



**HAL**  
open science

**Contribution à l'étude du comportement  
pseudo-élastique d'un alliage bêta métastable  
applications aux arcs orthodontiques :**

Pascal Laheurte

► **To cite this version:**

Pascal Laheurte. Contribution à l'étude du comportement pseudo-élastique d'un alliage bêta métastable applications aux arcs orthodontiques :. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2003. Français. NNT : 2003METZ027S . tel-01749795

**HAL Id: tel-01749795**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749795>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

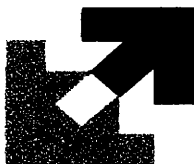
BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	2003 0805
Cote	S / M <sub>3</sub> 03 / 27
Loc	



**INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE**

**THESE**  
Présentée à

→ 23/12/2003



UNIVERSITE DE METZ

Par **Pascal LAHEURTE**

Pour l'obtention du grade de :

**DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE METZ**

SPECIALITE : Sciences de l'Ingénieur

OPTION : Sciences des Matériaux

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT PSEUDO-ELASTIQUE D'UN ALLIAGE DE TITANE BETA METASTABLE, APPLICATIONS AUX ARCS ORTHODONTIQUES**

**Soutenue le 23 juin 2003**

Devant le jury composé de :

Mme M.J. PHILIPPE  
M. A. EBERHARDT

Professeur à l'Université de Metz  
Professeur à l'ENIM

Directeur de thèse  
Directeur de thèse

MM. J. DRIVER

Directeur de Recherches à l'Ecole  
des Mines de St Etienne

Rapporteur

M. MORIN  
M. HUMBERT  
L. DEBLOCK

Professeur à l'INSA de Lyon  
Professeur à l'Université de Metz  
Professeur à la Faculté Dentaire  
de Nancy

Rapporteur  
Examinateur  
Membre invité

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



031 536070 3

PPN 086 24 4094

*A ma femme Brigitte pour son soutien,  
Aux enfants*

## REMERCIEMENTS

*Ce travail, mené conjointement à mon activité d'enseignant certifié à l'IUT- GMP de METZ, a été réalisé au sein du laboratoire d'Etudes des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM-CNRS UMR 7078) en collaboration avec le Laboratoire de Physique et Mécaniques des Matériaux (LPMM-UMR 7554). Ces deux laboratoires font partie de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique de l'Université de METZ.*

*Je voudrais tout d'abord témoigner de ma reconnaissance envers les Professeurs M.J. Philippe et A. Eberhardt pour m'avoir pris sous leur responsabilité ; je les remercie pour leur disponibilité et la confiance qu'ils m'ont accordées durant toutes ces années. Leurs expériences complémentaires dans l'étude des matériaux a été pour moi une source d'informations très enrichissante.*

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance aux Professeurs M. Morin de l'INSA de LYON et J. Driver de l'Ecole des Mines de St-ETIENNE de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs dans ce jury.*

*Il me tient à cœur de remercier le Professeur L. Deblock de la Faculté Dentaire de NANCY pour sa collaboration et pour l'intérêt qu'il a porté à ce sujet, ainsi que pour son aide dans le développement futur de ce projet.*

*Mes remerciements vont aussi au Professeur M. Humbert pour son aide en matière de texture et pour sa disponibilité.*

*Je les remercie tous deux pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de participer à ce jury.*

*Que le Professeur C. Esling soit également remercié pour avoir accepté de relire un passage de cette thèse ainsi que A. Tidu, Maître de Conférence au LETAM pour ses conseils dans les mesures dynamiques des caractéristiques élastiques.*

*Je remercie les Professeurs F. Wagner, Directeur du LETAM et E. Patoor, Directeur du LPMM pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire et pour la confiance qu'ils m'ont témoignée.*

*Je remercie toutes les personnes qui ont contribué à ce travail, tout particulièrement MM. C. Laruelle, A. Thil, J.S. Lecomte du LETAM et P.Moll du LPMM pour leur initiation aux différentes techniques mises en œuvre.*

*Je tiens enfin à remercier mes jeunes collègues « thésards » pour l'ambiance de travail à la fois studieuse et sympathique ainsi que Mme Boschian, collègue enseignante à l'IUT GMP, qui a bien voulu relire ce mémoire.*

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT  
PSEUDOELASTIQUE D'UN ALLIAGE DE TITANE BETA METASTABLE  
APPLICATIONS AUX ARCS ORTHODONTIQUES.**

**I) INTRODUCTION**

**II) CARACTERISTIQUES DES FILS ORTHODONTIQUES**

II-1) Problématique du fil " idéal "

II-11) Principe d'un appareillage orthodontique

II-12) Caractéristiques recherchées

II-2) Alliages de titane et NiTi utilisés en orthodontie

II-21) Alliages Nitinol™ et NiTi superélastique

II-22) Le Bêta III (TMA™)

II-3) Caractéristiques comparées des alliages de titane NiTi et Bêta III utilisés en orthodontie

II-31) Module d'élasticité (E), limite d'élasticité ( $\sigma_e$ ) et rapport  $\sigma_e/E$

II-32) Influence de la section du fil sur les caractéristiques mécaniques

II-33) Effet détente et rigidité

II-34) Biocompatibilité

II-35) Soudabilité

II-4) Comportement pseudoélastique

II-41) Transformation martensitique

II-42) Effet caoutchoutique

II-43) Effet superélastique

II-5) Développements récents d'alliages de titane et NiTi pour applications  
orthodontiques/brevet TMA™

II-6) Conclusions

**III) METALLURGIE DES ALLIAGES DE TITANE METASTABLE ( $Ti\beta_m$ )**

III-1) Introduction

III-2) Influence des éléments d'alliage et classification des alliages de titane

III-3) Approche énergétique de la classification des alliages de titane  $\beta$

III-4) Phases rencontrées dans les alliages de titane  $\beta$  métastables ( $\beta_m$ )

III-41) Phases obtenues par trempe

III-42) Phases obtenues par revenu

III-43) Phases induites sous contrainte

- III-5) Déformation plastique par maillage
- III-6) Conditions d'activation des modes de déformation
  - III-61) Effet des éléments d'addition sur la stabilité de la phase et sur le mode de déformation
  - III-62) Influence de la température de mise en solution sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$
  - III-63) Rôle de la phase  $\omega$  athermique dans l'activation de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$
- III-7) Cristallographie de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$
- III-8) Transformation induite sous contrainte dans le Bêta III et le Ti-(11-14)Mo
  - III-81 ) L'alliage Bêta III
  - III-82) Mécanismes de déformation observés
- III-9) Conclusions

#### **IV) OPTIMISATION DE LA PSEUDOELASTICITE DU BETA III - ANALYSE DES RESULTATS**

##### **IV-1) COMPARAISON DES CARACTERISTIQUES DES FILS EN BETA III DISPONIBLES SUR LE MARCHE**

- IV -11) Objectif de l'étude
- IV -12) Méthodes expérimentales
  - IV-121) Mesures du module d'élasticité E
  - IV-122) Test de flexion trois points
- IV -13) Caractéristiques mécaniques comparées
- IV -14) Composition chimique des différents fils.
- IV -15) Identification des phases par diffraction X
- IV-16) Texture cristallographique des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  d'un fil tréfilé
  - IV-161) Conditions de mesures des figures de pôles expérimentales
  - IV-162) Figures de pôles expérimentales et recalculées de la phase  $\beta$ , figures de pôles expérimentales de la phase  $\alpha''$
  - IV-163) Analyse qualitative de la sélection des variantes dans la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$
- IV -17) Conclusions

##### **IV-2) EFFETS DE LA PRECIPITATION DES PHASES $\alpha$ ET $\omega$ SUR LE MODULE D'ELASTICITE APPARENT ET LA DEFORMATION RECOUVRABLE.**

- IV-21) Introduction

- IV-22) Conditions expérimentales
- IV-23) Variation de E lors des traitements de précipitation et de réversion de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$
- IV-24) Fractions volumiques des phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  précipitées
- IV-25) Effets des traitements thermiques sur les propriétés pseudoélastiques
- IV-26) Analyse quantitative des phases  $\omega_{\text{isoth}}$  et  $\alpha$
- IV-27) Conclusion

#### IV-3) INFLUENCE DE LA DEFORMATION EN TRACTION UNIAXIALE SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE DU TITANE BETA III

- IV-31) Influence de la déformation sur le module d'élasticité apparent et la déformation recouvrable des alliages NiTi
- IV-32) Résultats expérimentaux
  - IV-321) Influence de la déformation imposée
  - IV-322) Comparaison avec l'état tréfilé
  - IV-323) Analyse des phases par diffraction des RX
  - IV-324) Evolution de la fraction de phase  $\alpha''$  suivie par des mesures de résistivité au cours de l'essais de traction
    - IV-3241) Méthode expérimentale
    - IV-3242) Variation de résistivité électrique lors des essais de traction
- IV-33) Conclusion

#### IV-4) ETUDE DE LA CROISSANCE DE GRAIN - OPTIMISATION DE LA MICROSTRUCTURE

- IV-41) Introduction
- IV-42) Recristallisation et croissance du grain bêta après déformation à froid
- IV-43) Méthodes expérimentales
  - IV-431) Etude de la croissance du grain par plan d'expériences
  - IV-432) Préparation des échantillons et mesure de la taille moyenne de grain
- IV-44) Croissance du grain recristallisé dans le domaine bêta
  - IV-441) Résultat du plan d'expériences – Distribution des tailles de grain
  - IV-442) Effets des paramètres et interactions entre paramètres - Modélisation
  - IV-443) Constantes de croissance du grain recristallisé en condition isotherme
  - IV-444) Tailles de grains dans les fils
- IV-45) Conclusion



## **IV-5) INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE LA TEMPERATURE DE MISE EN SOLUTION SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE EN TRACTION**

### **IV-51) Conséquences d'une température de mise en solution élevée**

IV-511) Sur le comportement mécanique

IV-512) Sur la composition chimique

IV-513) Sur la présence de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  après trempe

IV-514) Rôle de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  sur le comportement pseudoélastique

IV-52) Effet de la taille de grains sur le comportement pseudoélastique

## **V) CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES**

### **ANNEXES – Méthodes expérimentales**

ANNEXE 1 - MESURE DU MODULE D'ELASTICITE PAR VIBRATION

ANNEXE 2 - TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE

ANNEXE 3 - PLAN D'EXPERIENCES

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE  
D' UN ALLIAGE DE TITANE BETA METASTABLE.  
APPLICATION AUX ARCS ORTHODONTIQUES**

**I) INTRODUCTION**

Les alliages de titane sont généralement utilisés dans l'aéronautique pour leur excellente rigidité spécifique. Dans le biomédical, on apprécie la biocompatibilité de certains alliages de titane et souvent leur faible module d'élasticité. En orthodontie, on recherche, en plus, une aptitude à la recouvrance de forme qui est très marquée dans les alliages Nickel-Titane (NiTi). Cependant, ces derniers alliages ont une ductilité réduite, qui limite l'aptitude à la mise en forme.

Le fil de titane métastable Bêta III pour applications orthodontiques, actuellement commercialisé dans un état fortement écroui est un compromis acceptable entre ductilité, module d'élasticité apparent et recouvrance de forme, d'où son succès depuis sa mise sur le marché dans les années 80.

La recouvrance de forme est rarement exploitée en dehors de l'orthodontie. Cette propriété, il la doit à la pseudoélasticité qui se manifeste après l'écrouissage induit par le procédé de mise en forme, ici le tréfilage.

Le but de ce travail est d'étudier le rôle de la microstructure sur la pseudoélasticité pour en augmenter l'amplitude afin de se rapprocher des caractéristiques du NiTi, tout en conservant une ductilité suffisante.

