'alliage TA6V est composée de deux phases : α (blanc) et β (noir) puisqu'il est un alliage de type $\alpha+\beta$, à l'état brut de cet alliage (Figure IV.1), on voit des grains α un peu allongés et granulaire β [13].

➤ **Échantillons traités à 800°C :**

La Figure IV.2 représente les échantillons de TA6V traité à 800°C :

○ **Traitement de 1 Heure :**

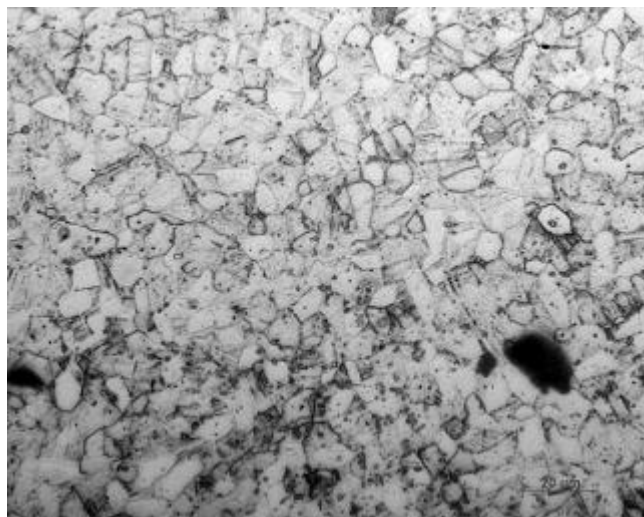


Figure IV.2.a : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 800°C pour une heure.

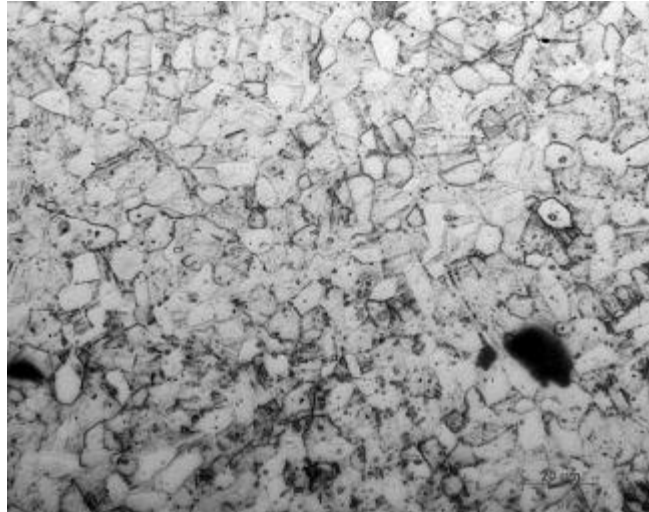


Figure IV.2.b : Microstructure de L'échantillon de TA6V
traité à 800°C pour une heure.

La **Figure IV.2** présente une microstructure qui montre une phase α équiaxe et une phase β granulaire. On voit aussi des colonies de lamelles α se sont formées au niveau du grain β . Aussi, on peut les trouver au niveau des lacunes, les dislocations ou dans les imperfections de la microstructure sous forme des précipités grossiers et espacés [5].

Le schéma suivant présente comment se forment ces lamelles :

