

# Traitements thermiques des alliages de titane

par **Yves COMBRES**

*Ingénieur Civil des Mines, Docteur en Science et Génie des Matériaux  
Ingénieur de Recherches à CEZUS*

et **Bernard CHAMPIN**

*Ingénieur Civil des Mines, Docteur ès Sciences  
Directeur Recherches et Développement à CEZUS*

<b>1. Rôle des traitements thermiques</b> .....	M 1 335 - 2
1.1 Objectifs des traitements thermiques.....	— 2
1.2 Situation des traitements thermiques dans la gamme de fabrication....	— 2
<b>2. Métallurgie du titane</b> .....	— 2
2.1 Phases rencontrées dans les alliages de titane.....	— 2
2.2 Transformation de phase .....	— 5
2.3 Morphologies des alliages de titane .....	— 6
<b>3. Bases des traitements thermiques</b> .....	— 9
3.1 Effet d'un traitement thermique sur la microstructure.....	— 9
3.2 Les deux principes des traitements thermiques des alliages de titane ..	— 9
3.3 Durcissement des alliages de titane .....	— 9
3.4 Choix des traitements thermiques .....	— 11
<b>4. Traitements de durcissement</b> .....	— 12
4.1 Chauffage avant trempe et revenu (mise en solution) .....	— 12
4.2 Traitements divers .....	— 13
<b>5. Traitements d'adoucissement</b> .....	— 15
5.1 Détente des contraintes .....	— 15
5.2 Recuit .....	— 15
5.3 Sur-revenu .....	— 16
<b>6. Augmentation sélective des propriétés</b> .....	— 16
6.1 Ténacité .....	— 17
6.2 Résistance à la fatigue.....	— 17
6.3 Fluage .....	— 17
6.4 Microstructures en collier .....	— 17
6.5 Corrosion sous contrainte.....	— 17
6.6 Usure et grippage .....	— 18
6.7 Traitements sur pièces moulées.....	— 18
6.8 Traitements après soudage .....	— 18
<b>7. Précautions à prendre lors des traitements thermiques</b> .....	— 18
7.1 Paramètres thermophysiques .....	— 18
7.2 Homogénéisation des produits .....	— 19
7.3 Choix et réglage des fours .....	— 19
7.4 Déformations .....	— 20
7.5 Contamination .....	— 20
7.6 Fragilisation.....	— 21
<b>8. Conclusion</b> .....	— 22
<b>Pour en savoir plus</b> .....	Doc. M 1 335

L'élément titane, Ti dans la classification périodique des éléments, a été découvert en 1790. Cependant, la difficulté de sa métallurgie extractive n'a permis un démarrage industriel que dans les années 50. Le titane et ses alliages présentent des caractéristiques attrayantes (densité faible, bonne tenue à la corrosion, caractéristiques mécaniques élevées, transformation par les procédés conventionnels, amagnétisme...).

Le titane et ses alliages sont principalement utilisés dans les industries chimiques et aéronautiques. Ils ont aussi d'importantes applications dans le secteur médical à cause de la biocompatibilité et des modules d'Young pouvant être assez bas (70 GPa) et assez proches de celui des tissus osseux. Dans les étapes de mise en œuvre du titane et de ses alliages les traitements thermiques tiennent une place tout à fait prépondérante.

Le lecteur se reportera utilement aux articles du traité Matériaux métalliques :

- Propriétés du titane et de ses alliages [36] ;
- Mise en forme des alliages de titane [37].

## 1. Rôle des traitements thermiques

Avant d'aborder en détail les principes des traitements thermiques des alliages de titane, il paraît utile d'introduire le plan adopté ici, en considérant tout d'abord les objectifs recherchés et, par voie de conséquence, les différents types de traitements envisagés.

En parallèle, il est bon de situer les traitements thermiques dans la gamme de mise en œuvre des alliages de titane, et surtout leur importance relativement aux autres étapes de fabrication, notamment aux traitements thermomécaniques, non développés ici, et dont l'influence sur les microstructures, donc les propriétés mécaniques, est grande.

### 1.1 Objectifs des traitements thermiques

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

- 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 (§ 4) ;
- traitements d'adoucissement, pour faciliter la mise en forme et améliorer la stabilité dimensionnelle ou structurale (§ 5) ;
- traitements d'amélioration spécifique de certaines propriétés d'emploi (ténacité, fatigue, fluage, corrosion sous contrainte, usure et grippage), pour répondre aux exigences de sécurité (§ 6).

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 (§ 2) et par un aperçu global des principes des traitements thermiques des alliages de titane et de leurs applications (§ 3).

### 1.2 Situation des traitements thermiques dans la gamme de fabrication

Il convient de souligner deux particularités notoires de la transformation de phase du titane, qui sont en opposition avec la métallurgie classique des aciers :

- son caractère généralement faiblement durcissant ;

- son effet mémoire particulièrement fort (hérité structural).

Ces points seront développés plus loin, mais on doit les garder à l'esprit lorsque l'on parle de traitements thermiques des alliages de titane. Ils ont généralement pour conséquence que les traitements thermiques ne modifient pas, dans de grandes proportions, les propriétés du métal pour la plus grande partie des alliages existants : en particulier, ils ne permettent pas d'effacer totalement l'hérité des étapes antérieures de la fabrication d'où l'importance du choix de la gamme thermomécanique.

Il s'ensuit que l'étape de traitement thermique est, le plus souvent, placée à la fin de la mise en œuvre des alliages de titane, sur pièce finie ou presque, ce qui impose de prendre un certain nombre de précautions, essentiellement contre la contamination et les distorsions (§ 7).

## 2. Métallurgie du titane

Le titane et ses alliages présentent une variété importante de phases en présence et de morphologies. Les propriétés d'emploi y sont fortement reliées. Avant d'aller plus loin dans l'étude des traitements thermiques, il convient de présenter quelques éléments fondamentaux de la métallurgie du titane.

### 2.1 Phases rencontrées dans les alliages de titane

Nous allons tout d'abord décrire les phases généralement présentes dans le cas du titane pur [6] représentatif, ainsi que les outils disponibles pour prévoir leur évolution avec les éléments d'addition ; cela nous amènera à rappeler la classification traditionnelle des alliages de titane. Enfin, nous citerons rapidement quelques phases particulières qui, bien que plus rares, peuvent prendre une grande importance.

#### 2.1.1 Titane pur

Au-dessus de 882 °C, et jusqu'à sa température de fusion (1 670 °C), le titane pur présente la structure stable à haute température, cubique centrée (0,332 nm de paramètre cristallin), qui est appelée phase  $\beta$  (figure 1).

Au-dessous de 882 °C et donc au voisinage de l’ambiante, il a une structure hexagonale pseudo-compacte (appelée phase  $\alpha$ ), de paramètres  $a = 0,295 \text{ nm}$  et  $c = 0,468 \text{ nm}$ ; il s’ensuit que le rapport  $c/a$ , égal à 1,587, est notablement inférieur à la valeur théorique de 1,633 relative à la structure hexagonale compacte classique. La température de transition  $\beta \rightarrow \alpha$  est appelée transus  $\beta$  ( $T\beta$ ).

Par rapport aux autres métaux hexagonaux, tels que le zinc ( $c/a = 1,86$ ) ou le magnésium ( $c/a = 1,624$ ), le plan de base de la maille perd ainsi son privilège de plan atomique de plus grande densité, au profit des faces du prisme ou des plans pyramidaux (selon les éléments d’alliage). La multiplicité des plans de glissement ou de maclage qui en résulte explique la ductilité relativement importante du titane par rapport aux autres métaux hexagonaux.

**2.1.2 Effet des éléments d’alliage**

Dans le domaine de composition qui est habituellement utilisé pour les alliages de titane, les modifications apportées par les éléments d’addition se limitent, dans la majorité des cas, à un simple déplacement des domaines d’existence des deux phases précédemment décrites (ainsi qu’à une légère modification des paramètres des réseaux [33]). Il est intéressant de rappeler l’utilité des diagrammes de phases et la classification traditionnelle qui en découle. De plus, nous décrirons rapidement quatre phases qui peuvent apparaître dans les alliages de titane dans des conditions particulières.

**2.1.3 Diagrammes d’équilibre**

Pour servir de base à leurs raisonnements, prévisions ou comparaisons relatifs aux traitements thermiques des alliages de titane, les métallurgistes utilisent généralement une série de diagrammes.

Les diagrammes binaires [7] [8] [9] [10] [11] [12] ou ternaires [11] [12] trouvés dans la littérature permettent, en première approximation, une prévision de ces différentes actions [33].

Les diagrammes Ti-Al, Ti-Bi, Ti-Mo, Ti-O et Ti-Zr sont décrits dans *Diagrammes d’équilibre, Alliages binaires* de [34].

Cependant, outre que ces diagrammes sont rares, ils sont souvent imprécis, par exemple sur l’origine analytique et structurale du métal utilisé. Or, les impuretés, comme l’oxygène et le fer, ont un effet prononcé sur les phases présentes dans les alliages de titane et sur leurs évolutions thermiques. Il en est de même de l’état initial, du fait de l’héritité structurale que présente le titane.

Pour les alliages industriels, on peut raisonner d’une façon simplifiée sur un diagramme pseudo-binaire (figure 2), où l’on a confondu les effets des différents éléments alphas, d’une part, et bêtagènes, d’autre part.

**2.1.4 Différentes catégories d’alliages**

Le titane est souvent utilisé sous forme d’alliage. Les éléments d’addition stabilisent soit la phase  $\alpha$  (élément alphas), soit la phase  $\beta$  (élément bêtagène). Les éléments alphas augmentent la valeur de  $T\beta$ ; les éléments bêtagènes baissent cette dernière.

**Les éléments alphas** sont : l’aluminium (Al), l’oxygène (O), le carbone (C) et l’azote (N).

Parmi les **éléments bêtagènes**, on distingue :

- les éléments  $\beta$  isomorphes, miscibles en toutes proportions dans la phase  $\beta$  : l’hydrogène (H), le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le niobium (Nb) ;

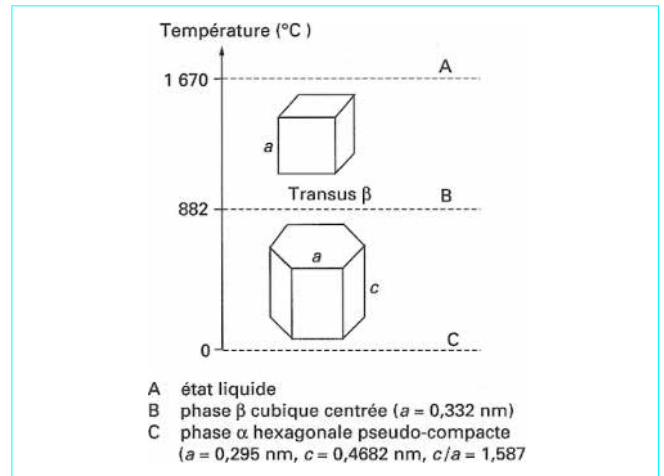


Figure 1 – Cristallographie du titane

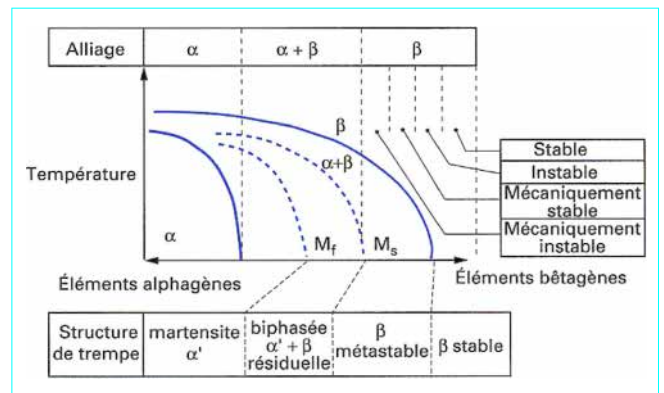


Figure 2 – Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane

— les éléments  $\beta$  eutectoïdes, pouvant former des précipités, tels que : le manganèse (Mn), le fer (Fe), le chrome (Cr), le silicium (Si), le nickel (Ni) et le cuivre (Cu). Enfin, certains éléments sont qualifiés de neutres, tels que le zirconium (Zr) et l’étain (Sn).

Outre leur action sur les équilibres thermodynamiques, les éléments d’addition :

- ont une influence propre sur les propriétés des phases (par effet de solution solide d’insertion ou de substitution) ;
- conditionnent la cinétique de transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  (création d’états métastables à évolution plus ou moins lente).

Les éléments d’addition vont donc stabiliser les phases  $\alpha$  ou  $\beta$  en plus ou moindre grande quantité à la température ambiante. Les effets des éléments alphas et bêtagènes étant approximativement additifs, on peut classer les différents alliages de titane en trois grandes familles selon leur proportion de phase  $\alpha$  et  $\beta$  retenue à la température ambiante.

Les alliages  $\alpha$  sont 100 %  $\alpha$  et les alliages  $\beta$ , 100 %  $\beta$ , à 20 °C. Les alliages  $\alpha + \beta$  sont donc mixtes. Cette dernière catégorie étant très vaste, on distingue trois sous-classes :

- les quasi- $\alpha$  (possédant très peu de phase  $\beta$  stable, et proches des alliages  $\alpha$ ) ;
- les  $\alpha + \beta$  proprement dits ;
- les quasi- $\beta$  (ou  $\beta$  métastables, possédant peu de phase  $\alpha$  et proches des alliages  $\beta$ ).

Dans ce qui suit, nous présenterons des résultats le plus souvent sur Ti-6%Al-4%V (TA6V en abrégé), alliage  $\alpha + \beta$  dont le transus est 1 000 °C, sur Ti-4,5%Al-5%Mo-1,5%Cr (TD5AC en abrégé), alliage  $\alpha + \beta$  lui aussi, mais « plus  $\beta$  » que le TA6V et dont le transus est 940 °C et sur Ti-5%Al-2%Sn-4%Zr-4%Mo-2%Cr-1%Fe ( $\beta$ -CEZ en abrégé), alliage  $\beta$  métastable dont le transus est 890 °C.

Les structures d'équilibre typiques ont été représentées schématiquement sur la figure 3 [5]. On a également indiqué la position des plus utilisés parmi les alliages industriels ainsi que l'effet de la structure sur les principales propriétés d'emploi des alliages de titane. On note, en particulier, l'effet du pourcentage de phase  $\beta$  sur la réponse au traitement thermique. De même, on a rassemblé dans le tableau 1 les principaux avantages et inconvénients des divers types d'alliages [13] [14].

Cependant, cette classification ne doit pas faire oublier qu'il peut exister des états hors équilibre :

- pour les compositions relativement pauvres en éléments bêta-gènes (dits faiblement stabilisés), on obtiendra soit la martensite hexagonale (appelée phase  $\alpha'$ ), soit une structure de type bainitique (dite en vannerie ou en lattes) où une faible diffusion des éléments interstitiels s'est produite perpendiculairement au plan des cisaillements qui ont servi de germe (figure 4) ;

- pour les compositions suffisamment riches (appelées fortement stabilisées), on pourra conserver la phase  $\beta$  à l'ambiante à l'état métastable (hypertrempée).