En effet, l'élaboration de ces alliages, en plus des problèmes liés au titane, est rendue difficile par le point de fusion élevé du molybdène. Nous nous limiterons à ces aspects sans vouloir intervenir sur la composition de l'alliage. Il reste donc comme paramètres d'optimisation : les phases en présence, la taille de grain et l'écrouissage de l'alliage.

Depuis les années 1980, les orthodontistes s'orientent de plus en plus vers l'utilisation de fils susceptibles de délivrer des forces contrôlées dites « physiologiques », c'est-à-dire faibles, qui soient les plus constantes possibles afin d'améliorer l'efficacité des traitements et d'éviter les réactions inflammatoires.

Cette évolution a été rendue possible par l'utilisation de matériaux possédant des rigidités très diverses, afin de disposer, dans la phase active de déchargement du fil, d'une gamme de forces étendues, indépendamment de la forme et des dimensions de la section. Selon Burstone, on est passé d'une orthodontie à section variable à une orthodontie à module d'élasticité variable.

Les arcs dentaires répondant à ces critères sont réalisés à partir de fils appartenant à deux catégories d'alliages de titane : les NiTi (Nickel-Titane) et l'alliage de titane métastable Bêta III.

Les fils en NiTi ont d'excellentes propriétés, reprise de forme et bas module, mais la ductilité réduite limite les possibilités de mise en forme par le praticien. Pour cette raison, ils sont souvent utilisés sous forme d'arcs préformés. La biocompatibilité du nickel, responsable de réactions allergiques est toujours d'actualité. La directive européenne de juin 1994 [1] limitant le taux de nickel dans les alliages ne concerne que les produits « destinés à entrer en contact prolongé avec la peau ». Paradoxalement, les appareils destinés à rester dans le corps humain ou se trouvant en contact avec la cavité buccale ne sont pas concernés, cette situation soulève de nombreuses questions[2].

L'alliage Bêta III ne contient pas de nickel et présente des caractéristiques mécaniques qui le situent entre l'acier inoxydable et le NiTi, de plus, il est soudable. Cet alliage a été mis au point dans les années 1970 par le Crucible Research Center USA dans des applications aéronautiques pour sa ductilité à froid et son aptitude à être durci par précipitation après mise en forme. « Redécouvert » par C.J.Burstone et A.J. Goldberg, il a fait l'objet en 1979 d'un brevet pour des applications orthodontiques. Le fil proposé aux praticiens dans un état fortement écroui par tréfilage présente un comportement pseudoélastique linéaire. Son module d'élasticité est encore élevé et sa déformation recouvrable est inférieure à celle des alliages NiTi. De plus, sa faible ductilité limite son aptitude à la mise en forme.

La pseudoélasticité repose sur une transformation de phase réversible et une réorientation des variantes de martensitique induites sous contrainte. Nous avons donc recherché l'état micro structural et les conditions de déformation les plus favorables à une déstabilisation de la phase mère bêta, nécessaire à l'obtention de l'effet pseudoélastique .

Dans le premier chapitre nous évoquerons la problématique d'un arc « idéal » et nous comparerons le comportement pseudoélastique du Bêta III en le situant par rapport à ses principaux concurrents. Nous terminons ce chapitre par une synthèse bibliographique des études récentes et des brevets concernant les alliages de titane ayant pour vocation des applications en orthodontie.

Le second chapitre est une étude bibliographique des alliages de titane bêta métastable ( $Ti\beta_m$ ). Nous décrirons les phases rencontrées dans ces alliages ainsi que les modes de déformations activés, glissement plastique, maclage et transformation de phase.

La stabilité de la phase bêta est caractérisée par sa facilité ou non à se décomposer en phase oméga athermique  $\omega_{ath}$  lors de la trempe ou en martensite  $\alpha''$  lors de la déformation. Nous évoquerons les conditions favorisant l'une ou l'autre de ces phases et l'influence de la phase  $\omega_{ath}$  sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ . Enfin, nous rappellerons les travaux de différents auteurs sur l'identification de cette phase dans l'alliage Bêta III.

Dans le troisième chapitre nous aborderons et discuterons l'influence de la précipitation, de la prédéformation plastique et de la taille des grains sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage Bêta III.

**La première partie** est consacrée aux résultats d'une étude préliminaire portant sur les caractéristiques comparées des fils TMA mis à la disposition des orthodontistes par différents fournisseurs. En effet, l'alliage n'étant plus protégé par son brevet depuis 1999, d'autres fabricants que la société ORMCO (Glendora, Californie) proposent ce même produit. Cette étude se justifie par des différences de comportement clinique constatées par le praticien et permettra d'objectiver son appréciation des produits.

**La deuxième partie** est consacrée à l'étude de l'influence des précipitations de phases alpha et oméga sur le module d'élasticité et les propriétés mécaniques.

**La troisième partie** porte sur l'effet de la déformation de l'alliage trempé métastable. La transformation de phase  $\beta \Leftrightarrow \alpha''$  sera mise en évidence par une succession de cycles charge - décharge en traction uniaxiale et permettra de suivre l'évolution du module apparent d'élasticité et de la déformation recouvrable. Des essais en flexion, plus proches de la sollicitation clinique, confirmeront l'amélioration des propriétés. La présence de martensite  $\alpha''$  sera déterminée par diffraction des rayons X. Des mesures de variation de résistivité sur la courbe cycle charge - décharge serviront à distinguer les effets de la déformation plastique de ceux provenant de la transformation de phase.

Pour pouvoir étudier l'influence de la taille de grain sur le comportement mécanique nous avons, dans une **quatrième partie**, mis en place un modèle pour prévoir la taille de grain recristallisé. De façon à prendre en compte plusieurs paramètres influençant la croissance du grain, une stratégie type plan d'expérience a été choisie.

**La cinquième partie** est consacrée à l'étude de l'effet de la taille moyenne de grain sur le comportement pseudoélastique. Le choix de la température de mise en solution a également des conséquences sur la modification chimique et la présence de la phase  $\omega_{ath}$  qui précipite lors du refroidissement rapide depuis le domaine bêta. Ces résultats justifieront une série d'expériences supplémentaires pour apprécier le rôle joué par la phase oméga athermique sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

## **Chapitre II - CARACTERISTIQUES DES FILS ORTHODONTIQUES**

### **II-1) Problématique du fil “ idéal ”**

II-11) Principe d'un appareillage orthodontique

II-12) Caractéristiques recherchées

### **II-2) Alliages de titane et NiTi utilisés en orthodontie**

II-21) Alliages Nitinol™ et NiTi superélastique

II-22) Le Bêta III ( TMA™ )

### **II-3) Caractéristiques comparées des alliages de titane NiTi et Bêta III utilisés en orthodontie**

II-31) Module d'élasticité (E), limite d'élasticité ( $\sigma_e$ ) et rapport  $\sigma_e/E$

II-32) Influence de la section du fil sur les caractéristiques mécaniques

II-33) Effet détente et rigidité

II-34) Biocompatibilité

II-35) Soudabilité

### **II-4) Comportement pseudoélastique**

II-41) Transformation martensitique

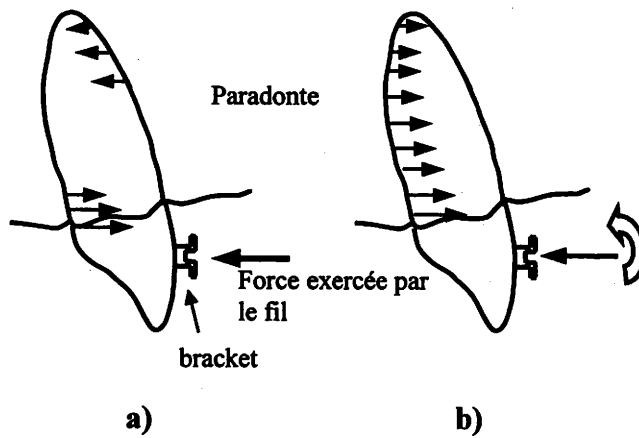
II-42) Effet caoutchoutique

II-43) Effet superélastique

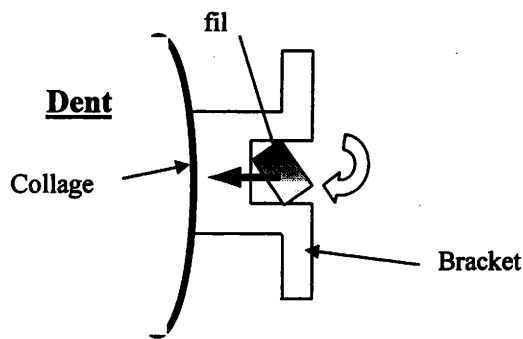
### **II-5) Développements récents d'alliages de titane et NiTi pour applications orthodontiques/brevet**

TMA™

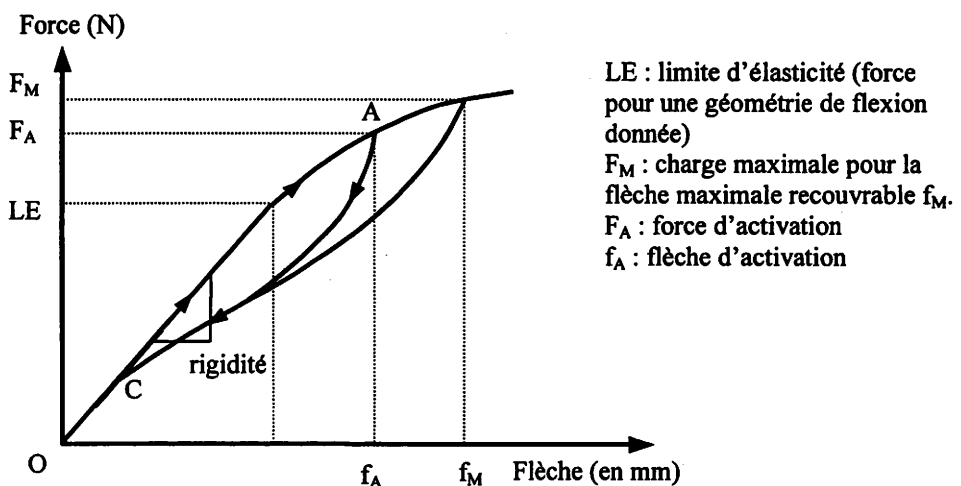
### **II-6) Conclusions**



**Figure 2.1** Réactions exercées par une force ou un système de forces au niveau du paradonte  
 a) une force horizontale déplace la dent en version (déplacement plus rotation) : les pressions sont maximales au niveau de la gencive  
 b) l'application d'une force et d'un couple déplace la dent sans version si le rapport force / moment reste constant [6]



**Figure 2.2** Fil dans sa fixation (bracket). L'ajustement du fil dans son logement permet de bien maîtriser le moment de torsion.



**Figure 2.3** Courbe force / déplacement (flèche). OA trajet au chargement (activation), AC trajet au déchargement (désactivation) pendant le traitement.

## II) CARACTERISTIQUES DES FILS ORTHODONTIQUES

### II-1) Problématique du fil " idéal "

#### II-11) Principe d'un appareillage orthodontique

D'après Burstone [3][4][5], « Le mouvement dentaire est subordonné à l'application d'un système de forces permettant d'appliquer à la membrane périodontale une contrainte idéale pendant le déplacement dentaire ».

L'application d'une force localisée sur une dent développe une pression maximale sur la partie opposée de la gencive **figure 2.1-a**). La partie apicale (pied de la racine) de la membrane périodontale est également soumise à une pression. Au cours de déplacement, la dent va effectuer une rotation autour d'un point situé en dessous de la gencive [6].