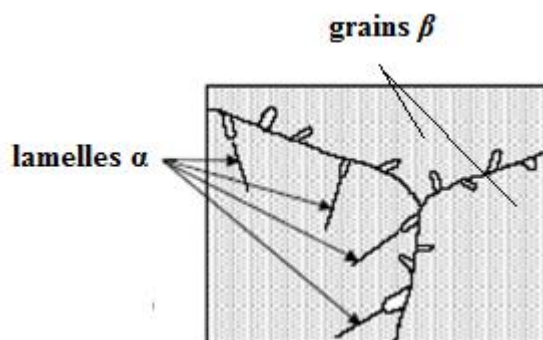
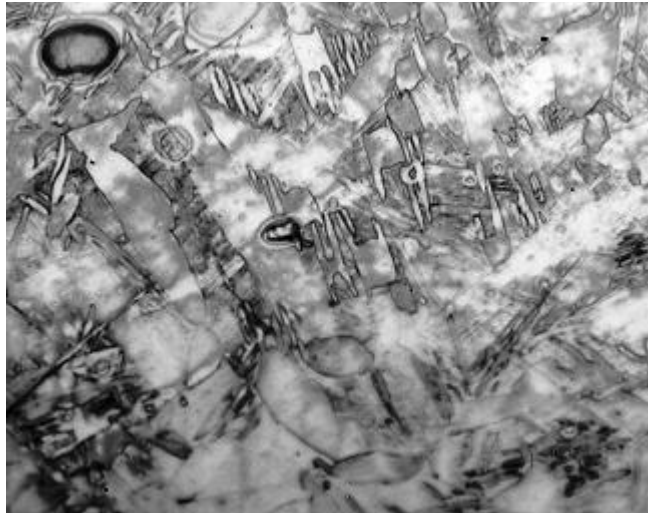
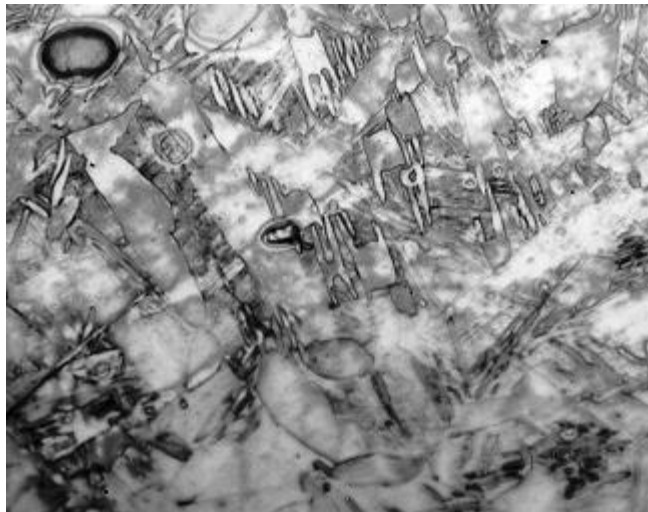


Figure IV.2.b' : des colonies de lamelles α séparées
par une phase β

- **Traitement de 3 Heures :**



*Figure IV.2.c : Microstructure de L'échantillon de TA6V
traité à 800°C pour trois heures.*



*Figure IV.2.d : Microstructure de L'échantillon de TA6V
traité à 800°C pour trois heures.*

Les micrographies révèlent une microstructure biphasée lamellaire composée de colonies de lamelles d'orientations différentes. Et comme l'échantillon précédent on voit qu'il existe deux phases α et β et la phase β contient des lamelles α (gris) un peu plus grandes que celles de l'échantillon précédent.

○ **Traitement de 5 Heures :**

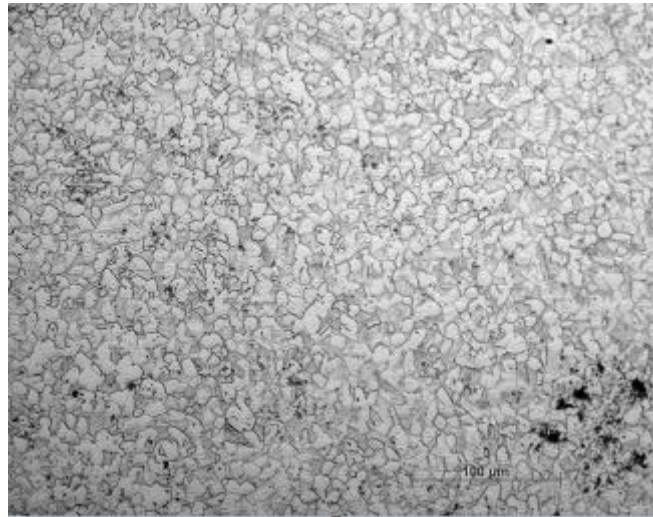


Figure IV.2.e : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 800°C pour cinq heures.