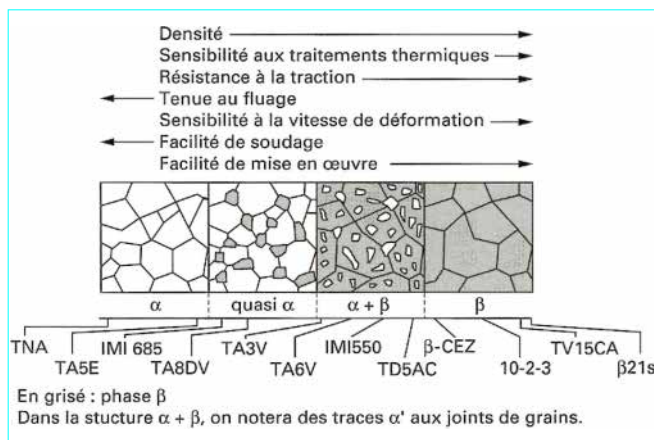


Figure 3 – Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane

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

Grossissement 30 000  
Micrographie obtenue par microscopie électronique en transmission



Figure 4 – Mécanisme de la transformation allotropique : cas de l'alliage TA6V. Microstructure de trempe de la phase  $\beta$

### 2.1.5 Nomenclature des différentes phases

Bien que les éléments d'addition ne donnent pas naissance, en général, à des phases nouvelles dans les alliages de titane, il faut répertorier l'ensemble des phases qu'il est possible de rencontrer.

Dans ce qui suit, nous ferons souvent référence aux termes suivants.

Phase  $\alpha$  (cf. § 2.1.1).

Phase  $\beta$  (cf. § 2.1.1).

Phase  $\beta$  métastable ( $\beta_m$ ) : phase  $\beta$  retenue à l'ambiante mais avec sa composition chimique haute température ; est susceptible de se transformer par traitement thermique ultérieur (en phase  $\alpha$ II à haute température et  $\omega$  à basse température).

Phase  $\beta$  stable ( $\beta_s$ ) : phase  $\beta$  retenue à l'ambiante stabilisée et impossible à transformer par traitement thermique.

Phase  $\beta$  transformée ( $\beta_t$ ) : décomposition de  $\beta$  par refroidissement lent en structure lamellaire  $\alpha + \beta$ .

Phase  $\alpha$  primaire ( $\alpha_I$ ) : phase  $\alpha$  présente à l'équilibre à haute température pendant le traitement thermique ou thermomécanique.

Phase  $\alpha$  secondaire ( $\alpha_{II}$ ) : phase  $\alpha$  résultant de la transformation de  $\beta_m$  ou  $\beta_t$  au cours de traitements thermiques.

Phase  $\alpha$  prime ( $\alpha'$ ) : phase hexagonale comme  $\alpha$ , mais ayant la même composition chimique que le  $\beta$  d'origine ; obtenue par trempe rapide de la phase  $\beta$ .

Phase  $\alpha$  seconde ( $\alpha''$ ) : phase orthorhombique, précipitant sous contrainte dans  $\beta_m$ .

Phase  $\alpha$  deux ( $\alpha_2$ ) : composé intermétallique de structure  $D0_{19}$  de type  $Ti_3Al$  [32].

Phase gamma ( $\gamma$ ) : composé intermétallique de structure  $L1_0$  de type  $TiAl$ .

Phase  $\omega$  ( $\omega$ ) : phase précipitant soit lors du refroidissement rapide de  $\beta_m$  ( $\omega$  athermique), soit au cours d'un traitement thermique ( $\omega$  isotherme).

■ Phase  $\omega$

Dans un domaine de températures compris entre 200 et 500 °C environ, la décomposition isotherme de la phase  $\beta$  de certains alliages (contenant, en particulier, des éléments de transition) conduit à des dureté et fragilité exceptionnellement élevées. Ce phénomène a été attribué à la formation transitoire, avant apparition de la phase  $\alpha$ , d'une phase initialement cohérente avec la matrice, invisible au microscope optique, appelée phase  $\omega$ .

La nature exacte et la structure de cette phase, étudiées par de nombreux auteurs dans divers systèmes, sont encore controversées. Cette phase a été décrite comme étant de maille cubique géante complexe (équivalente à 27 mailles  $\beta$ ), ou de maille orthorhombique, ou encore de maille hexagonale compacte ; dans ce cas, on a pu proposer :

$$c = 0,460 \text{ nm} \text{ et } a = 0,282 \text{ nm}, \text{ } c/a = 1,63$$

Elle se présente sous la forme de précipités nanométriques (figure 5).

La phase  $\omega$  peut également se former lors de la trempe à partir de la phase  $\beta$  ; c'est ce phénomène qui a conduit à sa découverte mais, dans ce cas-là, la détermination de sa structure cristalline est encore plus difficile.

■ Phase  $Ti_3Al$

C'est l'aboutissement d'une transformation ordre-désordre dans les alliages contenant de l'aluminium [15]. La phase  $Ti_3Al$  apparaît lors de maintiens prolongés dans un domaine de températures intermédiaire (450 à 700 °C). Elle est hexagonale, extrêmement durcissante, mais aussi très fragilisante. Son domaine de stabilité (et probablement ses paramètres) dépendent des teneurs en autres éléments (Sn, Zr, Mo) ou en impuretés (principalement O).

■ Siliciures

La plupart des alliages pour emploi à haute température (450 à 550 °C) contiennent actuellement du silicium en faible quantité (0,1 à 0,3 %) en même temps que du zirconium. Leur apparition est liée à la position relative du solvus des siliciures par rapport au transus  $\beta$ .

Selon le cycle thermique imposé en traitement préalable ou au cours de l'emploi, cette association conduit à une précipitation très fine de siliciures, à base de titane, mais isomorphes des siliciures de zirconium répertoriés. La nature exacte de ces précipités, leurs conditions de formation et surtout leur rôle réel sur le fluage sont encore sujets à controverses.

■ Dispersoïdes

L'emploi de dispersoïdes de terres rares de type  $Y_2O_3$  ou  $Er_2O_3$  (les seuls oxydes non solubles dans le titane) a été envisagé pour améliorer la tenue à haute température des alliages. Le gain obtenu est cependant fortement limité par la baisse importante de ductilité à température ambiante. Ce type d'application reste donc très limité.

■ Phase d'interface

Découverte depuis peu aux interfaces entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$  stable ou métastable, cette phase est cubique à faces centrées.

Elle apparaît pour des conditions particulières de refroidissement [16], variables selon les alliages, soit depuis le domaine  $\beta$  (figure 6), soit même depuis le domaine  $\alpha + \beta$ . Son mécanisme de formation n'a pas encore été élucidé (il peut être de type hydrure) bien que l'on puisse penser (par analogie avec la phase  $\sigma$  des aciers) à l'intervention de fautes d'empilement (les structures hc et cfc sont deux structures compactes qui ne diffèrent que par l'alternance des plans de grande densité). Elle a été nommée, en France, **phase L**.



Figure 5 – Précipités de phase  $\omega$  isotherme dans l'alliage  $\beta$ -CEZ

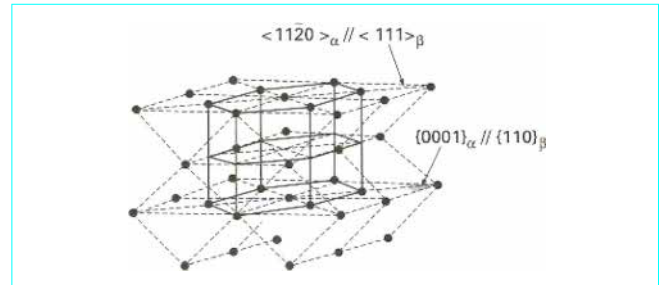


Figure 6 – Transformation allotropique  $\beta$  (cc)  $\rightarrow$   $\alpha$  (hc)

On continue à étudier son influence sur les propriétés d'emploi des structures où elle apparaît [17] [18] [19] ; il est donc prématuré d'avancer des conclusions.

## 2.2 Transformation de phase

La présence, dans le titane et la plupart de ses alliages, de deux structures différentes selon la température impose l'existence d'une transformation allotropique. Nous allons montrer les particularités de cette transformation en fonction de ses caractéristiques cristallographiques. Comme précédemment pour les phases en équilibre (§ 2.1), on rappellera les outils disponibles pour guider les raisonnements cinétiques.

### 2.2.1 Cristallographie de la transformation de phase

La transformation allotropique  $\beta \leftrightarrow \alpha$  du titane présente les caractères spécifiques de la transformation martensitique, selon le mécanisme proposé par Burgers pour le zirconium [29]. La figure 6 montre que l'on peut passer de la forme cubique centrée à la forme hexagonale par un faible déplacement (inférieur à une distance interatomique) de quelques atomes et par un léger réarrangement de ceux-ci : ce mécanisme est caractéristique des réactions sans diffusion.

Dans cette transformation, on a les correspondances suivantes :

$$\begin{aligned} \text{— plans} & \quad \{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha \\ \text{— directions} & \quad \langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha \end{aligned}$$

Il faut ajouter que :

— la transformation  $cc \rightarrow hc$  du titane se produit toujours par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique (formation, sans diffusion de phase  $\alpha'$  martensitique) suivie éventuellement, dans le cas des refroidissements lents (de l'ordre de 2 °C/min), d'une croissance thermiquement activée ;

— les plaquettes  $\alpha$  qui se forment par refroidissement lent ou par transformation isotherme ont avec la phase mère  $\beta$  les mêmes correspondances cristallographiques et les mêmes plans d'accolement que la martensite obtenue par trempe [20] [21] [22] ; les plans le plus fréquemment cités sont :  $(334)_{\beta}$  et  $(344)_{\beta}$  ;

— 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 [23] [24], ce qui caractérise une hérédité cristallographique très forte qui est par exemple mise en évidence lors de l'examen des textures.

## 2.2.2 Diagrammes cinétiques

Comme précédemment (§ 2.1.3) en statique, on a cherché à établir des diagrammes cinétiques de transformation en conditions isothermes [33] ou en refroidissement continu (figures 7a, b et c).

Cependant, il faut noter que l'emploi de ces diagrammes reste indicatif et donc limité, car presque tous les traitements des alliages de titane s'effectuent à partir du domaine  $\alpha + \beta$ , et l'on ne peut établir un diagramme pour chacune des températures possibles.

En comparant le TA6V (alliage  $\alpha + \beta$ ) et le  $\beta$ -CEZ (alliage  $\beta$ ), on se rend compte que le caractère  $\beta$  d'un alliage se traduit par un retard à la précipitation de phase  $\alpha$ . De plus les sites de précipitation : intergranulaire (joints  $\beta$ - $\beta$ ) et intragranulaire (intérieur des grains  $\beta$ ), sont clairement dissociés.

## 2.3 Morphologies des alliages de titane

Si, pour du titane ultrapur, 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  $\alpha$  ou  $\alpha + \beta$ , un refroidissement rapide de la phase  $\beta$  conduit à une structure aiguillée fine (morphologie aiguillée). 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).

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

### 2.3.1 Structures obtenues après traitement dans le domaine $\beta$

Il faut distinguer quatre cas.

■ Pour des alliages contenant peu d'éléments bêtagènes, la phase  $\beta$ , stable à haute température, est susceptible, comme dans le cas du métal non allié, de subir une transformation martensitique, au moins partielle, lors d'une trempe énergétique. Dans ces alliages, pour lesquels le point  $M_s$  est supérieur à la température ambiante, la phase martensitique obtenue (phase  $\alpha'$ ) possède la structure hexagonale du titane, mais la composition chimique de la phase  $\beta$  dont elle est issue : formée sans diffusion, elle est donc hors d'équilibre ;

elle est par conséquent apte au durcissement par retour à l'équilibre structural lors d'un maintien à température moyennement élevée. C'est le cycle classique de durcissement par trempe et revenu.

Micrographiquement, cette phase (figures 8a et b) a l'aspect aciculaire de la martensite, l'orientation des plaquettes  $\alpha$  étant en relation cristallographique avec celle de la phase mère  $\beta$  (§ 2.1.1). Les températures correspondant à l'apparition de la phase  $\alpha'$  (point  $M_s$ ) et à la transformation martensitique complète (point  $M_f$ ) sont fonction de la composition : elles sont abaissées, de façons divergentes, par des teneurs croissantes en éléments bêtagènes (figure 2). On peut classer les éléments d'alliage en fonction de leur aptitude décroissante à stabiliser la phase  $\beta$  : Fe, Bi, Mn, Cr, Mo, Ni, Pb, Cu, V et Nb.

■ Au-delà d'une certaine teneur en élément bêtagène, variable à l'ambiante avec l'élément d'alliage, la phase  $\beta$  peut être conservée à l'état métastable ( $\beta_m$ ) lors d'un refroidissement énergétique : la température du point  $M_s$  est alors inférieure à la température ambiante. Cette phase  $\beta_m$  peut également être durcie par retour à l'état d'équilibre lors du revenu (figure 9).

■ Pour des teneurs encore plus élevées, la phase  $\beta$  est fortement stabilisée : on peut distinguer, comme dans le cas des aciers, les alliages mécaniquement stables et instables. Pour ces derniers, la phase  $\beta$  métastable obtenue par trempe se transforme en phase  $\alpha''$  sous l'effet d'une déformation plastique à la température ambiante (martensite mécanique d'écroutissage). Dans les alliages mécaniquement stables, une telle transformation est impossible, étant donné la plus haute teneur en éléments bêtagènes et la plus grande stabilité ainsi conférée à la phase  $\beta$ .

■ Enfin, il existe des alliages  $\beta$  parfaitement stables, qui sont bien entendu inaptes à tout type de traitement thermique (hormis l'adoucissement des contraintes appliquées).

### 2.3.2 Structures obtenues par traitement dans le domaine $\alpha + \beta$

Dans ce cas, il est bien évident que la phase  $\alpha$  ne subira pas de transformation : cependant, sa présence modifiera profondément les mécanismes de germination.

La figure 8 rassemble des microstructures typiques pour le TA6V :

- $\alpha + \alpha'$  : trempe rapide depuis le haut du domaine  $\alpha + \beta$  (toute la phase  $\beta$  s'est transformée en phase  $\alpha'$ ) ;
- $\alpha + \beta_f$  : refroidissement un peu plus lent que précédemment, ce qui a permis une décomposition de la phase  $\beta$  (autorevenu figure 8c) ;
- $\alpha + \beta$  stable : chauffage à basse température et/ou refroidissement très lent (figure 8d).

### 2.3.3 Structures obtenues par traitement depuis le domaine $\alpha$

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

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

Le seul traitement thermique qui leur est applicable est le recuit dont le but est de relaxer les contraintes ou de recristalliser une structure écrouie en vue d'obtenir une structure d'équilibre stable et homogène.