#### Le rapport moment force

En superposant à cette force un moment, **figure 2.1-b**), la pression sera répartie plus uniformément sur la racine et la dent effectuera une translation sans rotation. Pour que le déplacement se fasse toujours dans la direction souhaitée, il faut que le rapport moment / force reste le plus constant possible.

Pour appliquer un moment, le fil doit être solidaire du verrou ou bracket qui est fixé sur la dent par collage en début de traitement. La solution adoptée consiste à utiliser un fil de section rectangulaire ajusté au mieux dans la rainure du verrou. Le jeu dans le bracket engendré par l'utilisation d'un fil de section plus faible, utilisé pour réduire la force, rend plus difficile la maîtrise de l'amplitude du moment (**figure 2.2**).

#### Le rapport charge / déplacement

La valeur de la force développée par un arc, en fonction de sa précharge ou **activation**, est fournie par la courbe force - déplacement du fil (**figure 2.3**).

La courbe force - déplacement des matériaux habituels est une droite qui s'infléchit à partir d'un point correspondant à la limite d'élasticité (LE). En dessous de cette limite, la flexion est proportionnelle à la force. La pente de cette droite, quotient de la force par le déplacement (flèche), est la rigidité en flexion, appelée **rapport charge - déplacement** par le praticien. Elle dépend du module d'élasticité, mais aussi des caractéristiques géométriques du fil et de la distance entre les attaches. Dans une configuration donnée, elle s'exprime en Newtons/millimètre (ou en "gramme/millimètre") Pour les alliages superélastiques, la courbe n'est pas linéaire et ce rapport n'est plus constant. On définit alors une force maximale  $F_M$  pour une flèche maximale recouvrable  $f_M$ .

## II-12) Caractéristiques recherchées

Actuellement, la physiologie du déplacement dentaire préconise l'utilisation de fils développant des forces faibles et aussi constantes que possible afin d'éviter les réactions inflammatoires et d'améliorer le confort du patient [3][7][8][9].

Pour répondre à cet impératif, le praticien peut agir sur deux paramètres :

- la section du fil, en la diminuant tout en conservant le même matériau (**orthodontie à section variable**) ;
- le matériau, en choisissant celui qui possède un faible module d'élasticité, en conservant cette fois une section constante (**orthodontie à module variable** -Burstone 1981).

Cette dernière alternative présente un avantage indéniable pour le praticien. En effet, pour maîtriser la force, mais surtout le moment, le fil doit être ajusté au mieux dans sa fixation. Or le système de fixation du fil (bracket, tube) est collé sur la dent pour toute la durée du traitement. Le remplacement d'un fil bien ajusté par un fil de section inférieure entraîne donc une perte de contrôle de l'amplitude du moment (cf. figure 2.2).

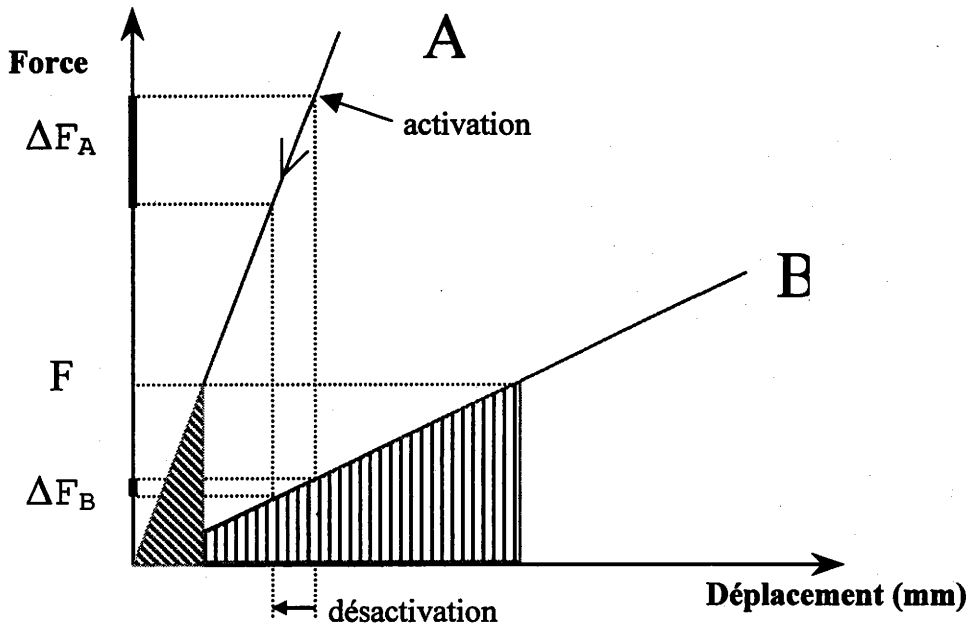
L'orthodontie traditionnelle a évolué vers une solution matériau à bas module ayant des déformations recouvrables importantes. Cette nouvelle conception de l'orthodontie à module variable préconise de sélectionner le type d'alliage en fonction des impératifs au cours du traitement. En choisissant le matériau plutôt que la section, le praticien a la possibilité de faire varier l'amplitude du système de forces tout en ayant un meilleur contrôle du déplacement dentaire. Le jeu entre le verrou et l'arc devient indépendant des forces et moments nécessaires aux déplacements dentaires, la section du fil étant quasiment constante durant le traitement.

Bien que le choix des propriétés d'un fil puisse être différent selon l'application, généralement trois caractéristiques déterminent un fil idéal :

- 1) Le fil doit pouvoir fléchir le plus possible sans déformation permanente et donc avoir une large déformation recouvrable (springback ou retour élastique pour les matériaux usuels), une limite d'élasticité élevée et un bas module d'élasticité.
- 2) A section égale, le fil doit avoir une rigidité plus petite que celle de l'acier (le matériau de référence) pour pouvoir développer des forces plus faibles. Ceci assure au clinicien un meilleur contrôle des déplacements dentaires et lui permet d'espacer la réactivation du fil.
- 3) L'alliage doit aussi avoir une ductilité suffisante pour permettre la confection de boucles, de ressorts, sans risque de rupture.

Dans les tests de caractérisation mécanique des fils, le rapport limite d'élasticité / module d'élasticité,  $\sigma_e/E$ , qui caractérise la déformation élastique est souvent évoqué [10]. Il est représentatif de la déformation élastique et parfaitement adapté aux matériaux traditionnels. Lorsque ce rapport est élevé, l'arc reste longtemps efficace.





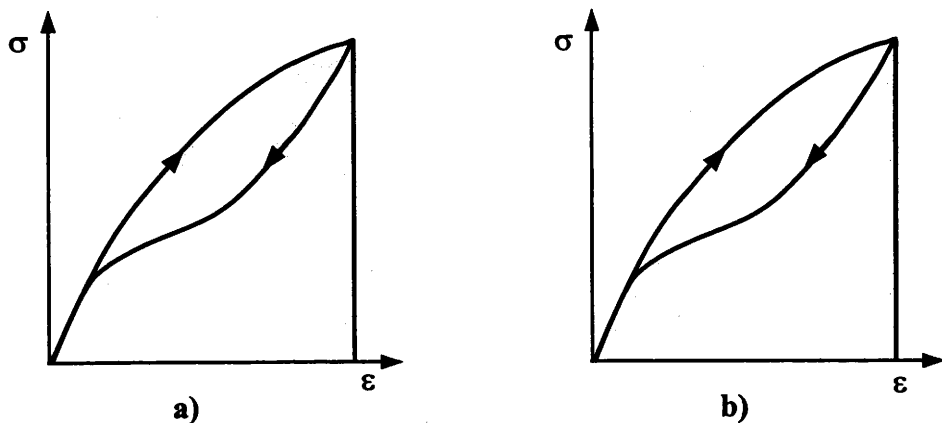
**Figure 2.4** Optimisation du rapport charge – déplacement (flèche) [14]

Soit deux appareils présentant des rapports charge -déplacement différents

Pour un déplacement donné, (A) délivre une force plus grande que (B). Ce qui implique aussi :

- un contrôle de l'intensité de la force plus rigoureux en (B) qu'en (A) . Une erreur d'activation entraînera une force bien supérieure à la force souhaitée
- une désactivation (liée au déplacement de la dent) entraînant une diminution de l'intensité de la force plus élevée en (A) qu'en (B), ce qui est moins souhaitable.
- une activation de (B) sur une plus grande distance sans déformation permanente. L'énergie recouvrable emmagasinée en (B) assimilée à l'aire sous la courbe est plus importante (moindre changement du fil)

On recherchera donc un rapport charge déplacement faible dans la partie active du fil



**Figure 2.5** a) Energie de déformation en charge et b) énergie recouvrable pendant la durée du traitement

Cependant, l'utilisation de cette grandeur pour caractériser les fils appelle plusieurs observations :

- un alliage possédant une limite d'élasticité et un module d'élasticité important peut avoir le même rapport  $\sigma_e/E$  qu'un alliage à bas module possédant une faible limite d'élasticité (figure 2.4 - fils A et B) ;
- la déformation élastique (correspondant à la limite de proportionnalité entre charge et déplacement) est différente de la déformation maximale recouvrable (figure 2.3) ;
- ce rapport, mentionné dans les test comparatifs, [3][11][12][13] n'est pas adapté aux alliages superélastiques. La courbe  $\sigma-\epsilon$ , dans le domaine où la déformation est recouvrable, n'est pas une droite et la valeur du module d'élasticité (sécant ou tangent) varie en fonction de la contrainte.

De même, la mesure de l'énergie élastique, représentée par l'aire sous la portion élastique de la courbe de charge (appelée "résiliency" par les Anglo-Saxons), ne permet pas d'évaluer la quantité de travail disponible pour le déplacement d'une dent (figure 2.5). Comme le fil travaille toujours en déchargement (trajet AC sur la figure 2.3), il est préférable de s'intéresser à l'énergie "récupérable" des fils, lors de la désactivation, qui diffère sensiblement de l'énergie de déformation [15].

## II-2) Alliages utilisés en orthodontie

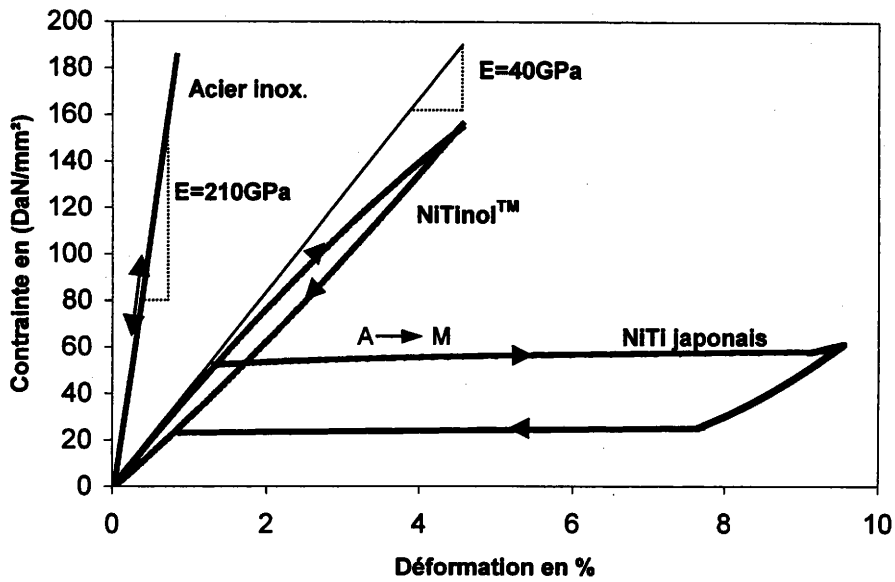
On distingue deux types d'alliages de titane utilisés pour la fabrication des fils orthodontiques modernes :