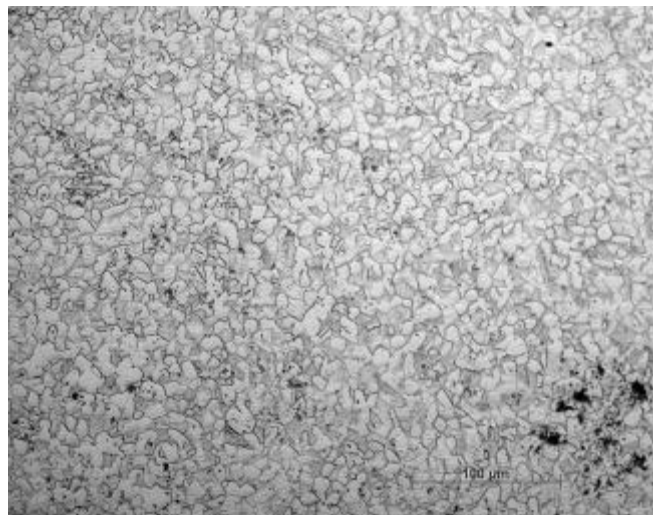


Figure IV.2.f : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 800°C pour cinq heures.

La microstructure dans la *Figure IV.2.e* et *f* présent les deux phases de l'alliage TA6V où les lamelles α s'agrandissent et forment des germes dans la phase β , au ce niveau-là, on peut voir ces lamelles [5].

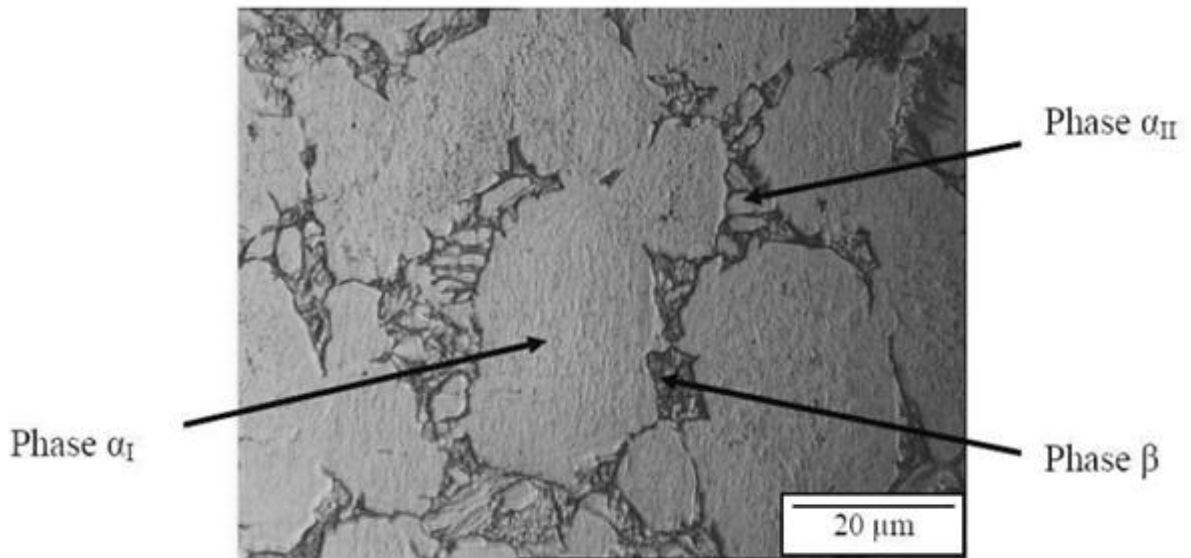


Figure IV.2.h : Microstructure du TA6V explique la structure biphasé de cette alliage [5]

➤ **Échantillon traité à 940°C :**

La **Figure IV.3** représente les échantillons de TA6V traité à 940°C :