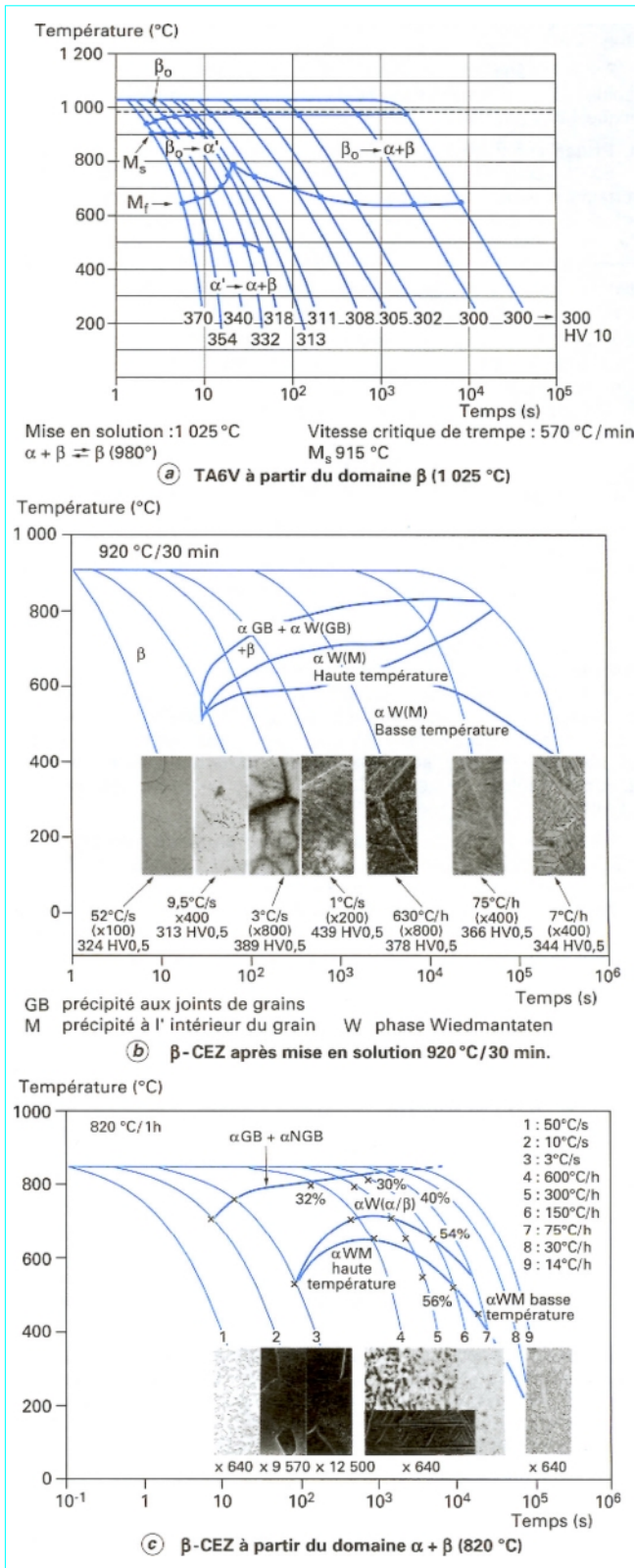


Figure 7 - Diagrammes TRC des alliages TA6V et  $\beta$ -CEZ

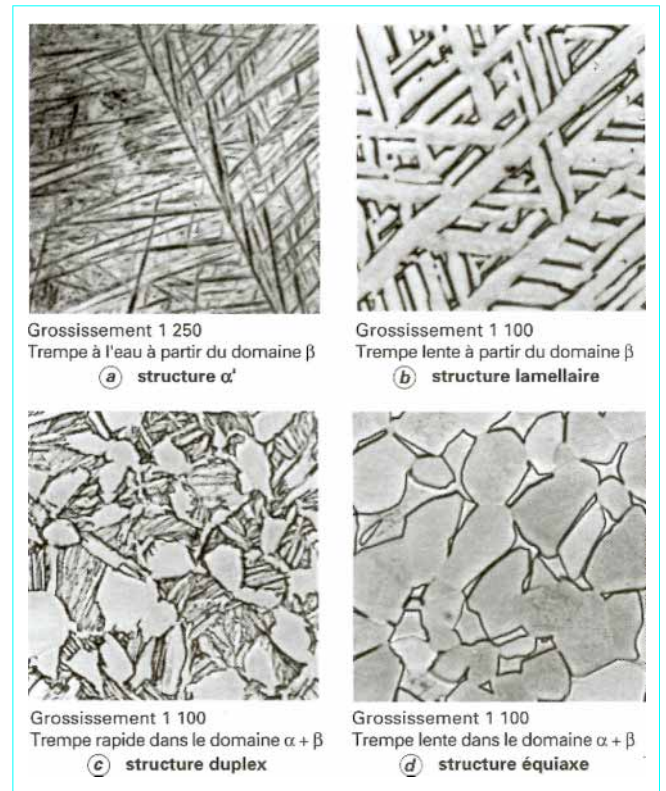


Figure 8 - Exemple de morphologies que l'on peut rencontrer dans l'alliage TA6V

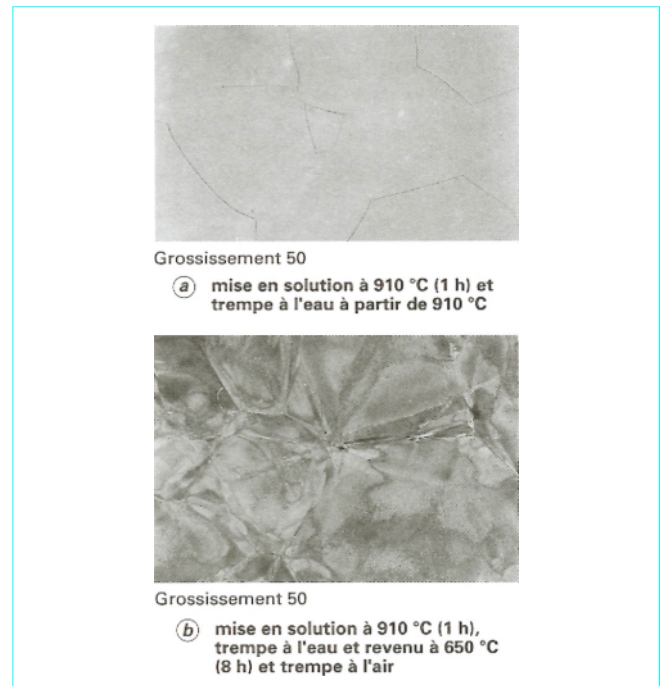


Figure 9 - Revenu sur phase  $\beta_m$  de l'alliage  $\beta$ -CEZ

### 2.3.4 Morphologie du joint de grain $\beta$

Au cours d'un refroidissement à partir du domaine  $\beta$ , la phase  $\alpha$  précipite d'abord aux joints  $\beta/\beta$ , puis à l'intérieur des grains  $\beta$  eux-mêmes. La morphologie résultante est donc un liseré continu qui souligne l'ex-joint de grain  $\beta$  (figure 10a). Pour les nuances présentant un caractère  $\beta$ , on a vu (§ 2.2.2) qu'il existe un temps d'attente important entre les précipitations intergranulaire et intragranulaire. Si, pendant le refroidissement, on impose une déformation, on va écrouir une structure consistant en un liseré de phase  $\alpha$  soulignant les joints des grains  $\beta$ . On est ainsi capable de briser ce liseré  $\alpha$  puis de le faire recristalliser par une mise en solution (figure 10b). On obtient une microstructure dite *en collier*, le traitement thermomécanique correspondant étant appelé **transus sous corroyage** [31].

### 2.3.5 Coexistence de différentes échelles de microstructures

Les micrographies précédentes (figures 9 et 10) montrent que diverses échelles de microstructures peuvent coexister. Il s'agit d'alliages dont le caractère  $\beta$  est assez prononcé. En effet, les micrographies de la figure 8, pour un alliage  $\alpha + \beta$  classique de type TA6V, montrent qu'entre les particules de phase  $\alpha$  I (nodules en l'occurrence) la structure reste assez grossière. A l'inverse, dans le cas d'alliages plus  $\beta$ , comme le  $\beta$ -CEZ par exemple, un, voire deux ordres de grandeur peuvent exister entre les particules de phase  $\alpha$  I et  $\alpha$  II (tableau 2).

Dans certains cas de traitements thermiques, une variété plus grande encore peut être obtenue, comme pour le TD5AC (figure 11) : structure lamellaire, équiaxe, ou duplex de phase  $\alpha$  I avec une distribution plus ou moins fine de phase  $\alpha$  II intergranulaire.

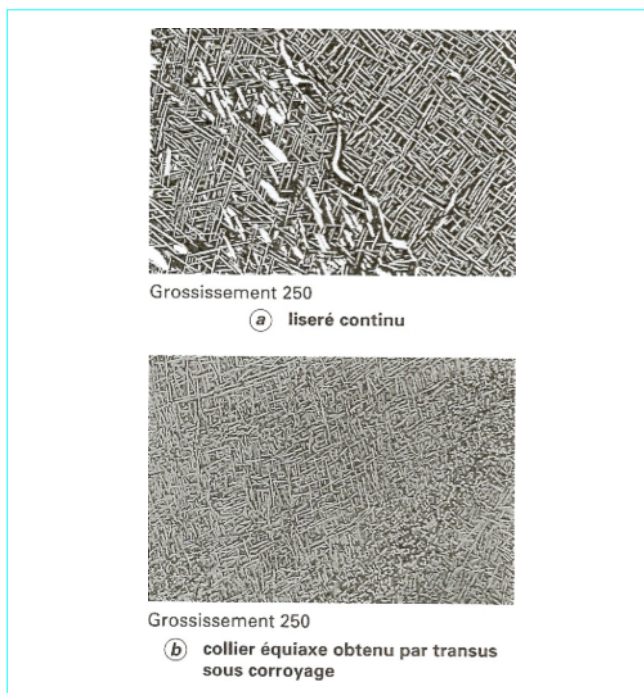


Figure 10 – Morphologie de l'ex-joint de grain  $\beta$  dans le cas de l'alliage  $\beta$ -CEZ

Tableau 2 – Taille des particules de phases  $\alpha$  I et  $\alpha$  II dans le cas de l'alliage  $\beta$ -CEZ

Traitement	Taille des particules $\alpha$ I ( $\mu\text{m}$ )	Taille des particules $\alpha$ II ( $\mu\text{m}$ )	% des particules $\alpha$ I	% $\beta$
830 °C/2 h/TE	3,2	—	25	75
830 °C/2 h/TE + 550 °C/8h/TA	3,2	0,03	25	19
830 °C/2 h/TE + 600 °C/8h/TA	3,2	0,08	25	27
830 °C/2 h/TE + 650 °C/8h/TA	3,2	0,16	25	36
860 °C/2 h/TE	3,1	—	4	96
860 °C/2 h/TE + 550 °C/8h/TA	3,1	0,04	4	21
860 °C/2 h/TE + 600 °C/8h/TA	3,1	0,07	4	31
860 °C/2 h/TE + 650 °C/8h/TA	3,1	0,19	4	45
910 °C/2 h/TE	—	—	0	100
910 °C/2 h/TE + 650 °C/8h/TA	—	0,18	0	32

TE = trempe eau ; TA = trempe air

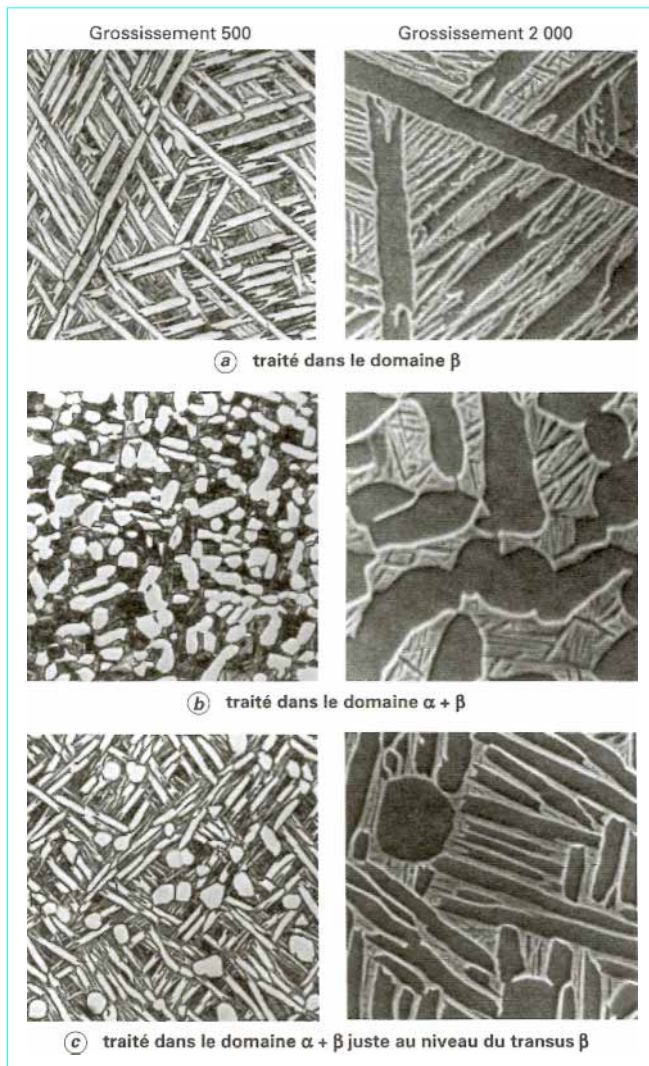


Figure 11 – Coexistence de plusieurs échelles de morphologies dans le cas de l’alliage TD5AC

### 3. Bases des traitements thermiques

Avant d’entrer dans le détail des traitements thermiques des alliages de titane, il apparaît nécessaire de revenir sur deux principes fondamentaux, particulièrement importants par le fait qu’ils bousculent les idées qui pourraient être héritées, *a priori*, de la métallurgie des aciers.

On tentera ensuite de justifier ces principes par des considérations cristallographiques et thermodynamiques, tant au niveau des équilibres que des cinétiques. Enfin, on en tirera les conséquences pour l’état actuel (les microstructures observées) et pour le futur (autres procédés de durcissement).

#### 3.1 Effet d’un traitement thermique sur la microstructure

Lors d’un traitement au-dessus de  $T_{\beta}$ , les grains de phase  $\beta$  grossissent quand la durée augmente (figure 12), et ce d’autant plus que la température est élevée. Au cours d’un recuit de recristallisation, la phase  $\alpha$ , surtout si ses grains sont déformés et allongés, peut se transformer de façon statique et engendrer de nouveaux petits grains. Les figures 13 et 14 montrent l’effet d’un traitement thermique sur une microstructure d’alliage TA6V déformée à chaud.

#### 3.2 Les deux principes des traitements thermiques des alliages de titane

Ils sont liés aux caractéristiques de la transformation allotropique de ces alliages :

- on ne leur connaît pas de germination par mécanisme homogène avec diffusion : il n’y a donc pas de possibilité de régénération ou de normalisation par changement de phase : cette particularité est à l’origine de la grande hérédité structurale du titane et de ses alliages ;

- leurs états hors d’équilibre obtenus par trempe ne sont pas (ou peu) durcis : il a donc fallu rechercher d’autres mécanismes de durcissement, moins habituels.

On a ainsi mis en lumière deux différences primordiales entre les métallurgies des aciers et du titane.

Ces différences, que l’on va relier à la structure hexagonale du titane, vont imposer aux métallurgistes un effort supplémentaire pour éviter d’extrapoler trop hardiment les habitudes de pensée prises sur les alliages ferreux.

#### 3.3 Durcissement des alliages de titane

Puisque le durcissement attendu de la transformation de phase est faible sinon nul, il faut chercher d’éventuels autres modes de durcissement.

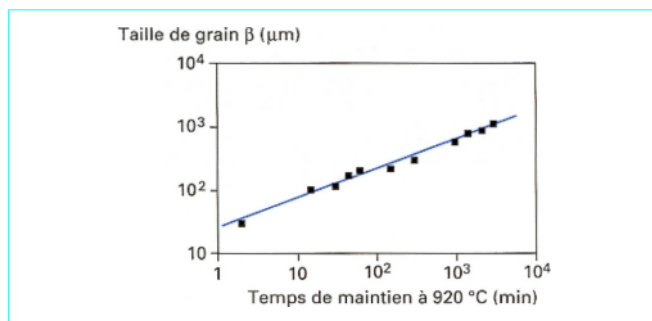
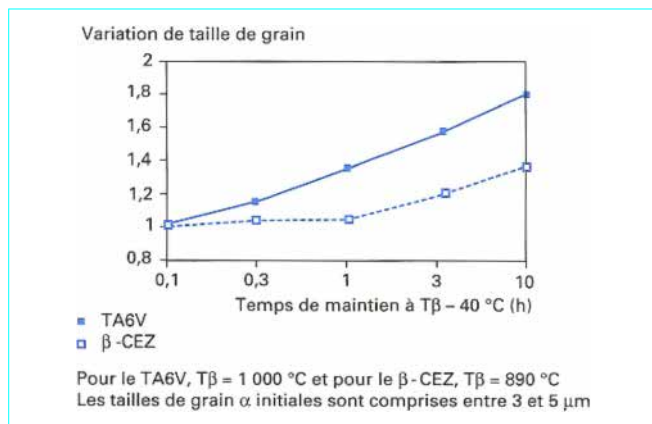
##### 3.3.1 Trempabilité et durcissement

Le cas des alliages de titane, particulièrement critique du fait de leur faible coefficient de conductivité thermique, nous amène à réexaminer la liaison entre ces deux notions.