- les alliages NiTi, dont le précurseur est le Nitinol™ (52 %Ni-45 %Ti-3 %Co)
- l'alliage Bêta III (dont la forme commerciale est le TMA™ de composition : Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn - brevet de Burstone [7])

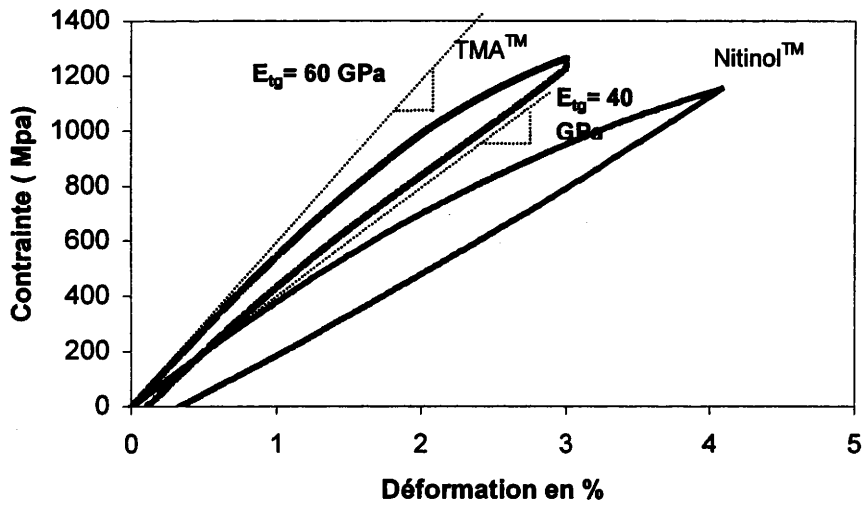
### II-21) Les alliages NiTi

On peut différencier deux types d'alliages NiTi en fonction de leurs propriétés élastiques :

→ les NiTi écrouis dits de première génération. Le premier mis sur le marché est le Nitinol™ découvert par William Buehler (1962), métallurgiste américain. L'utilisation clinique date de 1972 et ses propriétés particulières sont mises en valeur par Andreasen et col.(1973)[16]. Il s'avère que c'est l'effet caoutchoutique (décrit au paragraphe II-42) du Nitinol™ qui est utilisé en orthodontie. Le fil est livré pré-écroui, ce qui lui donne la rigidité nécessaire mais limite aussi fortement les possibilités futures de transformation martensitique ainsi que sa ductilité. En revanche, son faible module d'élasticité et ses propriétés élastiques en font un fil remarquable, qui délivre des forces faibles avec un minimum de déformation permanente [17]. Apparaissent au cours des décennies suivantes des dérivés du Nitinol™, gardant la même composition nominale à quelques variantes près (Titanal™, Orthonol™..).



**Figure 2.6** Courbes de traction de fils de diamètre 0,4 mm pour l'acier inoxydable, le Nitinol™, le NiTi japonais (d'après Miura et col.[21] )



**Figure 2.7** Courbes de traction du NiTi écroui (d'après Duerig [23] et du TMA™ [nos résultats])

→ Ceux qui possèdent des propriétés de superélasticité à température ambiante, les NiTi superélastiques ou NiTi SE. Ces alliages plus récents se trouvent initialement en phase austénitique. Ils subissent une transformation de phase réversible austénite  $\leftrightarrow$  martensite (décrit au paragraphe II-43) lors de l'activation puis de la désactivation du fil. Le NiTi chinois (NiTi™), développé spécialement pour les applications orthodontiques [18], et le NiTi japonais développé au même moment par Miura et col.(Sentinol™) [19][20] possèdent une température de transformation  $A_f$  égale à 20 °C (température de fin de transformation de la martensite en austénite) conférant à ces alliages des propriétés élastiques supérieures au Nitinol™ et à ses dérivés. Les formes commerciales les plus usitées sont : le Nitinol SE™, le Sentinol™, et le NiTi™.

La **figure 2.6** illustre le comportement en traction de ces deux types d'alliage de titane comparés à celui de l'acier (d'après [21])

### **II-22) Le Bêta III ( TMA™ )**

En 1980, Burstone introduit en orthodontie un alliage appelé TMA™ (Titanium Molybdenum Alloy) après avoir déposé un brevet en mars 1979 [22]. Le TMA™ déjà connu des métallurgistes depuis les années 1970 et dénommé Bêta III, est commercialisé par la société Ormco Corp. Glendora California USA.

Selon Burstone, le TMA™ possède un équilibre très intéressant au niveau de ses propriétés. Il présente une faible rigidité, une déformation recouvrable élevée, une bonne malléabilité et de plus, il est soudable à lui-même, ce qui le rend polyvalent dans un grand nombre de traitements [7]. Ses propriétés élastiques le situent entre les alliages d'acier inoxydable et les NiTi.

La **figure 2.7** compare les courbes de traction charge – décharge typique du fil TMA™ avec celle d'un NiTi écroui [23]. Le module d'élasticité (tangente à l'origine de la courbe en charge) est plus élevé pour le TMA™. La déformation recouvrable après décharge du TMA est sensiblement inférieure à celle du NiTi écroui. Les caractéristiques de ces alliages sont décrites plus précisément au chapitre suivant.

### **II-3) Caractéristiques comparées des alliages de titane NiTi et Bêta III utilisés en orthodontie**

Nous avons vu que le fil orthodontique est le plus souvent soumis à des sollicitations complexes (figure 2.1) :

- une force axiale, négligeable, de traction ou de compression ;
- un moment de torsion suivant l'axe du fil ;
- une force perpendiculaire à l'axe du fil, produisant une flexion.

Test	Protocole	Auteurs [références]	fil testés	propriétés
TRACTION	test conventionnel de traction	Goldberg, Burstone[7][11]	TMA™, acier inox.	$\sigma_e$ , $\sigma_r$ , E, $\sigma_e/E$
		Goldberg, Vanderby, Buestone[9]	acier inox	E, $\sigma_e$
		Drake [13]	NiTi, TMA™	$\sigma_e$ , $\sigma_r$ , $\sigma_e/E$
		Miura[19]	acier inox., Niti, TMA Niti SE jap.	Courbe charge - flexion
		Kusy et Stush[24][25]	TMA™, NiTi (Nitinol™)	$\sigma_e$ , $\sigma_r$ , E, A%
		Shastri [26]	TMA™, Ti13V-11Cr-3Al	E, $\sigma_e$
		Asgharnia, Brantley[12]	Acier inox., Cr-Co-Ni, NiTi, TMA™	E, $\sigma_e$
FLEXION	Flexion 3-5 points	Kusy, Stush [24]	TMA™, NiTi (Nitinol™)	E,
		Kusy, Greenberg[25][27]	TMA™, NiTi (Nitinol™)	ratio E et $\sigma_e$ (NiTi/TMA) -abaques
		Nikolai, Anderson, Messersmith[28]	acier inox., Niti, TMA	rigidité, déformation élastique
		Miura[19]	acier inox., Niti, TMA™ Niti SE jap.	courbe déflexion/charge
	Encastrement	Asgharnia, Brantley[12]	Acier inox., Cr-Co-Ni (Elgiloy™), NiTi (Nitinol™), TMA™	E, $\sigma_e$
		Drake[13]	NiTi, TMA™	$\sigma_e$ , $\sigma_r$ , $\sigma_e/E$ , énergie emmagasinée
		Goldberg, Morton, Burstone[11]	acier inox., NiTi, Cr-Co-Ni, TMA™	E
		Goldberg, Burstine, Koenig[29]	acier inox., Niti, TMA™	moment fléchissant
		Khier, Brantley, Fournelle[30]	NiTi, NiTi chinois et japonais	moment fléchissant, déformation permanente
	Enroulement sur mandrin	Ingram, Gipe, Smith[31]	acier inox., NiTi, Cr-Co-Ni, TMA™	mesure de la déformation après déroulement
TORSION		Kusy, Greenberg[25]	TMA™, NiTi (Nitinol™)	rapport E et $\sigma_e$ (NiTi/TMA) -abaques
		Drake, Wayne, Powers, Asgar[32]	TMA™, NiTi	énergie emmagasinée, retour élastique
		Andreasen, Morrow[16]	TMA™, NiTi, acier inox.	énergie emmagasinée, retour élastique

Tableau 2.1

Récapitulatif des tests effectués sur les fils orthodontiques

Dans cette partie nous nous intéresserons principalement aux caractéristiques en traction et flexion. Les comparaisons des valeurs issues de la littérature sont rendues difficiles du fait de la multiplicité des protocoles d'essais, tout particulièrement en flexion. Le **tableau 2.1** récapitule les tests effectués par différents auteurs, en traction, flexion et torsion sur ces différents fils ainsi que les propriétés mesurées.

**II-31) Module d'élasticité (E), limite d'élasticité ( $\sigma_{e,0,1\%}$ ) et rapport  $\sigma_{e,0,1\%}/E$  :**

Module d'élasticité

Le **tableau 2.2** récapitule les valeurs mesurées du module d'élasticité d'après différents auteurs, obtenues dans des tests de traction et de flexion.

Auteurs [référence]	E déterminé en flexion (GPa)		E déterminé en traction (GPa)	
	Nitinol	TMA	Nitinol	TMA
Kusy et Stush [24][25][27]	44,4* - 33,4**	72,4***		
Asgharnia [12]	38-55	79,3-95,2	34,5(1)	64,8
Goldberg--Morton-Burstone[11][7]	45,2 <sup>±1,3</sup>	71,7 <sup>±4,1</sup>	39	68
Drake[13]	26-32	53-60	29, 7(2)	68,7
Goldberg-Burstone-Koenig- [29]	-	64,8-69,6		

**Tableau 2.2** Module d'élasticité déterminé en traction ou en flexion (\* = moyenne pour les fils ronds ; \*\* = moyenne pour les fils carrés et rectangulaires ; \*\*\* = moyenne pour tous les fils)

Fournisseurs :

- NiTi écroui = NiTi™ Ormco Corporation, Glendora, Calif. (2)
- = Nitinol™ Uniteck Corporation, Morovia, Calif. (1 et 2)
- = Orthonol™ Rocky Mountain Orthodontics, Denver, Colo. (2)
- = Sentinel™ GAC International, Inc., Commack, N.Y. (2)
- = Titanal™ Lancer Pacific, Inc, Carlsbad, Calif. (2)
  
- TMA™ = Titanium Molybdenum Alloys, Ormco Corporation, Glendora, Calif.

Les NiTi écrouis possèdent un module d'élasticité inférieur de moitié à celui du TMA™ ; soit respectivement 6 et 3 fois moins que le module de l'acier (équivalent à 220 GPa)

Les courbes (cf. figure 2.6) contrainte - déformation en traction réalisées par Miura et col.[21] de différents fils de diamètre 0,4mm montrent que les fils en acier inoxydable vérifient la loi de Hooke jusqu'à 200 MPa.

Pour les alliages NiTi superélastiques (figure 2.6) et pour les alliages Nitinol™ et TMA™ (figure 2.7) la contrainte n'est plus proportionnelle à la déformation.