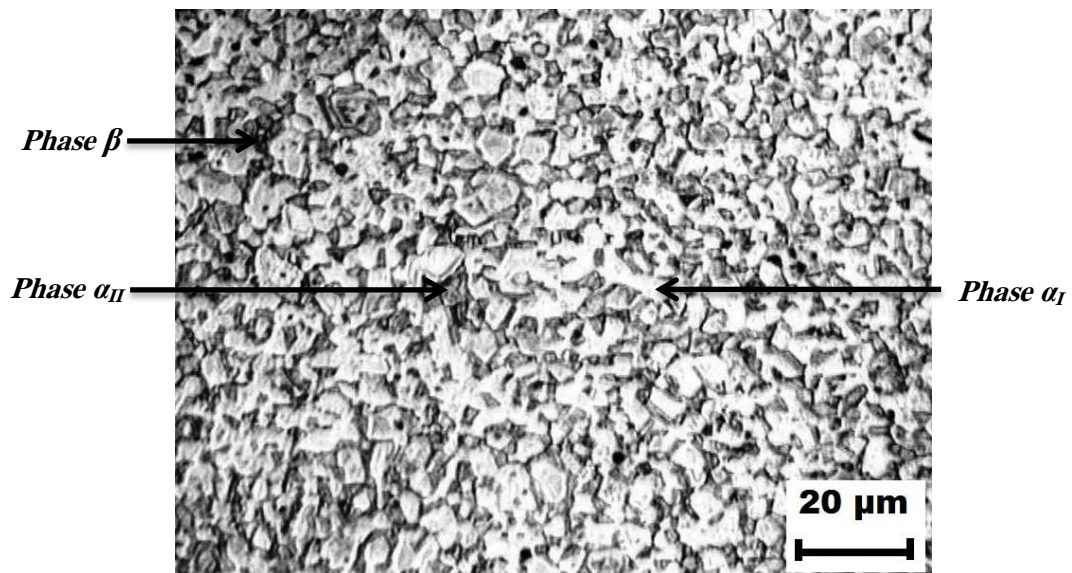


Figure IV.3.a : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 940°C pour quatre heures (milieu).

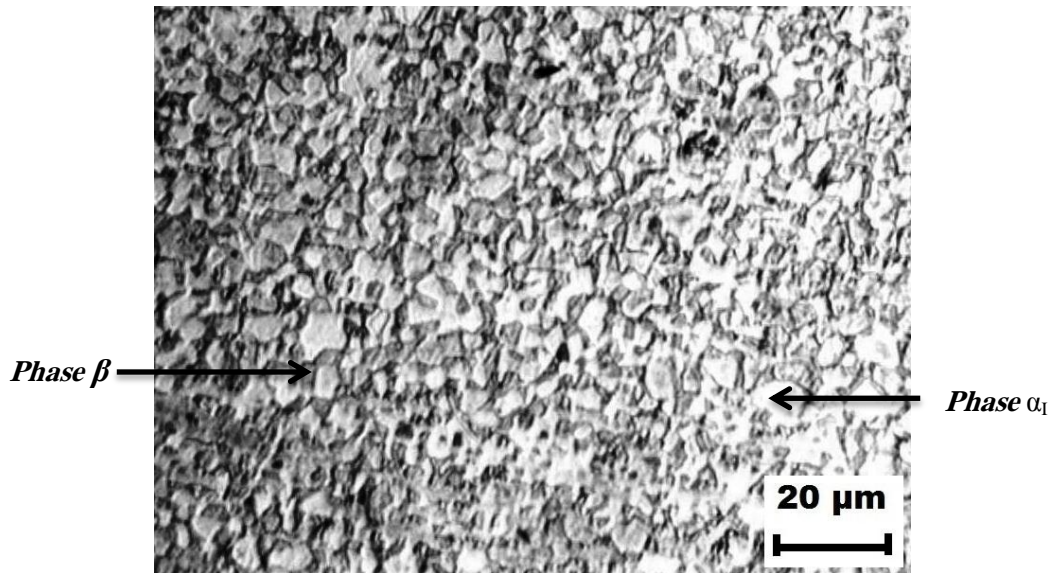


Figure IV.3.b : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 940°C pour quatre heures (gauche).

Dans ce cas on a augmenté la température jusqu'à 940°C, ce qui rend les lamelles α très grandes (d'après le diagramme d'équilibre de TA6V) et donc la phase $\alpha = \alpha_I + \alpha_{II}$ qui est plus grande que la phase β .