On peut mesurer la trempabilité par la distance à partir de laquelle la dureté est stabilisée : la profondeur maximale de trempe, assez floue sur l’alliage TA6V (voisine de 20 mm), est bien marquée sur l’alliage TA6VE (Ti-662) (environ 35 mm) ou pour le  $\beta$ -CEZ (environ 70 mm).

Ainsi, dans le cas des alliages de titane, pour obtenir une homogénéité convenable des caractéristiques mécaniques dans l’ensemble d’une pièce, il est nécessaire que l’épaisseur de celle-ci reste au-dessous de certaines limites, qui sont assez basses (environ deux fois les chiffres précédents, soit 40 mm, 70 mm et 140 mm respectivement). Devant cet inconvénient, on a été conduit à considérer des formulations d’alliages qui permettent :

- soit d’améliorer la trempabilité et retenir la phase  $\beta_m$  qui est susceptible de se transformer en phase  $\alpha_2$  de tailles plus ou moins importantes suivant la durée du vieillissement (figure 15) ; c’est, par exemple, le cas du TA6VE (Ti-662) et surtout du  $\beta$ -CEZ qui constituent un progrès par rapport au TA6V (figure 16) ;


 Figure 12 – Croissance du grain  $\beta$  à 920 °C pour l'alliage  $\beta$ -CEZ

 Figure 13 – Cinétiques de croissance de grain  $\alpha$  à  $T\beta - 40\ ^\circ\text{C}$  pour les alliages TA6V et  $\beta$ -CEZ

— soit d'offrir une très haute résistance mécanique dans le simple état d'équilibre (état recuit) ; les alliages  $\alpha + \beta$  de ce type présentent malheureusement une ténacité médiocre (§ 6.1) ; quelques alliages  $\beta$  stables ont également été étudiés ;

— soit d'obtenir une bonne réaction au vieillissement (figure 15), après un refroidissement relativement lent (§ 4.2.1), voire très lent, depuis le maintien à haute température ; dans cette voie, on conçoit que, si l'on augmente la quantité d'éléments bêtagènes, on obtiendra effectivement des alliages peu sensibles à la vitesse de refroidissement ; on aboutit ainsi aux alliages dits  $\beta$  métastables (tels que le  $\beta$ -CEZ).

### 3.3.2 Mécanismes de durcissement

Nous venons de voir que la trempe physico-chimique classique ne produit pas de durcissement notable pour le titane et ses alliages. Pour obtenir une dureté élevée, il faut alors recourir à d'autres mécanismes, en particulier du type durcissement par précipitation : une seconde phase (généralement minoritaire) est répartie assez uniformément au cours d'un maintien à température moyenne, après mise en solution initiale à température élevée et trempe conservant une structure à l'état sursaturé à la température ambiante (§ 2.3.1).

Nous pouvons distinguer trois mécanismes distincts, dont la mise en œuvre pratique sera développée ultérieurement.

■ **Précipitation de phase  $\alpha$**  (à partir de la structure de trempe  $\alpha'$  ou de la phase  $\beta$  hypertrempeée donc métastables) ; c'est le cas général

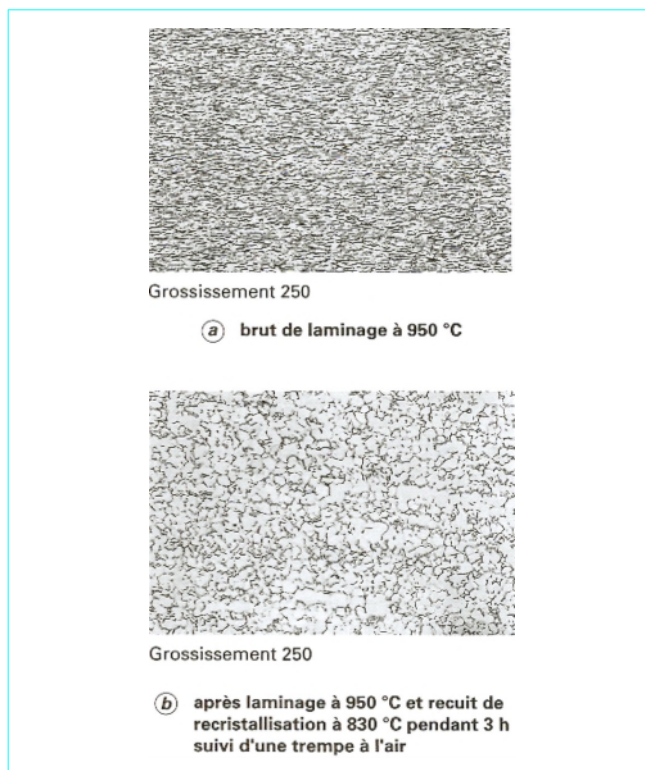


Figure 14 – Influence du recuit de recristallisation sur la structure de l'alliage TA6V

des alliages de titane ( $\alpha + \beta$  isomorphes, cf. article *Propriétés du titane et de ses alliages* [36] déjà cité) ; il s'agit d'un durcissement par précipitation un peu particulier dans lequel la phase durcissante qui précipite n'est pas un composé intermétallique, mais la phase d'équilibre elle-même.

■ **Précipitation de phase  $\omega$**  à partir de la phase  $\beta$  métastable ; on a vu (§ 2.1.5) qu'il s'agit d'une phase transitoire apparaissant dans les alliages à phase  $\beta$  fortement stabilisée.

■ **Précipitation d'un composé intermétallique** à partir d'une phase sursaturée : c'est le cas de l'alliage TU2 où l'on voit apparaître le composé  $\text{Ti}_2\text{Cu}$  soit au cours de la trempe (transformation  $\beta \rightarrow \alpha + \text{Ti}_2\text{Cu}$ ), soit par précipitation dans la phase  $\alpha$  elle-même après revenu.

■ **Remarque** : le durcissement par transformation ordre-désordre pourrait être envisagé : il se produit dans certains alliages dont les atomes, initialement répartis au hasard, s'arrangent en deux réseaux distincts qui s'interpénètrent. Cependant, cette technique est encore peu utilisée, les alliages correspondants étant généralement très fragiles.

Cette tendance à l'ordonnement a été rencontrée [15] dans les alliages de titane contenant de l'aluminium lorsque sa teneur dépasse 8 % environ, la phase  $\text{Ti}_3\text{Al}$  étant elle-même ordonnée (§ 2.1.5).

On ne peut conclure ce paragraphe sans citer rapidement, puisqu'ils ne sont pas créés par traitement thermique, les autres modes classiques de durcissement (par écrouissage, dispersion et textures). On commence à les envisager dans le cas des alliages de titane : exemple des dispersoïdes (§ 2.1.5).

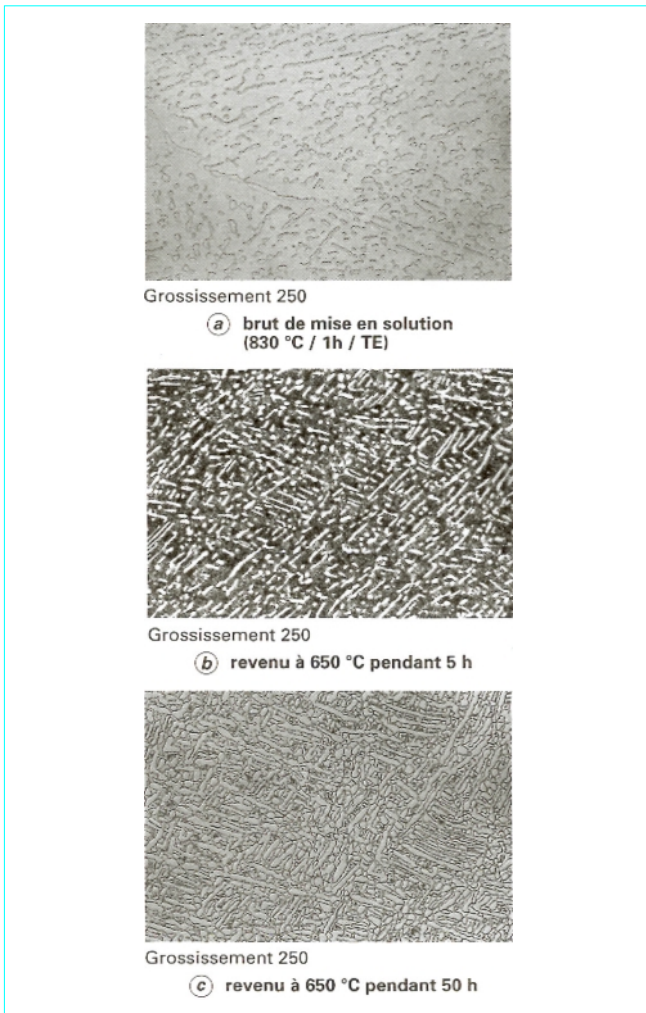


Figure 15 - Alliage β-CEZ : revenu et sur-revenu

### 3.4 Choix des traitements thermiques

Les traitements thermiques peuvent donc se classer en plusieurs catégories :

- traitement de durcissement : mise en solution + vieillissement par revenu ;
- traitement d'adoucissement : détente des contraintes, sur revenu.

La figure 17, sur le diagramme pseudo-binaire déjà présenté (figure 2), montre schématiquement comment se positionnent les divers traitements évoqués.

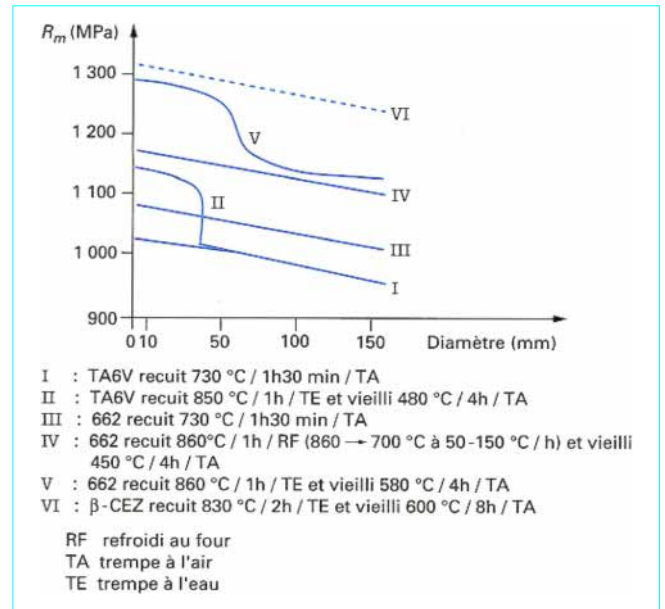


Figure 16 - Résistance mécanique au centre de barres de différentes sections en alliage de titane

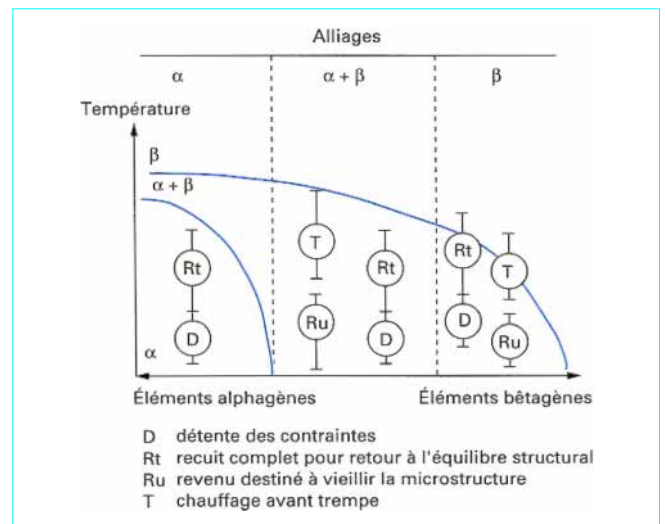


Figure 17 - Divers traitements thermiques applicables aux alliages de titane

## 4. Traitements de durcissement

Le premier objectif recherché (principalement pour un gain de masse à même résistance) est l'augmentation des caractéristiques mécaniques. Les traitements thermiques vont trouver là leur domaine de prédilection, d'autant plus qu'ils s'appliqueront à un alliage riche en éléments stabilisant la phase  $\beta$  (§ 2.3.1).

De façon classique, ils comprennent un chauffage, suivi d'une trempe, puis un revenu (tableau 3). Certains traitements particuliers seront décrits ultérieurement (§ 4.2).

### 4.1 Chauffage avant trempe et revenu (mise en solution)

Le durcissement que l'on obtient lors du revenu dépend essentiellement de la quantité et de l'instabilité des phases  $\beta$  et/ou  $\alpha'$  présentes après trempe. Pour un alliage donné, cela dépend donc du cycle thermique suivi, c'est-à-dire, d'une part, du temps et de la température de maintien avant trempe, d'autre part, de la cinétique de refroidissement ; celle-ci est à son tour fonction de la taille et de la forme des produits à tremper et du mode de trempe utilisé (fluide de refroidissement, temps morts, agitation, etc.).

Plusieurs paramètres doivent donc faire l'objet d'un choix :

- les conditions de mise en solution (température, temps) ;
- la cinétique de refroidissement (temps de transfert et milieu de trempe).

#### 4.1.1 Température de maintien avant trempe

On a vu (§ 2.3) que, sauf pour les alliages  $\beta$ , la trempe était effectuée à partir du domaine  $\alpha + \beta$  pour obtenir de bonnes caractéristiques de ductilité (hérédité structurale). De façon générale, les conditions opératoires sont fixées empiriquement en fonction des caractéristiques désirées à l'état final. Remarquons toutefois que, toutes choses égales par ailleurs, l'augmentation de la température de trempe conduit à un accroissement de la dureté à l'état traité, associé à une diminution corrélative de la ductilité (figure 18). On note, pour le TA6V, la baisse importante de la limite d'élasticité vers 820 à 840 °C, qui correspondrait à l'apparition d'une martensite tétragonale (phase  $\alpha''$ ) très délicate à mettre en évidence avec certitude. Cette chute de  $R_{p0,2}$  disparaît après précipitation de la phase  $\alpha$ .

#### 4.1.2 Conditions de trempe

La cinétique de refroidissement a une influence d'autant plus marquée sur les propriétés finales que la trempabilité de la nuance est plus faible, c'est-à-dire que sa teneur en élément bêtagène est plus basse.

La trempabilité des alliages de titane n'étant pas excellente, d'autant plus que les risques de tapure sont nuls, on recherche donc, la plupart du temps, une trempe rapide et énergique ; le temps de transfert entre le four et le milieu de trempe doit être aussi faible que possible et le milieu de trempe doit avoir un grand pouvoir refroidissant (eau en général).

L'effet du délai entre sortie du four et trempe est schématisé sur la figure 19 pour une barre de 12 mm de diamètre. Plus le produit sera gros (et son inertie thermique élevée), plus la tolérance sera grande. Une nuance trempante présentera peu de sensibilité (cas du  $\beta$ -CEZ) alors que l'effet sera important pour une nuance peu trempante (cas du TA6V).