Par conséquent, le module d'élasticité apparent (défini à partir de la courbe en charge) n'est pas une donnée pertinente pour décrire la déformation recouvrable de ces alliages. De plus, la courbe au

Auteurs [ref.]	$\sigma_{e,0,1\%}$ en traction (GPa)			$\sigma_{e,0,1\%}$ en flexion (Gpa)	
	NiTi	TMA™	Acier inox.	NiTi	TMA™
Asgharnia et col. [12]	0,34 (0,2 à 0,55)	0,65 (0,62 à 0,69)	1,3 à 1,89	0,56 (0,39 à 0,69)	1,14 (0,96 à 1,31)
Drakelet col.[13]	0,31	0,86	-	0,45	0,97
Goldberb et col. [7][11]	-	1,17	-	-	-
Kusy et Stush [24]	-	-	-	0,48**- 0,59*	0,72***

**Tableau 2.3** Limite d'élasticité conventionnelle moyenne (l'origine des fils est identique au tableau précédent) - \* moyenne pour des fils ronds, \*\* moyenne pour des fils carrés et rectangulaires, \*\*\* moyennes toutes sections

Auteurs [ref.]	$\sigma_{e,0,1\%}/E \times 10^{-2}$ en traction			$\sigma_{e,0,1\%}/E \times 10^{-2}$ en flexion	
	NiTi	TMA™	Acier inox.	NiTi	TMA™
Asgharnia et col.1986[12]	9,8	10,3	7,7 à 11	12	13,1
Drakelet col.-1981[13]	10,4	12,5	-	15	14,9
Goldberb et col.1982[11]	-	18	-	-	-
Kusy et Stush-1987[24]	-	-	-	13,5*-14,4**	10***

**Tableau 2.4** Rapport  $\sigma_{e,0,1\%}/E$  suivant différents auteurs - moyenne pour des fils \* ronds, \*\* carrés et rectangulaires, \*\*\* toutes sections.

déchargement (représentative des forces délivrées par le fil pendant le traitement) n'est plus superposable à la courbe en charge (hystérésis).

Limite d'élasticité ( $\sigma_e$ ) en traction et flexion ( $\sigma_{e,0,1\%}$  définie conventionnellement pour 0,1% de déformation)

Le **tableau 2.3** présente les valeurs moyennes de la limite conventionnelle d'élasticité pour des fils de différentes sections. On constate que :

- pour tous les tests, flexion ou traction, la limite d'élasticité du NiTi est sensiblement égale à la moitié de celle du TMA™ ;
- les valeurs obtenues en traction sont toujours inférieures à celles obtenues en flexion. Ceci peut s'expliquer par l'hétérogénéité de la déformation en flexion. La fibre extérieure est déformée plastiquement en traction avant que le seuil de plasticité ne soit détecté.

Rapport  $\sigma_{e,0,1\%}/E$

Le rapport  $\sigma_{e,0,1\%}/E$  en flexion du Nitinol™ est comparable à celui du TMA™ et dépasse de 30 à 40% la valeur obtenue sur l'acier. On note également les valeurs supérieures obtenues en flexion.

Les rapports  $\sigma_{e,0,1\%}/E$  (**tableau 2.4**) laissent supposer que les performances des ces alliages sont identiques. Les NiTi sont avantagés par un module d'élasticité plus faible qui permet d'utiliser des fils de plus forte section en conservant une rigidité équivalente. Ces fils s'adaptent mieux aux brackets en limitant le jeu. On note également la valeur particulièrement élevée de ce rapport obtenu par Goldberg et col. pour le TMA™.

## **II-32) Influence de la section sur les caractéristiques mécaniques**

### **En traction**

Kusy et col. [24] ont réalisé une étude sur l'influence de la section sur les propriétés en traction du Nitinol (Unitek Corp., Monrovia.CA.) et du TMA™ (Ormco Corp, Glendora.CA.). voir **figure 2.8 a,b,c**.

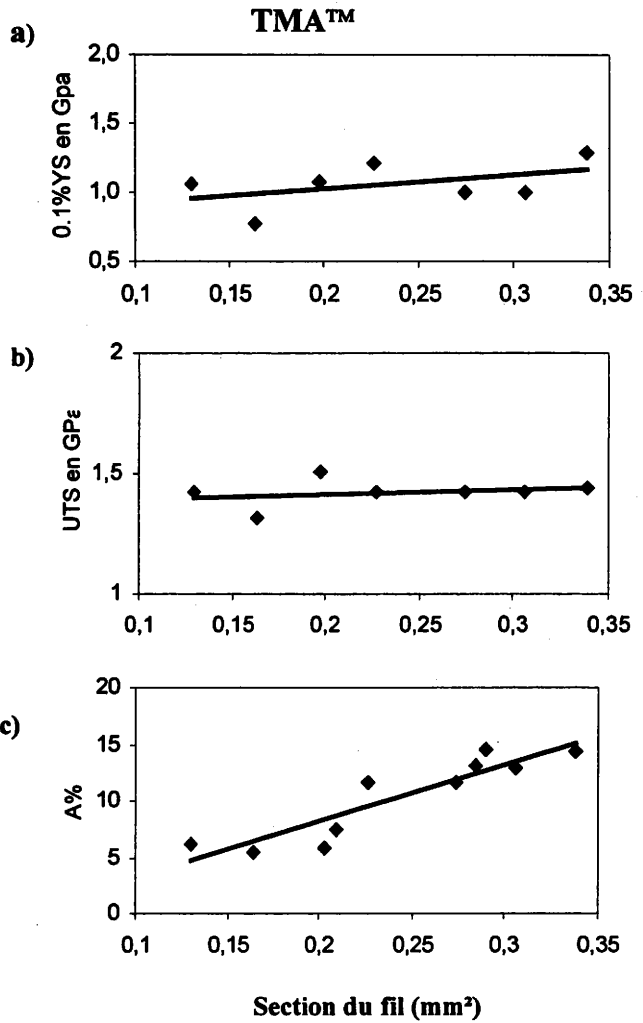
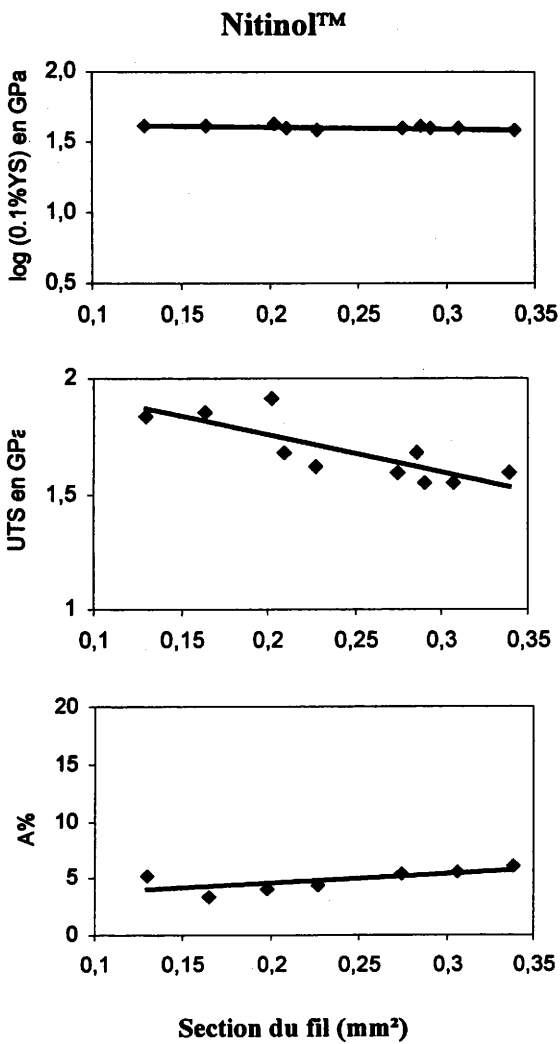
### **Limite d'élasticité**

Pour le Nitinol™, la limite d'élasticité conventionnelle diminue légèrement lorsque la section du fil augmente (échelle semi - logarithmique), alors que pour le TMA™ on observe un accroissement de la limite élastique lorsque la section augmente.

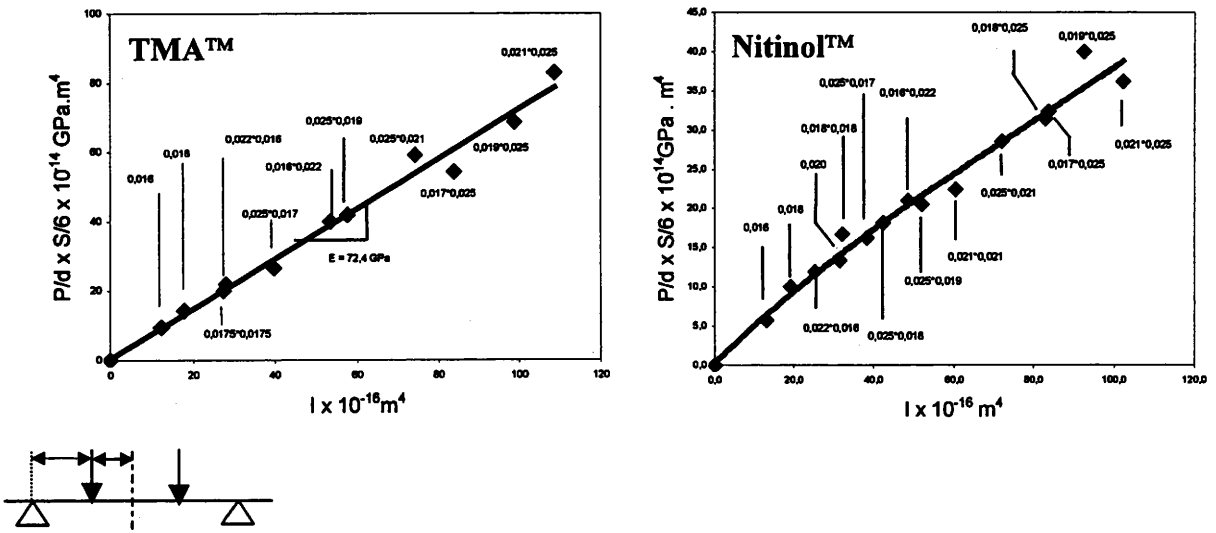
### **Résistance à la rupture**

La valeur de résistance à la rupture du Nitinol™ est sensible à la section du fil contrairement au TMA™. Pour les petites sections, cette valeur est légèrement plus faible pour le TMA™ que pour le Nitinol™.





**Figure 2.8** Influence de la section du fil sur la limite d'élasticité YS (a), la résistance à la rupture UTS (b), la ductilité A% (c) - (TMA™ : Ormco Corp. Gendora. CA - Nitinol™ : Unitek Corp. Monrovia. CA) [24]



**Figure 2.9** Raideur des fils ( $PS/6\delta$ ) en fonction du moment quadratique I pour différentes configurations du test de flexion 4 points ( $S = L_1^2 (L_1 + 3L_2)$ ) [24].

**Allongement à rupture**

L'allongement à rupture, identique pour les petites sections, est, pour les sections les plus importantes, entre deux et trois fois moindre pour le TMA que pour Nitinol. Ces résultats sont confirmés par ceux d'Asgharnia et col [12] pour lesquels on constate une différence marquée sur les fils de section rectangulaire **tableau 2.5**.

Forme et dimensions (inch)	Résistance à la rupture (en GPa)		Allongement %	
	Nitinol™	TMA™	Nitinol™	TMA™
<b>Rond</b>				
0,016	1,81±0,05	1,42±0,04	6,3 <sup>±1,5</sup>	5,2 <sup>±0,7</sup>
0,018	1,87±0,08	1,31±0,01	5,5 <sup>±0,3</sup>	3,4 <sup>±0,3</sup>
<b>Rectangulaire</b>				
0,016*0,022	1,7±0,01	1,42±0,032	13,2 <sup>±1,6</sup>	4,3 <sup>±0,3</sup>
0,017*0,025	1,6±0,04	1,41±0,03	11,7 <sup>±2,2</sup>	5,4 <sup>±0,4</sup>
0,019*0,025	1,54±0,01	1,41±0,03	12,9 <sup>±0,5</sup>	5,5 <sup>±0,4</sup>
0,021*0,025	1,6±0,06	1,43±0,01	14,4 <sup>±0,9</sup>	6,0 <sup>±0,5</sup>

**Tableau 2.5** Résistance à la rupture et allongement à rupture [12]

**En flexion**

Kusy et col[24] ont réalisé une étude très complète sur l'influence de la forme et des dimensions de la section du fil ainsi que des conditions expérimentales sur les valeurs du module d'élasticité déterminées en flexion.