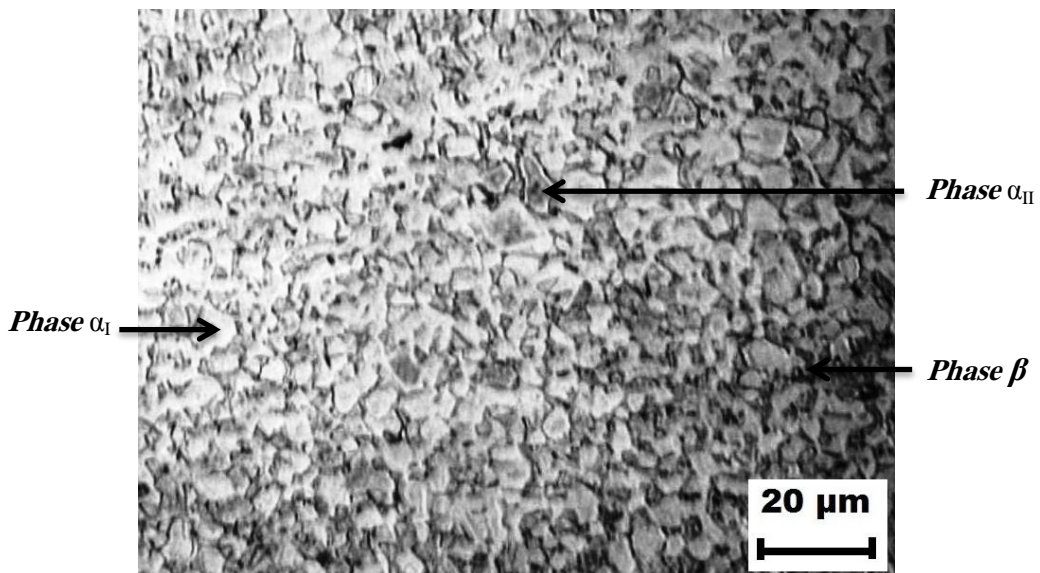


Figure IV.3.c : Microstructure de L'échantillon de TA6V traité à 940°C pour quatre heures (droite).

Les micrographies révèlent une microstructure biphasée lamellaire composée de colonies de lamelles d'orientations différentes. Cette structure particulière est dite de type **Widmanstätten** avec des colonies de lamelles de phase α (en blanc) séparées par une phase β (en noir). C'est un refroidissement lent dans la région biphasée ($\alpha+\beta$) qui a permis la nucléation de la phase α à partir des joints de grains de la phase β et sa croissance sous forme de lamelles. La **Figure IV.3.d** schématise la formation de cette structure Widmanstätten dans le TA6V :

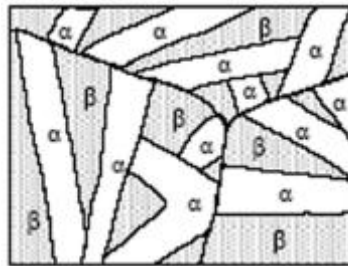


Figure IV.3.d : la formation de la structure Widmanstätten dans le TA6V.

3. Interprétation globale :

On retrouve typiquement les résultats schématisés sur la **Figure IV.4** d'un grain β à l'intérieur duquel des colonies de lamelles α se sont formées. Pour la température **940°C** les grandeurs caractéristiques (pourcentage des phases α et β , taille de grain) des deux phases sont les suivantes : **83%** de phase α , **17%** de phase β . Les proportions des deux phases ont été déterminées par une technique d'analyse d'image (**imageJ**). Cette analyse est faite à l'aide d'un microscope électronique à balayage couplé à une caméra qui transmet les images numérisées à un ordinateur. L'image de la microstructure est alors traitée pour améliorer le contraste entre les phases. On calcule ensuite le pourcentage de phase présente en fonction des nuances de couleurs.