Tableau 3 – Chauffage avant trempe et revenu des alliages de titane

Alliage		Chauffage avant trempe		Revenu	
		T (°C)	t (h)	T (°C)	t (h)
$\alpha$	IMI 685 : Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,2Si	1 050	1 à 3	550	24
$\alpha + \beta$	TA3V : Ti-3Al-2,5V	875 à 925	0,25 à 0,33	480 à 510	2 à 8
	TA6V : Ti-6Al-4V	900 à 970	0,1 à 1	480 à 560	4 à 12
	TA4DV : Ti-4Al-3Mo-1V	930 à 970	0,1 à 2	570 à 700	2 à 4
				480 à 520	2 à 12
	662 : Ti-6Al-6V-2Sn-Cu-Fe	840 à 900	0,1 à 1	580 à 620	0,5 à 6
				470 à 620	2 à 8
	6242 : Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	900 à 950	1 à 3	590	8
6246 : Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	840 à 930	0,25 à 1	570 à 620	2 à 8	
			650 à 700	1 à 4	
$\beta$	Ti 17 : Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr	750 à 900	0,25 à 4	550 à 650	1 à 8
	$\beta$ -CEZ : Ti-5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe	750 à 920	0,25 à 4	500 à 650	1 à 8
	10-2-3 : Ti-10V-2Fe-3Al	700 à 800	0,5 à 2	450 à 550	1 à 8
	TV15CA : Ti-15V-3Sn-3Cr-3Al	600 à 700	1	400 à 550	8 à 24

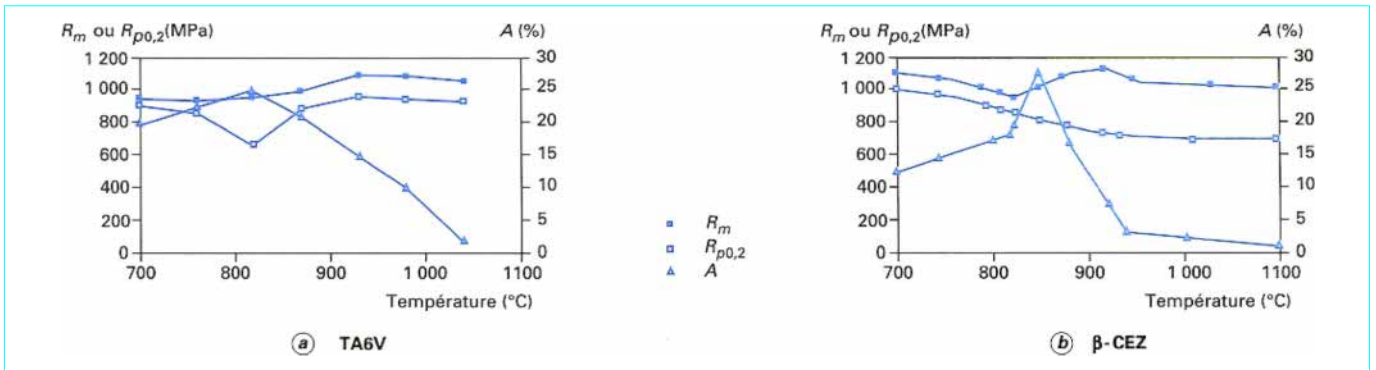


Figure 18 - Influence de la température de trempage sur les caractéristiques brutes de trempage à l'eau

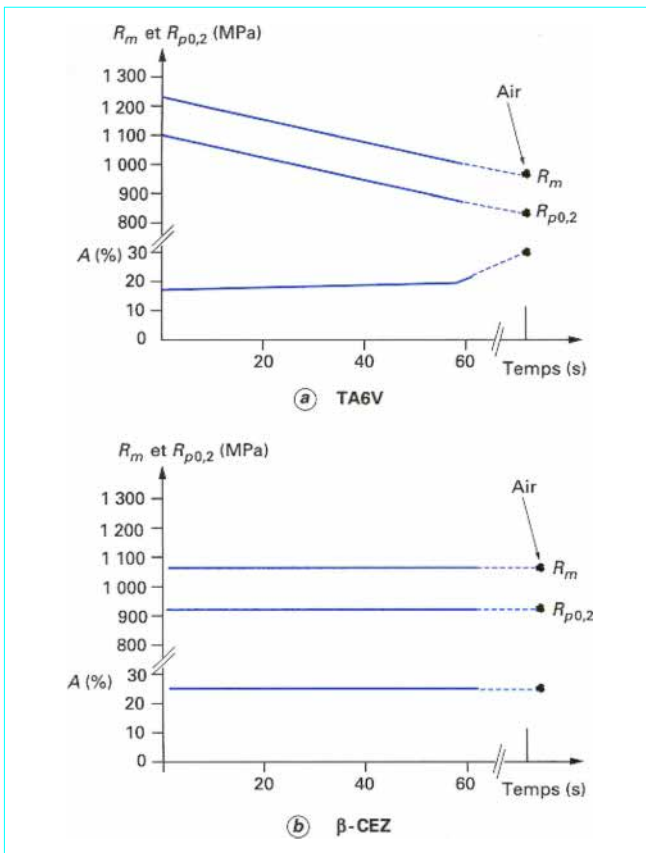
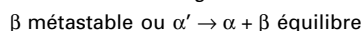


Figure 19 - Influence du délai entre la sortie du four et la trempage à l'air de barres de diamètre 12 mm

### 4.1.3 Durcissement par revenu

Le revenu des phases  $\alpha'$  et/ou  $\beta_m$  entraîne un durcissement important par formation de phase  $\alpha$  finement dispersée dans une matrice enrichie en éléments bétagènes :



Cela est mis en évidence sur la figure 20, pour l'alliage  $\beta$ -CEZ (figure 20a). On voit que la dureté après trempage et la dureté finale évoluent avec la température de trempage et la durée du revenu. D'autre part, on se rend compte du caractère  $\beta$  des alliages par la rapidité et l'amplitude de la réponse au traitement thermique (figure 20b). En effet, les alliages  $\alpha + \beta$  (cf. TA6V) répondent rapidement mais de façon limitée ; à l'inverse, les alliages  $\beta$  (cf. TV15CA) répondent très lentement mais de manière plus ample ; les alliages  $\beta$  métastables (cf.  $\beta$ -CEZ) représentent un compromis entre ces deux extrêmes : réponse rapide de grande amplitude.

La figure 21 donne une description schématique de l'effet du revenu, par rapport au recuit, sur une structure trempée rapidement depuis le domaine  $\beta$  (en présence ou non de phase  $\alpha$ ) ; elle met nettement en évidence que la réponse au traitement effectué est croissante avec la teneur en élément bétagène. La figure 22 montre la modification de la microstructure au cours du revenu.

Il a été établi par ailleurs [25] que la réaction de durcissement se produisait dès la trempage (par un mécanisme d'autorevenu), de même que l'évolution de la charge de rupture (figure 18) : l'élévation de la température de maintien se traduit par la formation de quantités croissantes de phase  $\beta$  de moins en moins stable, donc plus susceptible d'autorevenu.

Le vieillissement des alliages de titane se distingue donc assez nettement de celui des alliages à durcissement par précipitation (§ 4.2.2) en ce sens qu'il n'y a pas de précipité(s) durcissant(s), mais simplement modification de la morphologie, de la répartition, de la composition et de la quantité des phases en présence, comparativement à l'état recuit. On conçoit alors les très nombreux développements envisageables.

Le durcissement dû au revenu est, en définitive, fonction, de façon assez complexe :

- de la stabilité de la phase  $\beta$ , liée à la composition de l'alliage, mais aussi à la température de maintien avant trempage (domaine  $\alpha + \beta$ ) ;
- de la cinétique de trempage qui va jouer sur la proportion de phase  $\beta$  métastable et de phase  $\alpha'$  ;
- des conditions de revenu, agissant sur la dernière étape du durcissement.

### 4.2 Traitements divers

On a tenté, par divers moyens, d'accroître la dureté des alliages de titane, en particulier sur les produits de fortes sections.

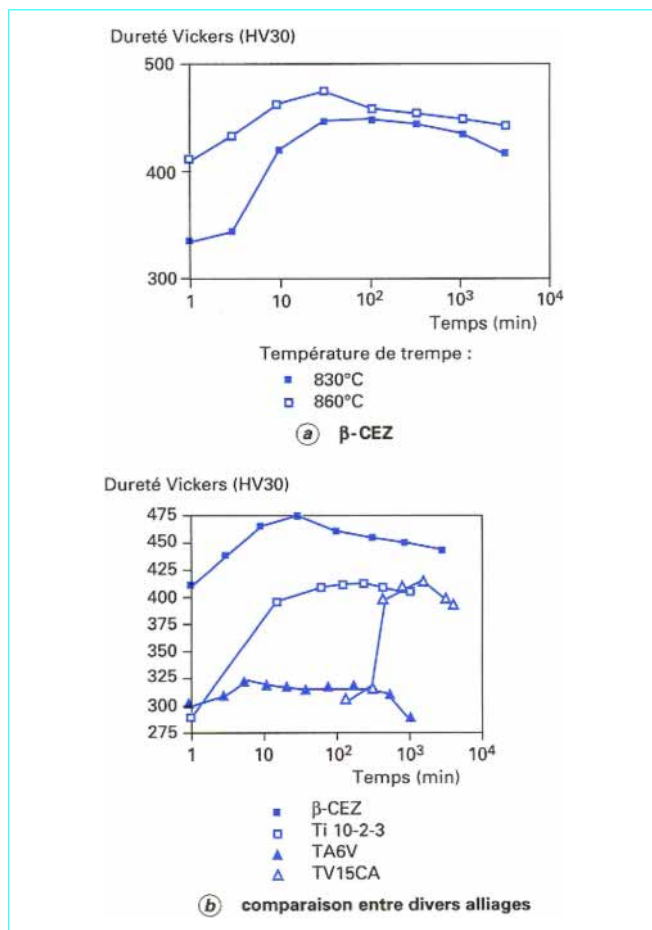


Figure 20 – Durcissement au revenu (vieillesissement) d'alliages de titane

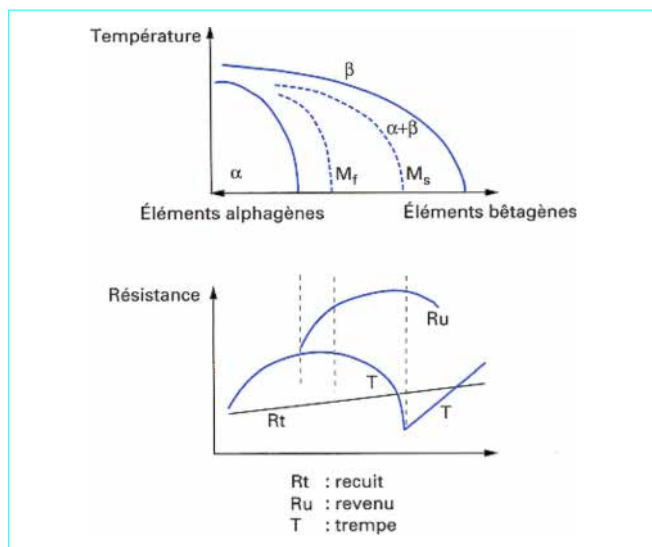


Figure 21 – Réponse aux traitements thermiques des alliages de titane

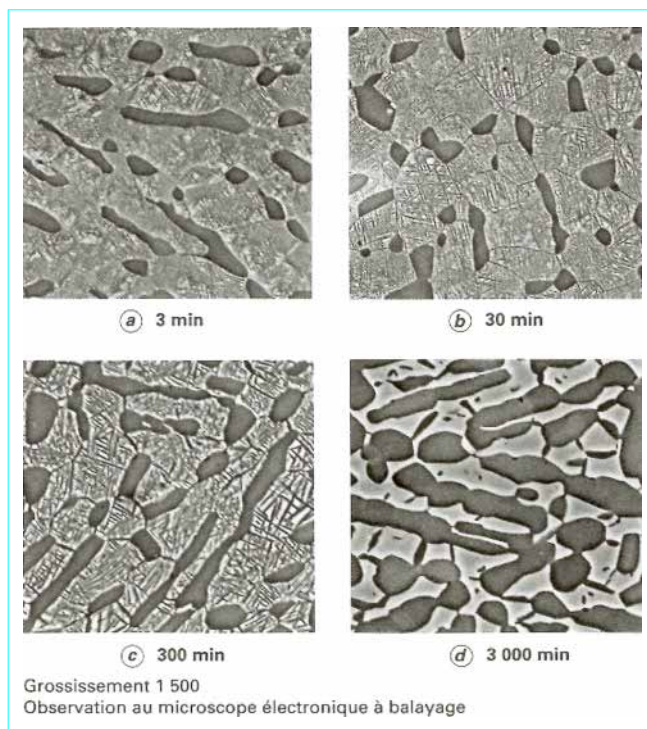


Figure 22 – Influence du revenu sur la microstructure de l'alliage β-CEZ mis en solution à 830 °C pendant 1 h, trempé à l'eau depuis 830 °C et revenu à 650 °C

### 4.2.1 Trempe douce

Pour pallier la médiocre trempabilité des alliages de titane, on a mis au point [26] un traitement particulier qui met en valeur les possibilités d'autorevenu des phases β relativement stabilisées : la **trempe douce**.

**Exemple** : dans le cas du TA6VE (Ti-662), elle consiste en un maintien à 860 °C suivi d'un refroidissement contrôlé (50 à 150 °C/h) jusqu'à 700 °C, d'un arrêt à l'air et d'un revenu de 4 h à 450 °C.

La trempe douce confère en quelque sorte à l'alliage une trempabilité apparente élevée par le fait du mécanisme métallurgique suivant : pendant le refroidissement lent de 860 à 700 °C (cas du TA6VE), la phase β, initialement présente en quantité assez importante (60 %), rejette de la phase α secondaire en s'enrichissant en éléments bêtagènes ; cet enrichissement et la quantité de phase β résiduelle (30 %) sont relativement indépendants de la taille du produit, du fait de la cinétique très lente mise en jeu. Le revenu se traduit alors par une fine précipitation de α dans la phase β enrichie. En plus de l'homogénéité des caractéristiques mécaniques de traction, la trempe douce procure un compromis très favorable entre le niveau de résistance et la ténacité ( $K_{Ic}$ ) et supprime les difficultés liées à la distorsion des produits trempés à l'eau (§ 7.4.3).

### 4.2.2 Durcissement par précipitation

Nous prendrons ici ce terme dans son sens restrictif de *durcissement par précipitation de composé intermétallique* (§ 3.3.2). Au sens large, en effet, il résulte de tout ce qui précède que le durcissement des alliages de titane a pour base une précipitation de phase α.

### ■ Cas de l'alliage TU2 (2,5 %Cu)

Il est traité dans le bas du domaine biphasé (805 °C) de façon à obtenir une phase  $\beta$  très minoritaire et une phase  $\alpha$  aussi riche que possible en Cu ; une trempe très énergique maintient la phase  $\alpha$  sursaturée en cuivre, mais n'empêche pas la précipitation durcissante de  $Ti_2Cu$  dans la phase  $\beta$  très riche en cuivre. Un premier revenu (400 °C, 24 h) produit dans la phase  $\alpha$  une fine germination de précipités qui grossiront au cours du deuxième revenu (475 °C, 8 h).

On passe ainsi d'une charge de rupture de 600 MPa (et allongement 38 %) à l'état recuit à 720 MPa (et 31 %) après traitement.