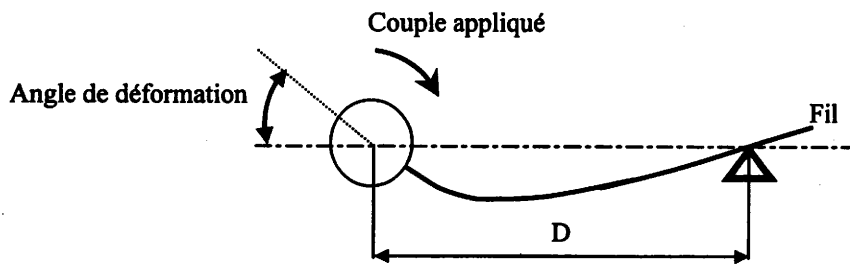
Le module E est calculé suivant l'expression :  $E = \frac{PS}{6I\delta}$  avec : P = force appliquée ; I = moment d'inertie ;  $\delta$  = déflexion correspondante ; S = coefficient dépendant des conditions expérimentales (distances entre appuis sur montage de flexion 3-5 points)

Les **figures 2.9a** (pour le TMA™) et **2.9b** (pour le Nitinol™) indiquent la relation entre la raideur des fils et le moment quadratique I. Le module E est représenté par la pente de la droite.

Pour le Nitinol on peut distinguer deux pentes correspondant d'une part aux fils ronds (E = 44,4 GPa) et d'autre part aux fils carrés et rectangulaires (E = 33,4 GPa). D'après les auteurs, cette différence provient du procédé de fabrication (cette hypothèse sera vérifiée par l'analyse de la texture au chapitre IV-1). Les fils rectangulaires sont fabriqués à partir de fils ronds ayant déjà subi une déformation à froid.

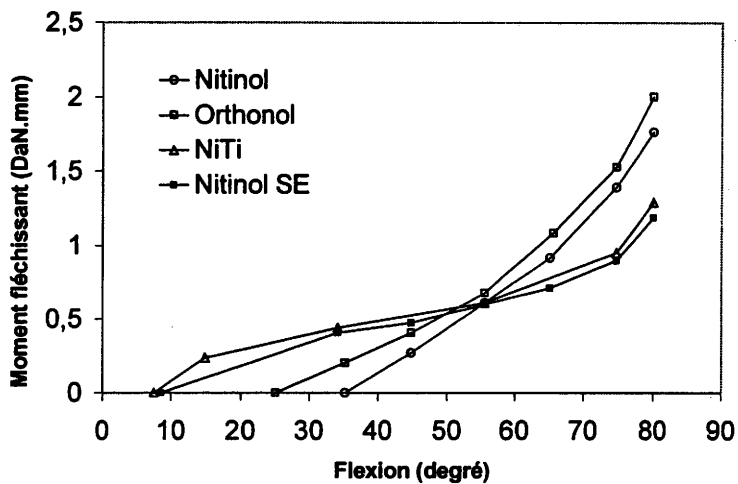
Pour le TMA™, les différentes valeurs s'ajustent suivant une droite avec une pente E égale à 72,4 GPa. Ces résultats sont reportées dans le tableau 2.3 précédent.

La caractérisation du matériau par son module notamment, permet la comparaison entre plusieurs types de fils. Cependant le praticien ne peut pas utiliser directement cette caractéristique



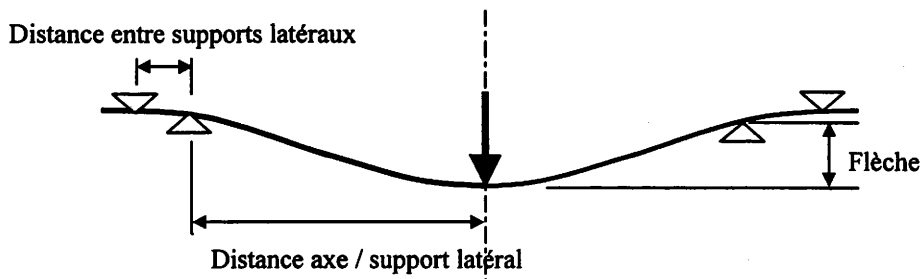
**Figure 2.10**

Principe du test de flexion suivant l'ADA n°32 (American Dental Association). L'échantillon repose sur un point d'appui articulé. On applique un couple de force, à l'autre extrémité et on mesure l'angle de déformation [33].



**Figure 2.11**

Moments fléchissants développés par différents fils en Nickel -Titane lors de la décharge [30]



**Figure 2.12**

Description du test de flexion 5 points proposé comme alternative au test de flexion de la spécification n°32 de l'ADA [28].

mécanique pour choisir un fil plutôt qu'un autre. Il est donc nécessaire de s'intéresser à d'autres caractéristiques comme la rigidité et la déformation recouvrable, grandeurs accessibles au praticien.

C'est pourquoi un certain nombre de tests spécifiques ont été proposés, par exemple le test n°32 de l'ADA (American Dental Association)[33].

### **II-33) Effet détente et rigidité**

Burstone et Goldberg [34] ont étudié l'effet détente des fils Nitinol™, TMA™ et acier inoxydable (test cantilever suivant spécification n°32 – **figure 2. 10**). L'effet détente pour le moment fléchissant maximum est de :

- 55° à 74°C pour le Nitinol™, 26 à 75°C pour le TMA™, 20 à 30°C pour l'acier

Si l'on applique une déformation permanente de 5%, on observe un effet détente de :

- 20° à 34° pour le Nitinol™, 19° à 31° pour le TMA™, 14° à 20° pour l'acier

Ces résultats indiquent que l'effet détente du TMA™ est comparable à celui du Nitinol™ et surclasse largement l'acier.

Khier et col[30] ont étudié le moment fléchissant en fonction de l'angle de déformation pendant le déchargement (suivant la figure 2.10). Les résultats obtenus sur une série d'alliages superélastiques (NiTi™, Sentinol™...) comparés aux alliages de la famille du Nitinol™ (Nitinol™, Titanal™, Orthonol™) montrent que la distinction s'opère sur l'existence ou non d'un " plateau " sur la courbe de décharge. Les moments fléchissants restent relativement constants pour les fils superélastiques (**figure 2.11**).

Nikolai et col.[28] proposent une alternative au test de flexion réalisé suivant la spécification n°32 (1977), mal adaptée aux alliages récents. En effet ce test implique une relation entre la courbure réalisée et la longueur de l'échantillon. Pour garantir une précision de mesure du module E équivalente à l'acier beaucoup plus rigide, il est nécessaire de réduire la longueur de ces fils superélastiques.

Le test utilisé par Nikolai correspond à un test de pliage 5 points comme indiqué **figure 2.12**. On note que le dispositif est symétrique par rapport au centre de l'échantillon et que chaque moitié équivaut au test de flexion trois points de la spécification N°32 (type poutre encastree). Les supports imposent une contrainte de rotation, comme les bagues qui fixent le fil sur les dents. Les différents paramètres du test sont :

- la distance entre les deux supports latéraux (1,5mm et 4,5 mm) ;
- la distance entre le point d'application de la charge et le support latéral le plus proche (10 et 15 mm).

		RIGIDITE (g/mm)				DEFORMATION RECOUVRABLE			
		Distance entre supports latéraux							
		1, 5mm		4, 5mm		1, 5mm		4, 5mm	
		Distances point d'application F/support latéral							
fils - section (inch)		10mm	15mm	10mm	15mm	10mm	15mm	10mm	15mm
NiTi	0,016	133	61	93	35	3,11	4,94	4	5,36
	0,018	129	54	101	40	4,27	4,36	3,96	5,34
	0,019×0,025	322	137	250	97	4,24	4,68	3,72	5,30
	0,021×0,025	539	197	389	144	4,16	5,61	3,28	5,62
TMA™	0,016	226	98	173	62	2,40	4,45	2,63	4,71
	0,018	348	155	279	95	2,05	4,88	2,42	4,45
	0,019×0,025	904	310	644	253	2,12	4,26	2,57	3,66
	0,021×0,025	1260	588	904	310	2,04	3,18	2,63	4,69
Acier	0,016	353	121	364	112	1,57	4,52	1,48	3,32
	0,018	575	219	537	178	1,85	2,90	2,01	3,33
	0,019×0,021	1770	589	1540	535	1,07	2,27	1,64	2,44
	0,021×0,025	2190	757	2100	699	1,33	2,97	1,62	2,66

**Tableau 2.6** Rigidité (stiffness) en flexion et étendue du domaine recouvrable (élastique range) correspondant à la flèche maximum en mm [28].

		Coefficient de RIGIDITE				Coefficient de DEFORMATION RECOUVRABLE			
		Distance entre supports latéraux							
		1, 5mm		4, 5mm		1, 5mm		4, 5mm	
		Distances point d'application F/support latéral							
fils - section (inch)		10mm	15mm	10mm	15mm	10mm	15mm	10mm	15mm
TMA™	0,016	1,7	1,61	1,86	1,77	0,77	0,9	0,66	0,88
	0,018	2,7	2,87	2,76	2,38	0,48	1,12	0,61	0,83
	0,019×0,025	2,81	2,26	2,58	2,61	0,5	0,91	0,69	0,69
	0,021×0,025	2,34	2,98	2,32	2,15	0,49	0,57	0,8	0,83
Acier	0,016	2,65	2,65	3,91	3,2	0,5	0,91	0,37	0,62
	0,018	4,46	4,46	5,32	4,45	0,43	0,67	0,51	0,62
	0,019×0,021	5,5	5,5	6,16	5,52	0,25	0,49	0,44	0,46
	0,021×0,025	4,06	4,06	5,4	4,85	0,32	0,53	0,49	0,47

**Tableau 2.7** Coefficients de rigidité et de déformation recouvrable rapportés au Nitinol™ d'après les données de Nikolai et col.[28]

Auteurs [ref]	Coefficient de rigidité			Coefficient de déformation élastique		
	Acier	TMA	Nitinol	Acier	TMA	Nitinol
Burstone1981 [4]	3,8	1,6	1	-	-	-
Kusy 1982 [27]	6,6	2	1	0,3	0,5	1
Cohen et col.1984 [148]	3,6	1,6	1	0,6	0,8	1
Schaus et col.1986 [149]	2,3	1,4	1	-	-	-
Nikolai1988 [28]	2,93*	1,73*	1	0,6*	0,8*	1

**Tableau 2.8** Coefficient de rigidité et de déformation élastique suivant les auteurs pour un diamètre de 0,016inch (\* valeurs moyennes calculées avec les données du tableau 2.7)

Plusieurs configurations jugées représentatives des situations cliniques sont testées. Au cours de l'essai on mesure la rigidité (pente de la courbe force-déplacement) et la flèche maximum conventionnellement définie à 0,2mm de déformation permanente après décharge.

Le tableau 2.6 regroupe les valeurs obtenues pour l'acier inoxydable, le TMA et le Nitinol.