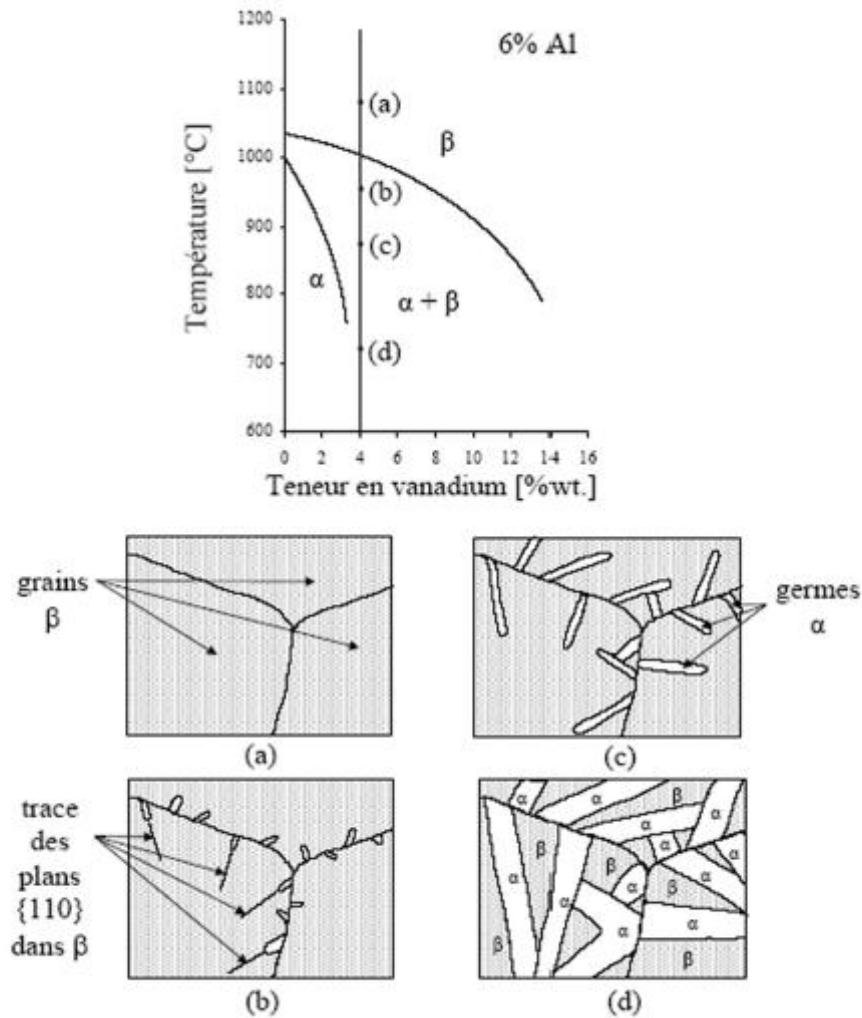


Figure IV.4 : Illustration de la formation de la structure

Widmanstätten dans l'alliage TA6V [5].

Au cours du traitement, l'alliage de titane a subi les processus suivants :

- Changements des grains et des microstructures.
- Changements de la composition des phases et la morphologie des particules du composant.
- Changement du taux de phase α et β (phase α augmente puisqu'elle se crée à partir des joints de grains de la phase β).

4. Résultats de la micro-dureté :

L'essai de micro-dureté a été effectué sur les quatre échantillons élaborés ainsi que sur l'échantillon brut. Afin d'étudier l'influence des traitements thermiques sur l'évolution de la micro-dureté des différents échantillons, celle-ci a été réalisée après les traitements thermiques. Le **Tableau IV.1** représente les résultats de l'essai de micro-dureté.

Les valeurs obtenues sont aussi représentées dans un histogramme dans la **Figure IV.5**

	Empreinte 1	Empreinte 2	Empreinte 3	Hvmoy
Brute	269.5	271	270.6	270.366667
1 Heure (800°C)	277.1	277.3	277.9	277.433333
3 Heures (800°C)	278.1	278.5	278.3	278.3
5 Heures (800°C)	279	279.5	279.2	279.233333
4 Heures (940°C)	290.2	288.6	289.8	289.533333

Tableau IV.1 : *Micro-dureté des différents échantillons.*

D'après les résultats obtenus, on remarque que les valeurs de la micro-dureté augmentent après le traitement thermique pour les échantillons élaborés.

On voit aussi que les valeurs de la micro-dureté augmentent avec l'augmentation de la température du traitement thermique.

Il est aussi clair que la dureté augmente aussi avec l'augmentation de la durée du traitement.