### ■ Cas des alliages résistant au fluage

L'addition de faibles quantités de silicium (< 0,5 %), le plus souvent associée à une mise en solution dans le domaine  $\beta$  (ou dans le haut du domaine  $\alpha + \beta$ ), augmente considérablement la résistance au fluage des alliages  $\alpha$  (ou quasi- $\alpha$ ) durcis en solutions solides par Al, Sn et/ou Zr (gain de 50 à 100 °C sur les températures de service). La responsabilité en est attribuée à une fine précipitation de siliciures de titane (ou mixtes titane/zirconium).

### ■ Cas des alliages à dispersoïdes

L'addition d'yttrium ou d'erbium fait se précipiter des oxydes de type  $Y_2O_3$  ou  $Er_2O_3$ . La résistance est augmentée d'environ 100 MPa aux fortes températures (650 °C).

## 5. Traitements d'adoucissement

Ce vocable peut recouvrir, en fait, plusieurs traitements selon l'objectif visé. Si l'on veut une simple détente des contraintes sans perte importante de caractéristiques mécaniques, le problème se ramènera au choix d'un compromis judicieux temps-température.

Au contraire, si l'on recherche l'adoucissement maximal, on s'orientera vers le retour à l'équilibre structural, généralement par recuit, parfois par un sur-revenu.

### 5.1 Détente des contraintes

La fabrication de pièces en alliages de titane (usinage, soudage, etc.) de même que le traitement thermique lui-même (trempe rapide) peuvent engendrer des contraintes résiduelles, génératrices de déformations en service.

Un traitement de recuit serait un remède efficace, mais peut se révéler impossible (dégradation des caractéristiques dimensionnelles ou de l'état de surface sur pièces finies) ou néfaste (adoucissement trop important dans le cas d'un métal traité).

Le traitement de détente des contraintes consiste alors généralement en un maintien plus ou moins long dans le domaine des basses températures où la microstructure évolue peu, suivi d'un refroidissement à l'air. Les conditions de traitement varient d'un alliage à l'autre, depuis 480 °C jusqu'à 800 °C et de 0,25 h à 8 h, les temps les plus longs étant associés aux températures les plus basses et *vice versa*. La température moyenne de 550 °C est la plus employée : on peut rester au-dessous de cette température pour le titane non allié et la plupart des alliages  $\alpha + \beta$  ; il faut atteindre 600 °C pour les alliages résistant à chaud et 750 à 780 °C pour les alliages  $\beta$  métastables.

Il convient cependant d'éviter que ce traitement n'induisse des transformations indésirables, telles que précipitations ou fragilisations sous contraintes dans les alliages  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$  (§ 7.6). Il doit être omis pour les alliages dont la résistance mécanique a été obtenue par écrouissage. Pour certaines pièces aux tolérances serrées, il est recommandé de pratiquer un traitement de détente entre l'ébauchage et l'usinage final.

Pour les assemblages soudés relativement complexes, il est conseillé de se tenir vers le haut du domaine de température indiqué précédemment.

Le taux de relaxation des contraintes atteint, après environ 6 à 8 h de traitement et selon la température, une valeur limite dont une fraction importante (supérieure aux deux tiers) est obtenue au cours de la première heure à température. La figure 23 montre l'effet combiné du temps et de la température sur le taux de relaxation des contraintes de l'alliage TA6V.

## 5.2 Recuit

On utilise le plus fréquemment les alliages de titane à l'état recuit car ils présentent généralement, dans ce cas, de bonnes caractéristiques de ductilité ou de ténacité, une grande stabilité structurale ou dimensionnelle, une bonne usinabilité et une conformabilité convenable.

### 5.2.1 Recuit simple

Le traitement de recuit consiste généralement en un maintien à température élevée dans le domaine de stabilité de l'alliage (cf. figure 17), suivi d'un refroidissement relativement lent, de manière à obtenir une structure pratiquement stable. En particulier, la phase  $\beta$  ainsi obtenue doit être thermiquement stable pour des maintiens prolongés aux températures inférieures à celle de la fin du refroidissement lent. Les traitements de recuit recommandés pour différents alliages sont reportés dans le tableau 4.

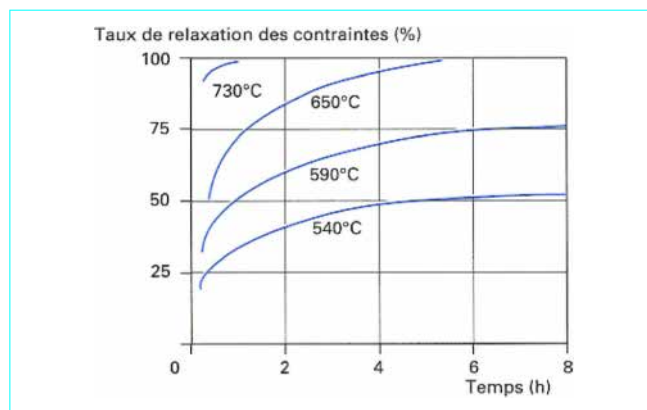


Figure 23 – Influence du temps et de la température sur la relaxation des contraintes dans l'alliage TA6V

Tableau 4 – Traitements de recuit des alliages de titane (1)

Alliage		Détensionnement		Recuit complet	
		T (°C)	t (h)	T (°C)	t (h)
Ti peu allié	T40	415 à 440	7 à 8	700	2
	Ti-Pd : Ti-0,2 Pd	470 à 540	0,5 à 4	540 à 815	0,25 à 4
	Ti-Cu : Ti-2Cu	580 à 610	1	675 à 785	0,5 à 2
$\alpha$	IMI685 : Ti6Al-5Zr-0,5Mo-0,2Si	550 à 600	4 à 8	non utilisé (instabilité à chaud)	
$\alpha + \beta$	TA3V : Ti-3Al-2,5V	375 à 650	0,5 à 3	650 à 760	1 à 3
	TA6V : Ti-6Al-4V	480 à 640	0,5 à 30	690 à 870	0,25 à 8
		540 à 590	2 à 4		
		540 à 650	0,25 à 4	730 à 760	2
	TA4DV : Ti-4Al-3Mo-1V	480 à 600	0,5 à 8	660 à 730	1 à 4
	662 : Ti-6Al-6V-2Sn-Cu-Fe	540 à 650	0,5 à 4	700 à 820	1 à 8
	6242 : Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	480 à 640	0,5 à 30	690 à 870	0,25 à 8
	6246 : Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	480 à 640	0,5 à 30	820 à 870 +	0,5 à 1
590 à 700				0,25 à 8	
$\beta$	Ti 17 : Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr	550	4	700 à 750	0,25 à 4
	$\beta$ -CEZ : Ti-5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe	550	4	700 à 750	0,25 à 4
	10-2-3 : Ti-10V-2Fe-3Al	600	8	550 à 750	1 à 8
	TV15CA : Ti-15V-3Sn-3Cr-3Al	480 à 640	0,5 à 60	760 à 820	0,1 à 1

(1) Après le recuit de détensionnement et les recuits complets, on effectue des refroidissements lents, à chaque fois, de type air.

### 5.2.2 Recuits multiples

Le recuit simple confère généralement à l'alliage un ensemble optimal de propriétés à la température ambiante. Cependant, pour obtenir les meilleures propriétés de résistance au fluage avec les alliages  $\alpha$  et quasi- $\alpha$ , on a en général recours à des recuits multiples. Le double recuit consiste en un chauffage de courte durée dans le haut du domaine  $\alpha + \beta$  (de 25 à 50 °C au-dessous du point de transformation), suivi d'un traitement dit de stabilisation plus long et à température moins élevée (de 480 à 750 °C environ).

Dans la majorité des cas, les caractéristiques de l'alliage restent stables pour des températures d'emploi inférieures d'au moins 50 °C à la température du dernier traitement subi.

### 5.3 Sur-revenu

Parfois, on peut être amené à limiter la température de recuit, tout en souhaitant un adoucissement maximal : par exemple, pour éviter l'oxydation sur pièces finies, ou pour conserver une répartition fine et homogène de précipités sur alliages  $\alpha + \beta$  eutectoides (cf. article *Propriété du titane et de ses alliages* [36], dans ce traité).

On est alors conduit à pratiquer un sur-revenu. La figure 24 montre comment on passe du durcissement par revenu (§ 4.1.3) au sur-revenu. Pour les alliages  $\beta$  métastables, le sur-revenu s'accompagne d'un grossissement des particules de phase  $\alpha$ II (cf. figures 15c et 22d) correspondant à une baisse de dureté (figure 20).

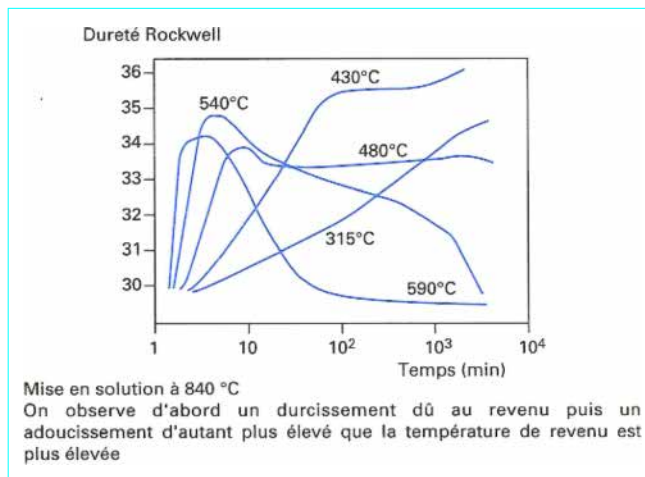


Figure 24 – Revenu et sur-revenu de l'alliage TA6V

## 6. Augmentation sélective des propriétés

Bien évidemment, les alliages de titane sont soumis, comme tous les métaux, à l'antinomie dureté/ténacité. Cependant, le compromis peut être plus ou moins à l'avantage de telle ou telle propriété, selon le traitement mis en œuvre, comme le montrent les quelques exemples suivants.

### 6.1 Ténacité

C'est le premier critère à prendre en compte car il évolue, globalement, à l'inverse de la résistance. Ainsi, le facteur d'intensité de contrainte  $K_{Ic}$  peut être relié à la charge de rupture (figure 25).

Une analyse plus fine permet de mettre en évidence l'effet de certains paramètres de traitement thermique sur la ténacité. Globalement, la structure aiguillée (phase  $\beta$  transformée) est favorable, d'autant plus que la phase  $\alpha$  primaire globulaire est en faible quantité : il est probable que la propagation des fissures est gênée par la juxtaposition des plaquettes  $\alpha$ . À côté de la trempe depuis le domaine  $\beta$ , excellente en ténacité mais rejetée par manque d'allongement à la rupture, il faut citer le recuit de recristallisation (haut du domaine  $\alpha + \beta$ ) qui assure un bon compromis (figure 14). De même, les recuits multiples (cf. tableau 4) améliorent la ténacité (sans adoucissement notable) par la stabilisation de la phase  $\beta$  qu'ils entraînent.

### 6.2 Résistance à la fatigue

Ce cas est plus complexe que le précédent car il fait intervenir :

- la résistance à l'amorçage de la fissure, qui met en jeu l'état de surface et d'éventuels traitements superficiels (§ 6.6) en plus de la qualité propre du métal ;
- la résistance à la propagation lente des criques, qui se rapproche de la ténacité (résistance à la propagation brutale) étudiée au paragraphe précédent ;
- la nature du cycle imposé (nombre et forme des cycles).

Sans entrer dans le détail, qui est d'ailleurs encore l'objet d'études approfondies, on peut dire que :

- pour la fatigue oligocyclique, la propagation est prépondérante : on se rapprochera des structures à haute ténacité (§ 6.1) ;
- s'il s'y superpose un effet palier (maintien de la charge au cours de chaque cycle), on aura intérêt, en plus, à favoriser la résistance au fluage (§ 6.3) ;
- pour la fatigue à grand nombre de cycles, l'amorçage est le facteur important : il faut alors rechercher des structures  $\alpha + \beta$  stables, très tortueuses et à grains très fins ; on les obtient exclusivement par une gamme thermomécanique appropriée : elle doit se terminer par une déformation à la plus basse température possible (il faut cependant tenir compte des risques de criques), suivie d'un recuit classique.

### 6.3 Fluage

Pour cette propriété, on conseille généralement un traitement en phase  $\beta$  (ou dans le haut du domaine  $\alpha + \beta$ ) qui poursuit deux buts :

- obtenir une structure entièrement (ou essentiellement) aiguillée, plus résistante au fluage ;
- permettre la mise en solution de la quantité maximale de silicium qui améliore la résistance au fluage (§ 4.2.2).

Il faut signaler ici le problème de la stabilité à chaud des alliages de titane, qui sera abordé plus loin (§ 7.6).

### 6.4 Microstructures en collier

Ces microstructures sont, rappelons-le, obtenues par combinaison de traitements thermomécaniques (forgeage, laminage...) et de traitements thermiques. Les alliages  $\beta$  ont plus facilement tendance à les former. Le tableau 5 montre le très bon compromis ainsi obtenu pour le  $\beta$ -CEZ, sur le plan résistance-ténacité-fluage.

### 6.5 Corrosion sous contrainte

Les risques de corrosion sous contrainte apparaissent dans les alliages de titane :

- à froid dans l'eau de mer (en présence d'entailles aiguës seulement) ;
- dans certains milieux particuliers (tel le méthanol anhydre) ;
- à chaud, en présence de NaCl fondu.

Les critères de résistance sont globalement proches de ceux qui améliorent la ténacité :

- les structures  $\alpha$  sont sensibles à la corrosion sous contraintes ;
- les structures  $\beta$  ou  $\alpha'$  ont une bonne résistance ;
- les alliages  $\alpha + \beta$  ont une sensibilité croissante avec la teneur en aluminium, contrecarrée par l'addition d'éléments bêtagènes.

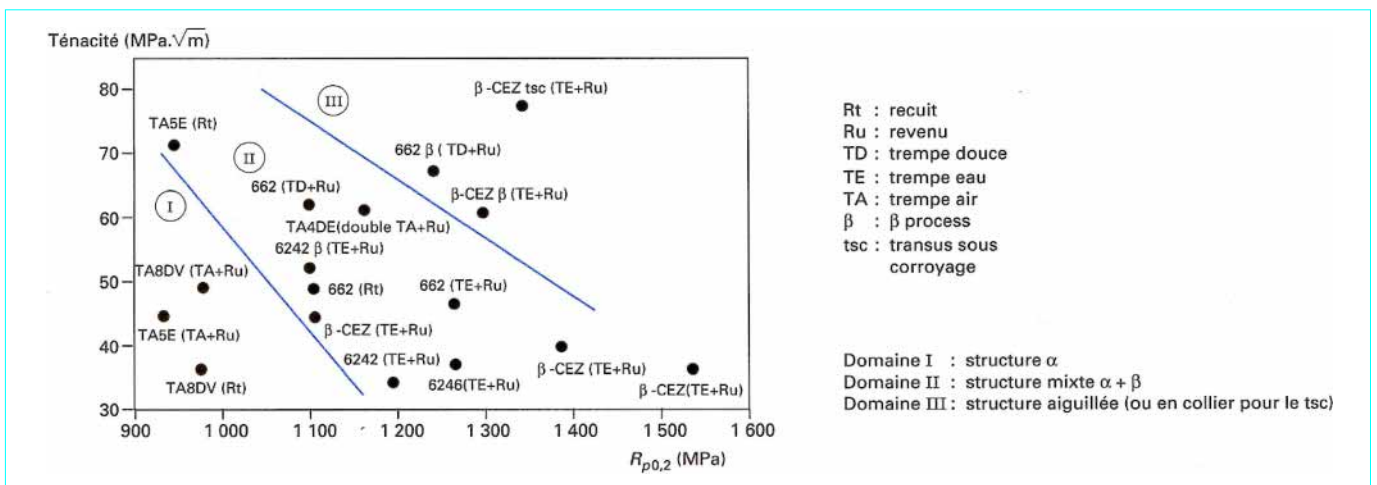


Figure 25 - Relation résistance-ténacité dans les alliages de titane

**Tableau 5 – Influence de la morphologie de la microstructure du  $\beta$ -CEZ sur le compromis résistance-ténacité pour un même allongement (10 % env.) (1)**

Morphologie	$R_m$	$R_{p0.2}$	A	$K_{Ic}$	Fluage (h) 400 °C/0,2 %/600 MPa
	(MPa)	(MPa)	(%)	(MPa · $\sqrt{m}$ )	
Équiaxe (2)	1 358	1 272	11	35	20
Lamellaire (3)	1 215	1 111	8,4	74	80
Collier (4)	1 346	1 287	10	73	100

(1) Après forgeage, l'ensemble des produits a subi la trempe à l'eau, de même qu'après mise en solution les vieillissements ont été effectués entre 600 et 630 °C.