Afin d'établir une comparaison de ces fils de nature et de section différentes certains chercheurs ont proposé un coefficient pour chacune des caractéristiques élastiques en flexion ( rigidité, déformation élastique) définies de la façon suivante [25] :

$$\text{Coefficient de rigidité rapporté au Nitinol} = \frac{\left(\frac{P}{\delta}\right)_{\beta\text{Tl}}}{\left(\frac{P}{\delta}\right)_{\text{Nitinol}}} = \frac{(EI)_{\beta\text{Tl}}}{(EI)_{\text{Nitinol}}}$$

$$\text{Coefficient de déformation recouvrable rapporté au Nitinol} = \frac{\delta_{\beta\text{Tl}}}{\delta_{\text{Nitinol}}} = \left(\frac{\sigma_{\text{max.}}}{cE}\right)_{\text{Nitinol}} \left(\frac{cE}{\sigma_{\text{max.}}}\right)_{\beta\text{Tl}}$$

Avec  $P$  : la force appliquée,  $\delta$  : la déformation recouvrable,  $I$  : le moment d'inertie du fil,  $c$  : la distance du centre de la poutre à la fibre extérieure.

Nous avons calculé avec les données du tableaux 2.6 les coefficients de rigidité et de déformation élastique selon les formules précédentes (voir tableau 2.7).

Les conditions expérimentales du test de flexion 5 points ont un effet non négligeable sur les coefficients de rigidité et de déformation recouvrable.

Nous avons également comparé ces valeurs à celles d'autres auteurs pour un fil de diamètre 0,016 inch (0,405mm) tableau 2.8. Cette comparaison exige de prendre comme référence le même matériau ; car suivant les auteurs c'est l'acier inoxydable ou le Nitinol™ qui sert d'élément de comparaison. L'examen des rapports des propriétés élastiques fait état de différences significatives qui ne sont pas sans conséquences sur le choix du fil. On peut cependant conclure que le TMA™ présente en flexion des propriétés élastiques intermédiaires entre l'acier et le Nitinol.

#### II-34) Biocompatibilité des alliages de Titane

Si le titane est bien toléré par les tissus humains, il a été montré que le nickel présente un certain degré de cytotoxicité pour les tissus cutanés et surtout les muqueuses. Des manifestations de type allergique peuvent se produire[1][2][35][36]. Les alliages de Nickel -Titane sont susceptibles de subir une corrosion due essentiellement pour Schwaninger et col.[37] à la présence de défauts de surface liés aux procédés de fabrication des fils. Park et col.[38] ont mesuré, in vitro, la quantité d'ions nickel (et chrome) libérée dans une solution légèrement saline par un appareil orthodontique en acier inoxydable.

Elle semble minimale (40 µg de nickel) par rapport à la quantité ingérée dans le même temps par jour lors de l'alimentation (300 à 400 µg). In vivo, des variations importantes sont observées. Elles dépendent des conditions d'hygiène locales et du PH salivaire.

Les auteurs n'ont cependant pas montré que ce relargage d'ions nickel libérés par l'appareil est susceptible de déclencher des réactions d'hypersensibilité au nickel.

On peut ajouter que le fil orthodontique, contrairement aux prothèses par exemple, n'est pas destiné à rester dans le milieu buccal aussi longtemps. La " nocivité " du nickel, pour certains auteurs, s'en trouve relativisée.

### **II-35) Soudabilité**

Le fait d'être soudable procure des avantages à l'ensemble de l'appareillage. Des fils contenant du titane, seul le TMA™ est réellement soudable (électriquement par résistance) [39]. Donovan et col[40] font remarquer que les fils TMA™, malgré leurs prix élevés, ont la possibilité d'être modifiés par le soudage de crochets ou ressorts. Ils offrent, et c'est peut être le plus important, la possibilité d'avoir sur un seul arc, des segments formés de fils de sections différentes permettant de stabiliser un secteur ( fils de grosse section) et d'exercer, par le biais de segments à faible section, des forces légères. Ceci présente le plus grand intérêt pour les techniques modernes segmentées.

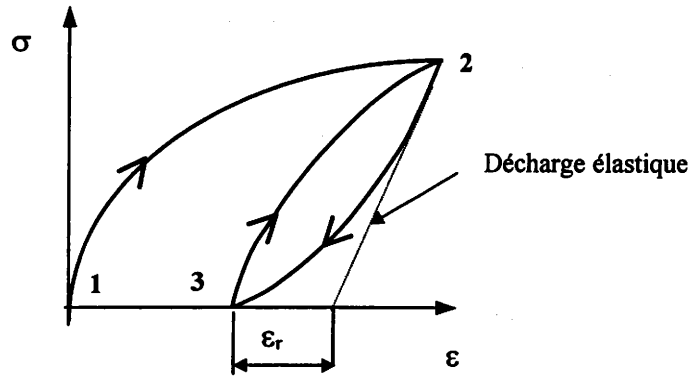
### **II-4) Comportement pseudoélastique**

Ce paragraphe présente les aspects du comportement pseudoélastique nécessaires à la compréhension du comportement des alliages Nitinol™, NiTi SE, TMA™.

L'origine de la pseudoélasticité est attribuée à la transformation martensitique thermoélastique. Alors que les alliages classiques possèdent une déformation élastique maximum d'environ 0,2%, les alliages ayant des propriétés pseudoélastiques peuvent présenter une déformation réversible de 10% ; ce qui justifie le grand intérêt porté à leur étude[41][42].

#### **II-41) Transformation martensitique**

*La transformation martensitique est une transition structurale displacive du premier ordre présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée essentiellement par un cisaillement*[43]. Ces transformations se déroulent sans diffusion atomique. Au cours de la transformation, les déplacements d'atomes sont inférieurs à une distance interatomique. Il n'y a pas de changement de composition chimique entre les phases. Le changement de structure cristalline entre la phase mère et la phase produite engendre une déformation homogène de la maille cristalline



**Figure 2.13**

Déformation par réorientation ou effet caoutchoutique [42]



(cisaillement). La transformation martensitique a lieu par germination et croissance, dans un intervalle de température où coexistent les phases austénitique et martensitique. Les deux phases sont nettement différenciées au cours de la transformation par la présence des interfaces (austénite /martensite).

L'interface entre la martensite et l'austénite est un plan invariant en dimension et en orientation, c'est le plan d'accolement ou d'habitat. Le changement de forme est dominé par un cisaillement ( $d$ ), mais un changement de volume ( $<0,5\%$ ) peut se produire pour certains alliages.

L'absence de diffusion dans cette transformation établit une correspondance cristallographique entre les mailles de la phase mère et de la phase martensitique. (chapitre III-7)

L'aspect autoaccommodant de la martensite lui permet de minimiser les énergies de déformation et de stocker ainsi de l'énergie élastique. La formation d'une nouvelle plaquette autoaccommodante est un compromis énergétique entre la force motrice représentée par les contraintes élastiques à relaxer et la barrière à vaincre, constituée par l'énergie d'interface. Des contributions irréversibles sont associées aux contraintes de cisaillement pour déplacer les interfaces et sont liées à l'introduction de défauts lors de la transformation et à l'accommodation des déformations plastiques. Ces contributions sont responsables de l'hystérésis lors de la réversibilité de la transformation.

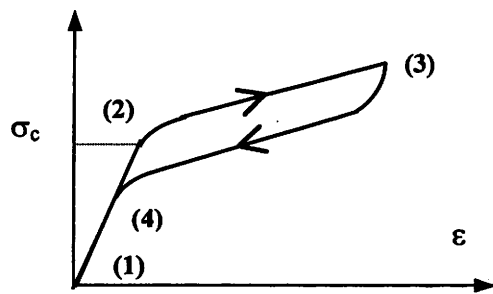
La pseudoélasticité comporte deux effets : l'effet caoutchoutique, qui correspond à la déformation de la martensite, et l'effet superélastique, qui correspond à la déformation de l'austénite et sa transformation en martensite.

#### **II-42) Effet caoutchoutique**

L'effet caoutchoutique correspond à une sollicitation à température constante de l'alliage en phase martensitique (figure 2.13)[42].

Dans un premier temps la martensite d'auto-accommodation formée lors d'un refroidissement à une température inférieure à  $M_s$  est déformée (par déplacement des interfaces entre les variants (partie 1-2)). Lors de la décharge (2-3), la déformation présente une partie réversible due à la réorientation des interfaces et une partie résiduelle due à la stabilisation de la martensite orientée. La déformation réversible ( $\epsilon_r$ ) s'ajoute à la déformation correspondant au retour purement élastique. Un nouveau cycle charge - décharge (3-2-3) ne présente plus de déformation résiduelle ; d'où un comportement " caoutchoutique ".

La superélasticité linéaire évoquée pour décrire le comportement des NiTi fortement écrouis à froid [45] et du TMA™ est comparable à cet effet caoutchoutique. Cependant dans ce cas, la martensite est obtenue lors de l'écrouissage à froid du fil (tréfilage par exemple)



**Figure 2.14**

Effet superélastique dans un échantillon polycristallins de NiTi [42]

### II-43) Effet superélastique

La transformation martensitique thermoélastique peut être obtenue par refroidissement rapide ou par l'application de contraintes externes. Dans ce dernier cas, la transformation a lieu à une température supérieure à  $M_s$ . La contrainte provoque une augmentation des températures de transformation critique. La **figure 2.14** schématise le comportement superélastique d'une éprouvette polycristalline.

L'application d'une contrainte produit initialement une déformation élastique de la phase austénitique (1-2). Au-delà de la contrainte critique ( $\sigma_c$ ), la transformation martensitique se manifeste ; l'augmentation de la contrainte favorise et entraîne la croissance de certaines variantes et se traduit par une déformation importante. La décharge de la contrainte entraîne la transformation inverse martensite  $\rightarrow$  austénite (3-4) avec une hystérésis de la contrainte (de façon similaire à la transformation thermique). L'échantillon reprend sa forme initiale lorsque toute la martensite s'est retransformée en austénite. Un tel comportement est observé sur les NiTi SE.

#### Dépendance de la transformation martensitique avec l'orientation cristallographique

Un monocristal d'austénite de structure cubique peut donner naissance à 12 orientations cristallographiques de martensite (chapitre III). La martensite induite sous contrainte est fortement dépendante de la direction des contraintes et de l'orientation cristallographique du réseau. Cet effet provoque des changements de la contrainte de cisaillement critique et de la déformation maximale de transformation.

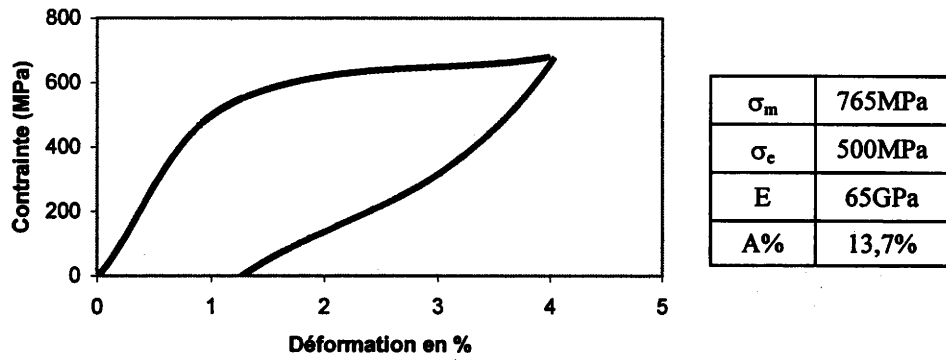
Les orientations des variants induits sont sélectionnées par le critère de la **contrainte de cisaillement critique** ( $\tau_c$ ) suivant la direction (d) [44]. Ce critère, dans le cas d'un cisaillement pur, est représenté par l'équation 1 (loi de Schmid) :

$$\tau_c = \sigma \cdot \sin\chi \cdot \cos\lambda$$

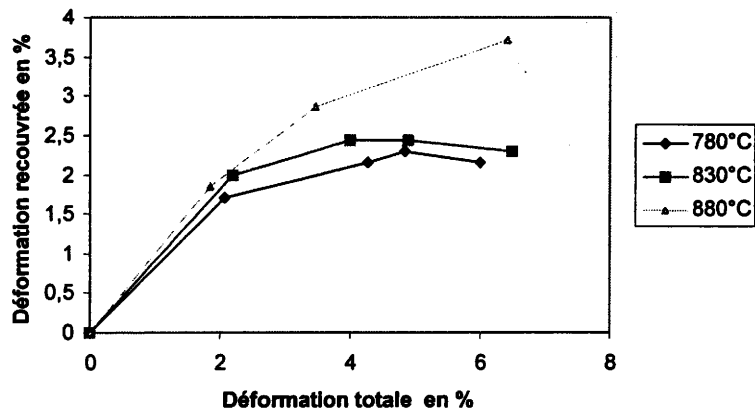
avec  $\sigma$  : la contrainte appliquée,  $\chi$  : l'angle entre l'axe de traction et le plan d'habitat et  $\lambda$  : l'angle entre l'axe de traction et la direction de cisaillement.