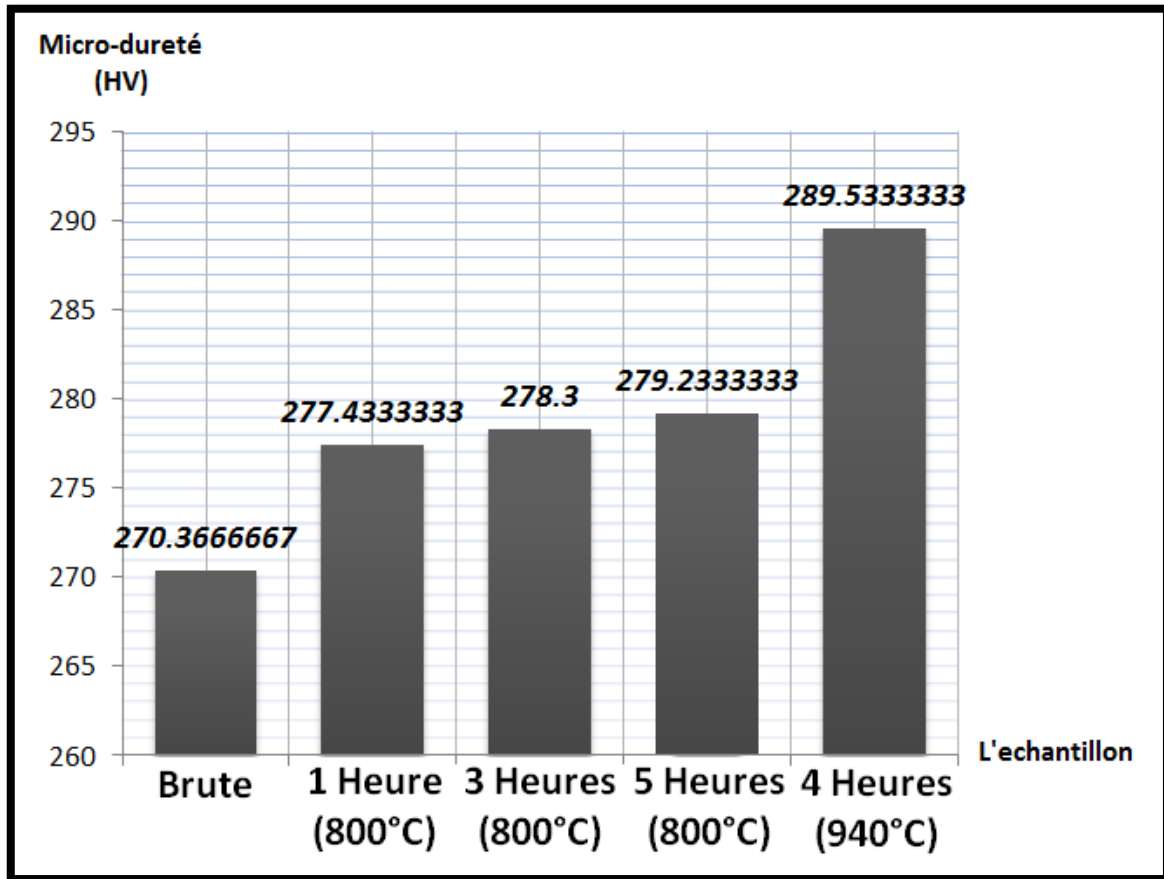


Figure IV.5 : Histogramme représentant l'évolution de la micro-dureté (HV) en fonction de la durée et température du traitement.

On remarque aussi que la dureté diminue lorsqu'on augmente la vitesse de refroidissement (respectivement dans l'air, et dans l'eau). Cette augmentation est due à la possibilité d'activation d'un phénomène de précipitation au cours du refroidissement pendant le passage par des températures, il est connu que les précipités constituent une barrière stoppant le glissement des plans lors de la déformation appliquée par le pénétrateur du duromètre ou du micro-duromètre.

Il est visible que la dureté après trempe et la dureté finale évolue avec la température de trempe et la durée du revenu. D'autre part, on se rend compte du type des alliages par la rapidité et l'amplitude de la réponse au traitement thermique. En effet, les alliages $\alpha + \beta$ (TA6V dans notre cas) répondent rapidement mais de façon limitée ; à l'inverse, les alliages β répondent très lentement mais de manière plus large.

Il a été établi par ailleurs que la réaction de durcissement se produisait dès la trempe (par un mécanisme d'auto revenu) l'élévation de la température de maintien se traduit par la formation de quantités croissantes de phase β de moins en moins stable. [5].