(2) Barre laminée  $\varnothing$  70 mm.

(3) Pancake  $\beta$  process  $\varnothing$  300 mm.

(4) Barre forgée  $\varnothing$  80 mm.

## 6.6 Usure et grippage

La tendance au grippage du titane est bien connue et lui ferme de nombreux emplois en mécanique. L'amélioration de ses qualités de frottement préoccupe toujours de nombreux chercheurs. L'abondance des publications et brevets sur le sujet prouve qu'aucune solution satisfaisante n'a été encore mise au point [27]. 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 zone corticale, doivent être employés avec la plus grande prudence et qu'après une étude approfondie de leur influence : ils ont en général un effet néfaste plus ou moins prononcé sur la résistance à la fatigue.

## 6.7 Traitements sur pièces moulées

Sur pièces de fonderie, la structure est aiguillée (§ 2.3) et le restera au cours des traitements ultérieurs. On peut appliquer tous les cycles décrits précédemment, avec cependant une réponse qui peut être légèrement différente, du fait de la structure.

Signalons un cas particulier de traitement thermomécanique spécifique des pièces moulées : la compression isostatique à haute température [35], qui permet, par fluage, de ressouder les porosités internes, ce qui améliore fortement les caractéristiques d'emploi (fatigue principalement) des ces produits.

## 6.8 Traitements après soudage

Les alliages  $\alpha$ , qui ne répondent pas aux traitements thermiques, sont soudables par tous les procédés courants, sans précautions particulières autres que leur protection contre la contamination par l'air ou les gaz utilisés.

Le soudage des alliages  $\alpha + \beta$  est plus délicat, car cette opération introduit localement un traitement thermique, promoteur de réactions complexes de mise en solution et/ou de vieillissement. Le comportement observé est donc assez variable, suivant le mode de soudage et la nature de l'alliage.

En effet, la fusion conduit à des structures aciculaires (§ 2.3.1) que l'on ne pourra pas faire évoluer et qui peuvent avoir une ductilité médiocre (gros grains et/ou précipitations de phase  $\omega$ , cf. (§ 2.1.5), surtout pour les alliages  $\alpha + \beta$  fortement stabilisés, soudés en forte épaisseur.

Seuls les traitements de détente sont effectués après soudage, sauf pour les alliages  $\beta$  où l'on a intérêt à pratiquer la trempe sur la pièce soudée.

## 7. Précautions à prendre lors des traitements thermiques

Il n'est pas possible de terminer cette étude sans passer en revue les précautions liées à la conception des traitements thermiques des alliages de titane et les précautions à prendre pour les minimiser, sinon les éliminer.

Elles sont de quatre ordres :

- l'homogénéisation des pièces ;
- les déformations, en liaison avec la mauvaise conductivité du métal et son faible module d'élasticité (cf. article *Propriétés du titane et de ses alliages* [36]) ;
- la contamination liée à la forte réactivité du titane vis-à-vis de l'atmosphère ;
- les fragilisations spécifiques au titane.

Pour lutter efficacement, il faut disposer de fours précis non polluants et souples (possibilités de trempes rapides en particulier).

### 7.1 Paramètres thermophysiques

Ce sont les paramètres qui conditionnent l'équation de la chaleur dans le matériau. Il s'agit de la capacité thermique massique, de la conductivité thermique et de l'émissivité. Les évolutions de ces trois paramètres en fonction de la température sont données sur la figure 26)

On constate qu'en moyenne la conductivité thermique massique pour le titane est environ quatre fois plus faible que pour le fer [60 W/(m · K)], 12 fois plus faible que pour l'aluminium [200 W/(m · K)] et 23 fois plus faible que pour le cuivre [340 W/(m · K)].

En particulier, au cours des traitements thermiques, si la surface du produit est apparemment à la température voulue, il peut en être autrement à cœur. Il faut se garder de ne considérer que la température de surface et calculer le temps requis en four pour atteindre l'homogénéité (cf. § 7.2).

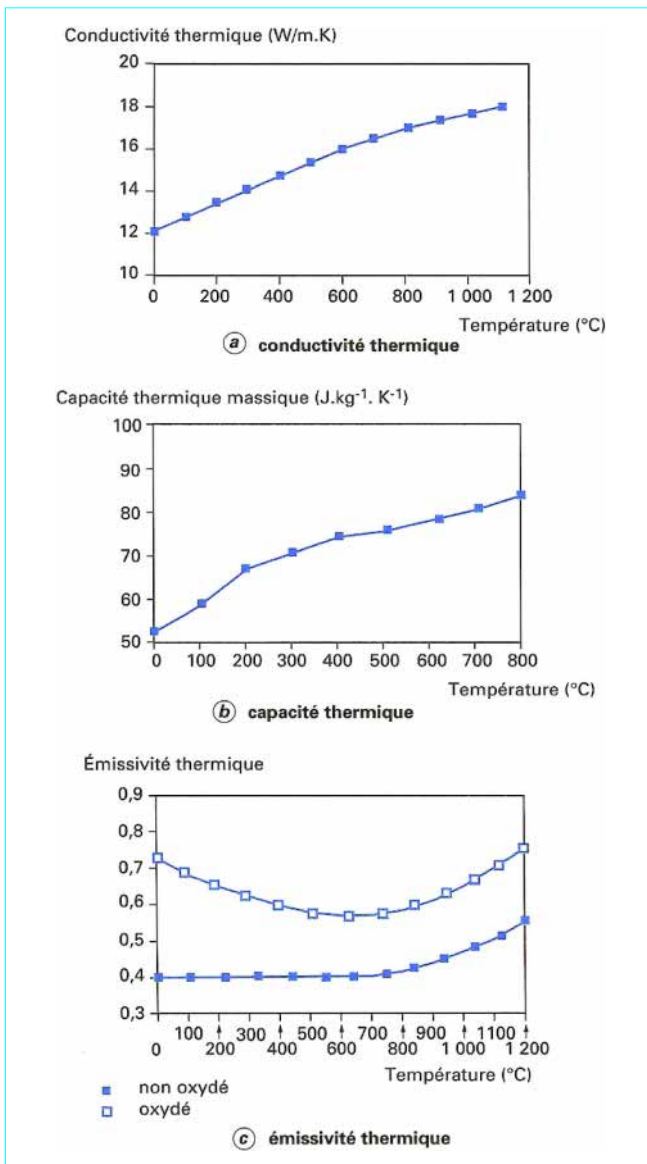


Figure 26 – Évolution des paramètres thermophysiques de l'alliage TA6V avec la température

## 7.2 Homogénéisation des produits

Le temps de maintien est principalement fixé par la taille et la forme des produits à traiter, et peut varier de quelques minutes pour les tôles à quelques heures pour les barres et pièces de forte section. La trempe doit être effectuée sur un produit dont la température est homogène.

Chez le fabricant, les traitements consistent souvent à chauffer la pièce à partir de la température ambiante jusqu'à la température de consigne. La figure 27 présente des résultats de simulation numérique résolvant l'équation de la chaleur pour des produits cylindriques de rapport longueur/diamètre > 3.

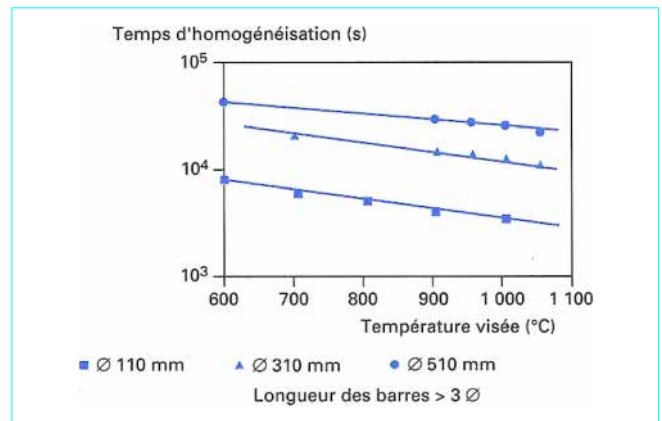


Figure 27 – Temps d'homogénéisation de barres en alliage TA6V en fonction de la température visée

Quand la taille du produit diminue, le temps d'homogénéisation (défini pour la figure 27 par le temps pour atteindre :  $T_{visée} - 2\text{ °C}$ ) diminue lui aussi.

Un ordre de grandeur acceptable consiste à dire qu'il faut une minute de maintien par millimètre d'épaisseur ; cela peut permettre, sur des produits de massivité voisine, d'estimer le temps nécessaire pour atteindre la température visée à cœur.

## 7.3 Choix et réglage des fours

Le titane et ses alliages sont généralement traités dans des fours également utilisés pour l'acier, c'est-à-dire soit des fours à flammes chauffés aux hydrocarbures, soit des fours électriques. Ces derniers sont généralement les plus appréciés pour éviter les problèmes de chargement en hydrogène.

Dans tous les cas, comme il est dit plus loin (§ 7.5.3), le plus grand soin est à apporter dans :

- la préparation des pièces ;
- la propreté du four ;
- le réglage de l'atmosphère (oxydante) ;
- le réglage des températures.

L'équipement peut être variable suivant les cas et peut aller du simple four, possédant un contrôle précis de température et associé à une cuve à eau, aux installations spécialisées pour le traitement d'ensembles complexes.

### 7.3.1 Fours de trempe

Les fours de trempe sont soit des fours électriques, soit des fours à moufle chauffés au gaz ou au fuel. En vue de réduire les contaminations et d'augmenter la production, le chauffage par résistance ou par induction est utilisé dans le cas de barres, profilés ou pièces d'assez faibles dimensions.

### 7.3.2 Milieux de trempe

De nombreux alliages de titane exigeant des trempes énergiques, le milieu de trempe le plus largement utilisé est l'eau. Cependant, la trempe à l'huile de faible viscosité et à haut point d'éclair a été utilisée, en particulier pour des tôles. Les huiles généralement employées pour les aciers conviennent également, mais les duretés obtenues à l'état vieilli, pour des épaisseurs supérieures à 3 mm environ, sont notablement plus faibles qu'avec une trempe à l'eau.

### 7.3.3 Fours de revenu

Ils sont de même type que les fours de trempe (§ 7.3.1) ; cependant, comme ils opèrent à des températures plus faibles, variant de 450 à 650 °C, ils peuvent être équipés de ventilateurs pour assurer une meilleure homogénéité de température. En raison même de ces températures plus faibles, l'oxyde produit lors du traitement à l'air est peu épais et facilement éliminé par voie chimique ou mécanique.

### 7.3.4 Fours de recuit sous vide

Le recuit sous vide est resté très longtemps un traitement de laboratoire ; cependant, cette technique, qui constitue le seul moyen de déshydrogéner par diffusion un produit contaminé, s'est imposée industriellement. Les premières installations ont été destinées au traitement des tôles minces.

La température maximale, qui dépend de la puissance des éléments chauffants et de l'efficacité des écrans de radiation, est généralement limitée à 1 200 °C, température largement suffisante pour les alliages de titane. Le vide peut atteindre  $5 \times 10^{-1}$  à  $5 \times 10^{-2}$  Pa.

Il existe actuellement des fours continus de recuit sous vide, utilisés principalement pour traiter des bobines de fil ou de tôle en titane non allié. Cependant, le traitement sous vide étant assez onéreux, il n'est généralement appliqué que pour :

- déshydrogéner un produit contaminé ;
- tenir compte d'une contamination ultérieure en hydrogène, connue, mesurable donc prédictible mais inévitable (lors de traitements chimiques superficiels par exemple) ;
- traiter des produits dont les dimensions n'autorisent pas l'élimination d'une telle contamination.

Le traitement sous vide, n'éliminant pas les couches contaminées par l'oxygène ou d'autres éléments, ne présente plus d'intérêt si une certaine quantité d'hydrogène peut être tolérée et (ou) si les couches contaminées par l'oxygène peuvent être éliminées ultérieurement par voie mécanique ou chimique (§ 7.5.2).

## 7.4 Déformations

D'une manière générale, et pour des produits de forme simple, les distorsions en cours de traitement thermique sont minimales lorsque les conditions de chauffage, trempe ou refroidissement respectent la symétrie du produit.

### 7.4.1 Valeurs dimensionnelles globales

Les opérations de trempe peuvent apporter de légères variations dimensionnelles, liées à la transformation allotropique et dont la valeur dépend du traitement effectué. Ces variations étant de quelques millièmes en valeur relative (et pouvant atteindre 1/100), elles doivent être prises en considération pour le traitement de produits de grandes dimensions. Il existe en effet une légère différence entre les directions long et travers (effet de texture).

### 7.4.2 Dressage et planage au cours du recuit

Les distorsions lors du recuit de barres ou de tôles de faible épaisseur ( $e < 5$  mm) étant difficiles à éviter, le dressage des barres et le planage des tôles, pour des tolérances de rectitude ou de planéité serrées, ont été des problèmes difficiles à résoudre.

Étant donné la résistance élevée des alliages de titane et leur important retour élastique, dû à un faible module d'élasticité à la

température ambiante, ces opérations sont généralement effectuées à chaud sur planeuse à rouleaux (ou dresseuse à galets) ou par traction. Cependant, d'après les résistances au fluage relativement faibles des alliages de titane, le planage peut s'effectuer au cours même du recuit par exemple, en plaçant la (ou les) tôle(s) entre marbres métalliques (acier), éventuellement placés sous charge en atmosphère neutre ou oxydante (§ 7.5).

### 7.4.3 Déformations au cours de la trempe

Pour réduire les distorsions au cours de la trempe, on peut envisager divers moyens [28], adaptés à chaque cas particulier :

- les produits longs et minces tels que tôles, profilés, tubes, etc., peuvent être suspendus verticalement dans des fours puits chauffés électriquement, et également trempés verticalement, la planéité ou la rectitude peuvent être encore améliorées en accrochant des poids au bas des produits ;

- les tôles peuvent être trempées au défilé par arrosage simultané sur les faces inférieure et supérieure, entre la sortie du four de trempe (four horizontal à rouleaux) et la planeuse à rouleaux (l'arrosage pouvant être poursuivi dans la planeuse elle-même).

### 7.4.4 Déformations au cours du revenu

Pour éviter les déformations au cours du revenu de pièces ou d'assemblages complexes, on les bride dans des montages rigides avant traitement. Le matériau constituant le montage doit avoir un coefficient de dilatation voisin de celui de l'alliage traité, dans le domaine considéré, afin d'éviter des distorsions supplémentaires. L'idéal serait que le montage soit de même nature que le produit traité, mais cette solution étant très chère, on utilise généralement de l'acier doux, nickelé électrolytiquement pour résister à l'oxydation. On doit, dans certains cas, tenir compte des différences de dilatation.

Pour certaines applications, on peut, de la même manière, éliminer une déformation préexistante (due à la trempe, au soudage, à la libération des contraintes lors du soudage...) ou, même, imposer une forme donnée au produit, en le fixant sur un montage rigide approprié, puis en portant l'ensemble pendant un certain temps à une température telle que les contraintes initialement imposées au produit se relaxent complètement. On a alors un formage par fluage à chaud sur gabarit.

La figure 28 montre le temps de retour à la planéité de tôles en TA6V, pliées puis maintenues sous pression entre matrices plates à diverses températures.

## 7.5 Contamination

La haute réactivité chimique du titane aux températures élevées le rend contaminable par la plupart des éléments et, en particulier, par les gaz, lesquels affectent assez fortement ses propriétés mécaniques. Nous nous limiterons aux deux cas suivants.

### 7.5.1 Oxydation à l'air

Aux températures de transformation à chaud ou de traitements thermiques, le titane et ses alliages se recouvrent d'une couche composée de divers oxydes et sous-oxydes, avec mise en solution solide d'oxygène dans le métal sous-jacent. Il en résulte une augmentation considérable de la dureté et une grande fragilité superficielle (figure 29). Il faut alors non seulement retirer (par action mécanique ou chimique) la couche d'oxyde, mais aussi la couche contaminée en oxygène pour éviter tout problème.

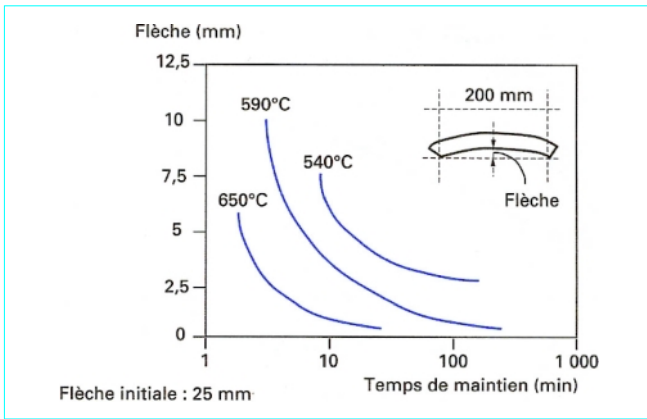


Figure 28 – Influence du revenu sur la relaxation des déformations de l’alliage TA6V

### 7.5.2 Hydrogénation

La décomposition de la vapeur d’eau, des hydrocarbures ou des matières organiques, au contact de titane, conduit à un chargement en hydrogène au cours des traitements thermiques. Étant donné le coefficient de diffusion important de l’hydrogène aux températures élevées, cette contamination est généralement massive et peut conduire à des fragilités importantes par suite de précipitations d’hydrures, dans les cas les plus graves.

On minimise ce type de contamination par réglage des fours en flamme oxydante ou mieux par traitement en four électrique. Pour éliminer l’hydrogène fixé, et notamment dans le cas des produits minces (tôles, tubes, fils de petit diamètre), on peut éventuellement avoir recours au recuit de dégazage sous vide : ce type de traitement s’applique indifféremment au titane et à ses alliages, à température au moins égale à 600 °C sous un vide d’au moins  $10^{-2}$  Pa ; l’efficacité du traitement croît avec la température et le niveau du vide.

### 7.5.3 Remarque

On pourrait ajouter les contaminations par nitruration, carburation et action du fer, de ses oxydes et des chlorures (par exemple, les sels issus des marques de doigts). Tout cela milite en faveur d’une propreté rigoureuse des ateliers de traitement.

## 7.6 Fragilisation

Comme on l’a vu précédemment (§ 2.1.5), deux cas de fragilisation peuvent apparaître dans les alliages de titane, soit au cours de traitements thermiques, soit lors d’emplois à chaud.

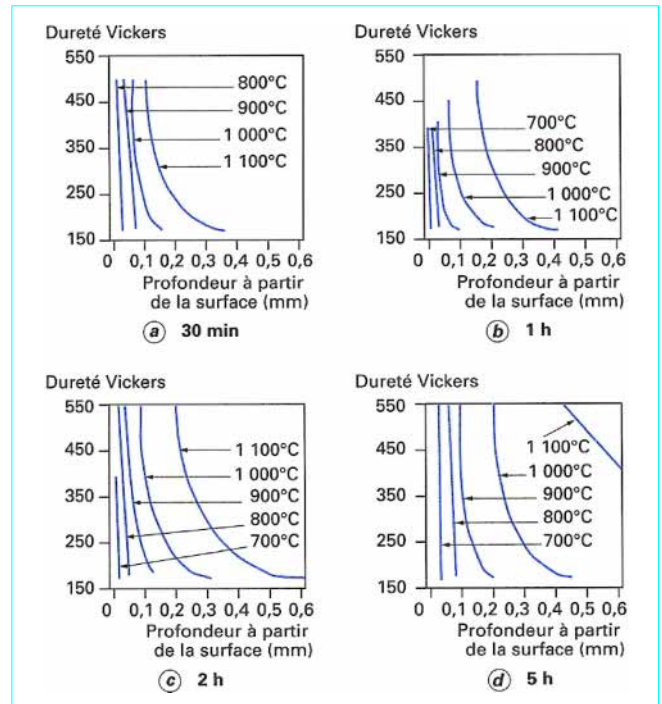


Figure 29 – Oxydation au cours des traitements : effet sur la dureté du titane non allié

### 7.6.1 Phase ω

Pour éviter la formation de la phase ω fragilisante, dans les alliages qui y sont susceptibles, la trempe doit être énergique ; elle est suivie d’un vieillissement suffisamment long à des températures assez élevées (généralement supérieures à 425 °C) pour assurer la dissolution des germes ω éventuellement formés (transformation en phase α).

Cela explique également la présence d’aluminium dans la plupart des alliages de titane commerciaux type α + β car, en plus de la faible densité, de la résistance à l’oxydation et de la tenue à chaud qu’il leur confère, il évite (ou du moins retarde) la formation de cette phase fragilisante

### 7.6.2 Phases ordonnées

L’addition d’aluminium, qui retarde la formation de la phase ω, doit cependant être limitée car, en cas de trop forte teneur, une instabilité et une fragilité sous contrainte apparaissent. Cela s’explique soit par la formation de structures ordonnées, soit par le rassemblement de dislocations en structures planes. La température accélère ces phénomènes et, rapidement, l’alliage perd toute plasticité. On a pu identifier, dans certains cas, une phase Ti<sub>3</sub>Al, aboutissement final de la réaction de mise en ordre (§ 3.3.2).

## 8. Conclusion

Au terme de ce tour d'horizon sur les traitements thermiques des alliages de titane, il est bon d'en rappeler les grands principes.

— La transformation allotropique  $cc \rightarrow hc$  est exclusivement de type martensitique (au moins pour la germination) et on obtient une structure aciculaire.

— Pour obtenir la structure équiaxe (légèrement plus ductile), il faut mettre en œuvre des traitements thermomécaniques non développés ici [31].

— Le traitement thermique aura plus ou moins d'effet sur les structures, ainsi que sur les diverses caractéristiques mécaniques

que l'on peut demander à l'alliage, selon que la structure de départ sera entièrement équiaxe ou totalement (ou partiellement) aiguillée.

— Le durcissement dû à la trempe étant faible, sinon nul, il faut faire appel à d'autres mécanismes ; le plus utilisé est la précipitation de phase  $\alpha$  à partir de la phase  $\beta$  trempée (phase  $\alpha'$ ) ou hypertrempée (phase  $\beta_m$ ).

— Selon le compromis de propriétés recherché, on sera amené à faire varier la proportion de phase  $\beta$  de l'alliage avant trempe, soit par modification de composition, soit par ajustement de la température de maintien avant trempe.

— Enfin, du fait de leur réactivité vis-à-vis de l'environnement, les alliages de titane devront faire l'objet de précautions simples, mais impératives, lors des traitements thermiques.

# Traitements thermiques des alliages de titane

par **Yves COMBRES**

Ingénieur de Recherches à CEZUS

et **Bernard CHAMPIN**

Directeur Recherches et Développement à CEZUS

## Bibliographie

### Références

- [1] McQUILLAN (A.D.) et McQUILLAN (M.K.). – *Metallurgy of the rarer metals-4 Titanium*. Butterworths Sc. Publ. (1956).
- [2] *Titanium alloys handbook*. MCIC-HB-02, Battelle Columbus Laboratories, déc. 1972.
- [3] *Titanium science and technology*. AIME Proceedings of the 2nd International Titanium Conference Cambridge USA (1972).
- [4] *Titanium'80 science and technology*. AIME Proceedings of the 4th International Conference on Titanium Kyoto Japan (1980).
- [5] *Military handbook titanium and titanium alloys*. MIL-DBK-697 A (1974).
- [6] CHAUDRON (G.). – *Monographies sur les métaux de haute pureté*. t. II Masson (1977).
- [7] HANSEN (M.). – *Constitution of binary alloys*. McGraw-Hill Book Co (1958).
- [8] ELLIOT (R.P.). – 1st supplement (1965).
- [9] SHUNK (F.A.). – 2nd supplement (1969).
- [10] MOFFATT (W.G.). – *The handbook of binary phase diagrams*. General Electric Co (1977).
- [11] PRINCE (A.). – *The constitutional diagrams of alloys : a bibliography*. Inst. Metals Monograph and Report Series (GB) n° 2 (1956).
- [12] PRINCE (A.). – *Multicomponent alloy constitution bibliography*. Metals Society 1955-1973 (1978) et 1974-1977 (1981).
- [13] SERAPHIN (L.). – *Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques*. Mém. Sci. Rev. Metal. (F) 62, n° 4, p. 291-304, avr. 1965.
- [14] SYRE (R.). – *Caractérisation, sélection et utilisation des alliages de titane*. AGARD-LS-51-71, p. 7-1 à 7-23 ONERA.
- [15] CROSSLEY (F.A.). – *Titanium rich end of the titanium equilibrium diagram*. Trans. TMS AIME (USA) 236, p. 1 174-85 (1966).
- [16] MANOUBI (T.). – *Évolution structurale de l'alliage de titane 685*. Thèse, Paris-Sud Orsay, 5 juil. 1978.
- [17] RHODES (C.G.). – *Influence of alpha/beta interface phase on fracture toughness and fatigue crack growth rate in Ti-6Al-4V*. Rockwell International AD-AO82 456/5. American Technical Publishers Ltd, fév. 1980.
- [18] RHODES (C.G.) et PATON (N.E.). – *The influence of alpha/beta interface phase on tensile properties of Ti-6Al-4V*. Metall. Trans. A (USA) 10A, n° 11, p. 1 753-8, nov. 1979.
- [19] CHENU (F.) et al. – *La phase  $\alpha$  à l'interface alpha/bêta dans l'alliage de titane*. Scripta Metal. (USA) 13, p. 951-7 (1979).
- [20] McQUILLAN (M.K.). – *Phase transformation in titanium and its alloys*. Metall. Reviews (GB) 8, n° 29, p. 41-104 (1963).
- [21] WISKEL (S.J.), YOUDELIS (W.Y.) et PARR (J.G.). – *Alpha-beta transformation in titanium*/Trans. AIME (USA) 215, p. 875-6, oct. 1959.
- [22] BIBBY (M.J.) et PARR (J.G.). – *The  $\beta$ - $\alpha$  transformation in titanium*. J. Inst. Metals (GB) 92, n° 10, p. 341 (1964).
- [23] GLEN (J.W.) et PUGH (S.F.). – *The effect of phase transformations on the orientation of zirconium crystals*. Acta Metal. (USA) p. 520, 2 mai 1954.
- [24] BROCK (E.G.). – *Field-emission microscopy of an allotropic transformation :  $\alpha$ - $\beta$  titanium*. Physical Rev. (USA) 100, n° 6, p. 1 619-26 (1955).
- [25] PPOPRIANO (P.J.) et al. – *Phase transformation and strengthening mechanisms in alloys Ti-6Al-4V*. Trans. ASM (USA) 62 (1969).
- [26] ALHERITIERE (E.), MOISAN (J.), MOLINIER (R.) et SYRE (R.). – *New feature in the heat treatment of Ti-6Al-6V-2Sn-Cu-Fe titanium alloys*. AIME Proceedings of the 2nd International Titanium Conference, Cambridge USA (1972).
- [27] DE GELAS (G.), SERAPHIN (L.), TRICOT (R.) et CASTRO (R.). – *Les traitements de surface du titane et de ses alliages*. 3<sup>e</sup> Journée d'Étude sur le Titane, Nantes, CEZUS Ugine-Aciers (1973).
- [28] DENIS (S.) et al. – *Étude des contraintes résiduelles de traitement thermique dans l'alliage TA6ZD*. Rapport DRET 76/325.
- [29] BÜRGERS (W.G.). – *The process of transition of the cubic body-centered modification into the hexagonal close-packed modification of zirconium*. Metallwirtschaft (D) 13, p. 785 (1934) et Physica (NL) 1, p. 561 (1934).
- [30] GUERET (G.), HOUSSIN (B.), FRIES (J.F.), CIZERON (G.) et LACOMBE (P.). – *Étude d'alliages de titane. 1<sup>re</sup> partie. Cas du TA<sub>6</sub>V<sub>6</sub>E<sub>2</sub>*. Rapport final de synthèse du contrat de recherches DRME n° 70/631. Laboratoire de Métallurgie Physique Orsay, mars 1973.
- [31] COMBRES (Y.) et CHAMPIN (B.). – *Transformation des alliages de titane : état actuel et perspectives* — Matériaux et techniques, vol. 79, p. 31-41.
- [32] SERAPHIN (L.) et CASTRO (R.). – *Traitements thermiques du titane et de ses alliages*. La Technique Moderne (F) 58, n° 2, p. 33-41, fév. 1966.
- [33] CASTRO (R.) et SERAPHIN (L.). – *Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V*. Mém. Sci. Rev. Métal 5F) 63, n° 12, p. 1 025-58, déc. 1966.
- [34] MOLINIER (R.), SERAPHIN (L.), TRICOT (R.) et CASTRO (R.). – *Développements récents et critères d'emploi des alliages de titane pour l'industrie aéronautique*. Rév. Métallurgique (F) 71, n° 1, p. 1-17, janv. 1974.
- [35] COMBRES (Y.). – *Pratique des Matériaux Industrielle DUNOD* (1993).

### Techniques de l'Ingénieur

- [36] COMBRES (Y.). – *Propriétés du titane et de ses alliages*. M557, traité Matériaux métalliques, mars 1999.
- [37] COMBRES (Y.). – *Mise en forme des alliages de Titane*. M3160, Traité Matériaux métalliques, juin 1999.

## Normalisation

### **American National Standards Institute (ANSI)**

Military Specification (MIL)

MIL-H-81200 A Heat treatment of titanium and titanium alloys.

### **Society of Automotive Engineers (SAE)**

Aerospace Materials Specifications (AMS)

Titanium alloys

AMS 4 900 à AMS 4 998

### **Battelle Columbus Laboratories**

Aerospace structural Metals Handbook

### **American Society for Testing and Materials (ASTM)**

B 265-93 Specification for titanium and titanium alloy strip, sheet and plate

B 348-93 Specification for titanium and titanium alloy bars and billets

B 381-93 Specification for titanium and titanium alloy forging

F 467-90 b Specification for nonferrous nuts for general use

F 467 M-90 b Specification for nonferrous nuts for general use [Metric]

F 468-90 b Specification for nonferrous bolts, hex cap screws, and studs for general use

F 468 M-90 b Specification for nonferrous bolts, hex cap screws, and studs for general use [Metric]

---