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GÉNÉRALE :

Le titane et ses alliages présentent une variété importante de morphologie et une proportion de phases en présence très différente. L'un de ces alliages est le TA6V qui est le plus couramment utilisé.

L'objectif principal de notre travail consiste à étudier l'effet du traitement thermique sur la microstructure et la dureté de l'alliage de titane TA6V. Aussi, distinguer les microstructures possibles de cet alliage.

A l'issue de ce modeste travail, nous avons pu mettre en relief les points fondamentaux suivants :

- Les micrographies révèlent une microstructure biphasée lamellaire composée de colonies de lamelles d'orientations différentes.
- La microstructure est composée de colonies de lamelles de phase α séparées par une phase β , la phase α est prépondérante, de l'ordre de 80%.
- Le refroidissement lent dans la région biphasée ($\alpha + \beta$) permis la nucléation de la phase α à partir des joints de grains de la phase β et sa croissance sous forme de lamelles.
- Le traitement thermique, permet d'améliorer davantage la caractéristique de dureté qui est améliorée avec l'augmentation de la température et la durée du traitement thermique.

Comme perspectives, il serait intéressant d'étudier d'autres compromis entre la température et la durée du traitement thermique à appliquer. Aussi, la réalisation de l'élaboration de ce type d'alliages sous vide ou sous atmosphère contrôlée donnerait vraisemblablement de meilleurs résultats.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES :

- [1]. **Combres Y.** Propriétés du titane et de ses alliages Traité matériaux métalliques, 1999.
- [2]. **Balasubramanian S, Anand L.** Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high homologous temperatures : application to titanium. Acta Mater, 2002, pp :133-148.
- [3]. **S.J. Wiskel, W.Y. YOUDELIS et J.G. PARR,** Alpha-beta transformation in titanium/Trans. AIME (USA) 215, pp.875-881, oct. 1959.
- [4]. **J.W. Glen, S.F. PUGH,** The effect of phase transformations on the orientation of zirconium crystals. Acta Metal. (USA), pp.520, 1954.
- [5]. **Combres Y.** Traitements thermiques des alliages de titane, 1995.
- [6]. **G. Broihanne** Fonderie et moulage du titane et des alliages de titane, Techniques de l'Ingénieur M 825, 1995.
- [7]. **E. Barra Rosa, P. Lehr,** Caractérisation générale du titane et de ses alliages, « groupe matériaux à haute résistance », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure de Techniques Avancées, 1977.
- [8]. **L.J. Bartlo,** Titanium alloys, Lesson 7 : Metallography of titanium alloys, Metals Engineering Institute, American Society for Metals, Ed. H.D. KESSLER, 1968.
- [9]. **R. Castro, L. Seraphin,** Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V, mémoires scientifiques revue de métallurgie, 1966.
- [10]. **Combres Y. B. CHAMPIN,** La transformation des alliages de titane, Matériaux et techniques, Mai-juin 1991.
- [11]. **B. Hocheid, R. KLIMA, C. BEAUVAIS, M. RAPIN, C. ROUX,** Contribution à l'étude des transformations de l'alliage de titane TA6V en conditions isothermes Mémoires Scientifiques Rev. Métallurg. LXVII, N°9, 1970.
- [12]. **M.K. McQuillan,** Phase transformation in titanium and its alloys, Metal. Reviews (GB) 8, no 29, pp.41-104, 1963.
- [13]. **Handbook titanium,** Military handbook titanium and titanium alloys. MIL-DBK-697 A, 1974.
- [14]. **R. CASTRO, L. SERAPHIN,** Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V, mémoires scientifiques revue de métallurgie, 1966.
- [15]. **F. LE MAITRE,** Etude des transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane TA6V, Mémoires et Etudes scientifiques, Revue de Métallurgie LXVII n°9, pp.563 -574, 1970.

- [16]. **R. TRICOT**, Thermo-mecanical Treatments of Titanium Alloys, Proc. 6th World Conf. On Titanium, Cannes, France, Juin 1988.
- [17]. **D. FRANÇOIS**.Essais mécaniques des métaux - Essais de dureté. Technique de l'ingénieur, Ref M 4160 (2005).