Le facteur de Schmid ( $\sin\chi \cdot \cos\lambda$ ) dépend de l'orientation des plans et des directions de cisaillement des variantes activées par rapport à la direction de traction. Chaque variante possède donc un facteur spécifique. Lorsqu'une contrainte est appliquée dans un monocristal d'austénite avec une orientation cristalline donnée, la contrainte de cisaillement de la variante ayant le plus grand facteur de Schmid sera la première à atteindre la contrainte critique résolue parmi tous les variantes possibles.

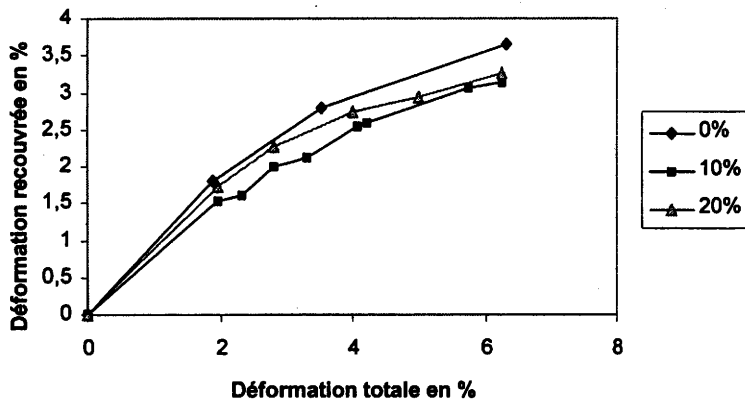
La déformation maximale de transformation induite sous contrainte (recherchée dans les applications orthodontiques notamment) dépend de l'orientation cristalline et du type de martensite



**Figure 2.15** Courbe de traction à 25°C de l'alliage Ti-10,2Mo-2,8Al-1,8V-3,7Nb (d'après LEI et col.[47] )



**Figure 2.16** Effet de la température de mise en solution sur la déformation recouvrable (test de pliage). Alliage Ti-10,2Mo-2,8Al-1,8V-3,7Nb [47]



**Figure 2.17** Effet de la déformation à froid initiale sur la déformation recouvrée (test de pliage) - Alliage Ti-10,2Mo-2,8Al-1,8V-3,7Nb [47]

induite. Il existe plusieurs équations pour estimer la déformation de transformation. L'équation de Schmid et col. [46] utilisée pour le cisaillement et le maclage est couramment appliquée aux transformations pseudoélastiques. Elle est approximativement équivalente à la forme simplifiée :

$$\varepsilon_t \cong m_t^p \cdot \sin\chi \cdot \cos\lambda$$

Les résultats démontrent que la déformation maximale est proportionnelle à l'amplitude du changement de forme  $m_t$  de la transformation (l'indice  $p$  indique la direction parallèle du changement de forme) et au facteur de Schmid (orientation). Pour obtenir un effet superélastique important, il est nécessaire d'employer des alliages qui présentent une martensite ayant un grand changement de forme et une orientation cristallographique avec le plus grand facteur de Schmid.

## II-5) Développements récents d'alliages de titane pour applications orthodontiques / Brevet du TMA™

Lei et col[47] en 1996 ont réalisé une étude portant sur le développement d'alliages de titane bêta pseudoélastique destinés aux applications orthodontiques. Cette étude est justifiée par les problèmes rencontrés dans l'utilisation des NiTi, biocompatibilité du nickel, ductilité réduite, soudabilité. La série d'alliages étudiée comporte une base Ti-Mo (8,4 à 11,8%), proche de celle du Bêta III, à laquelle sont ajoutées les éléments Cr, Al, V, Nb. Tous les alliages de cette série sont trempés à l'eau depuis 880°C (température supérieure au transus bêta). Un test en flexion permet la sélection de l'alliage Ti-10,2Mo-2,8Al-8V-3,7Nb qui présente le rapport  $\varepsilon_{\text{recouvrée}}/\varepsilon_{\text{totale}}$  le plus élevé. Cet alliage est caractérisé en traction à différentes températures (-25°C à 150°C). La **figure 2.15** illustre la courbe de traction à 25°C.

Les auteurs ont étudié l'influence de la température de mise en solution au-dessus du transus bêta sur la déformation recouvrée, par un test de pliage. Le fil est enroulé sur un axe pour former un "U". On mesure après relâchement l'angle résiduel. La déformation recouvrée est calculée de la façon suivante :

$$E_{\text{rec}} = \varepsilon (180 - a) / 180$$

avec  $a$  : angle non recouvert et  $\varepsilon$  : déformation de la fibre extérieure (épaisseur / diamètre fibre neutre)

La déformation recouvrée augmente lorsque la température de trempe située dans le domaine bêta s'accroît. **Figure 2.16**

Par ailleurs, l'effet d'une déformation à froid par laminage sur la déformation recouvrée après pliage ne semble pas significatif tout au moins pour une réduction allant de 0 à 20% (**figure 2.17**).

Un traitement isotherme de vieillissement entre 200 et 400°C n'améliore pas les propriétés pseudoélastiques et réduit la ductilité. Ces effets sont attribués à la précipitation de phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .

Finalement, les auteurs réalisent un test comparatif en flexion avec les principaux alliages commerciaux. La **figure 2.18** résume les différentes courbes (moment de flexion en fonction de l'angle d'activation) obtenues pour l'acier inoxydable, le NiTi, le TMA et le Ti-11Mo-3Al-4Nb retenu dans cette étude.

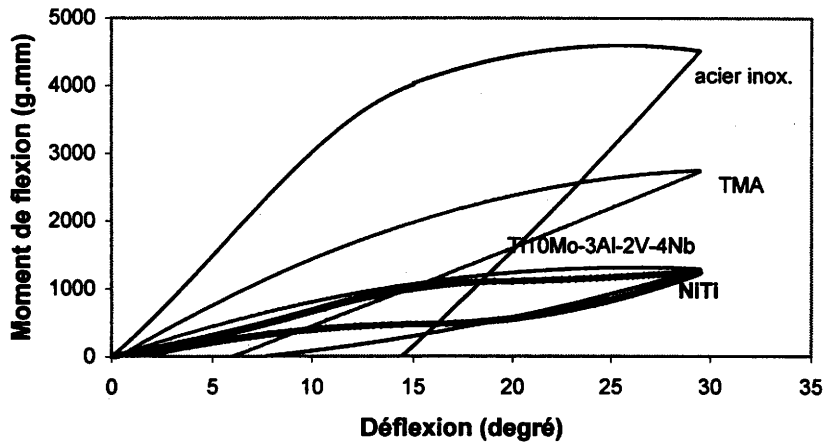


Figure 2.18

Courbe de flexion obtenue pour un angle d'activation maximum de 30°  
 Comparaison de l'alliage Ti-10,2Mo-2,8Al-1,8V-3,7Nb [47] avec le TMA™, le NiTi, et l'acier inoxydable.

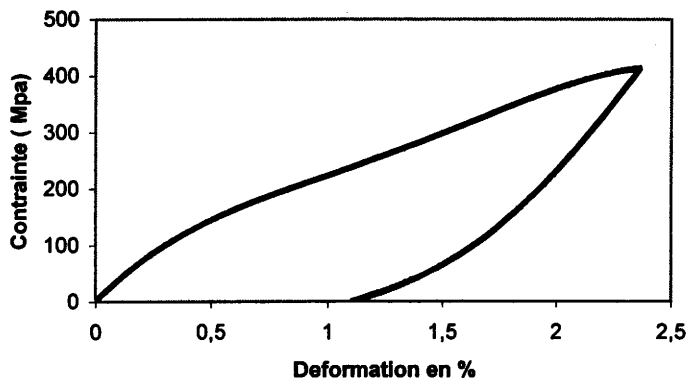


Figure 2.19

Courbe de traction Ti-19V-3Al à 25 °C [48]  
 $E = 38 \text{ GPa}$ ,  $\epsilon_{\text{recouvrable}} \cong 2,2 \%$

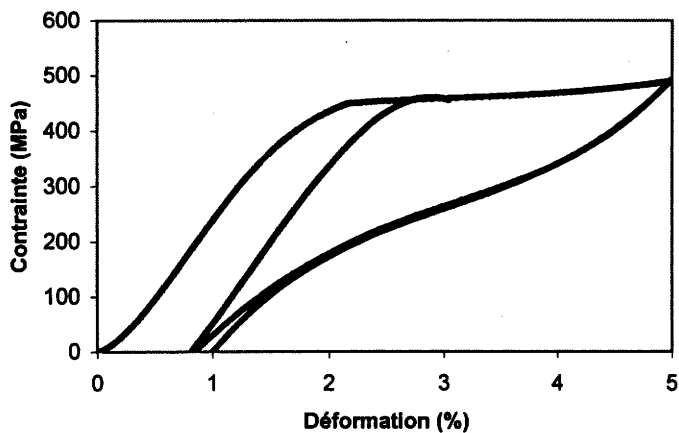


Figure 2.20

Courbe de traction du NiTi (51 % at. Ni) traité à 850 °C pendant 30 min, trempé puis revenu à 350 °C pendant 60min d'après Moorleghem et col.[49]

On peut constater que ce nouvel alliage possède un retour élastique comparable au TMA, intermédiaire entre le NiTi et l'acier, une rigidité similaire au NiTi ainsi qu'une bonne ductilité (13%).

Les travaux de M. Takeuchi et H. Tada [48] sur une série d'alliages de titane bêta Ti-(17,5-19,5)V-(2,7-4,5)Al ayant des propriétés superélastiques ont débouché sur un brevet déposé en mars 1999. Les alliages sont préalablement trempés à l'eau depuis une température comprise entre 800°C et 1200°C et soumis à un test de traction à des températures comprises entre -40°C et 100°C. La **figure 2.19** illustre le comportement en traction à 25°C. On note un module d'élasticité en traction particulièrement bas (environ 38 GPa) ; par contre l'effet détente reste limité à 1,3% environ.

Depuis l'apparition des alliages NiTi superélastiques, différents auteurs se sont intéressés à l'influence des traitements thermiques sur les niveaux de contrainte nécessaire pour induire la transformation martensitique.

Miura et col.[20] ont évalué les propriétés mécaniques avant et après traitement thermique d'un fil NiTi japonais (Sentalloy). Le revenu est réalisé par immersion en bain de sel entre 200°C et 600°C pendant des temps variants de 5 à 120 minutes. Les propriétés sont alors déterminées par un test de flexion 3 points réalisé à 37°C. A 500°C, le niveau de force de la courbe de décharge est très diminué par rapport au fil témoin dès que la durée du traitement dépasse 60 minutes. Le fil conserve un large effet détente. A 600°C, l'effet superélastique diminue.

Sur le même sujet, les travaux de Moorlegem et col. [49] sur le NiTi ont fait l'objet d'un brevet enregistré en avril 2002. La composition de l'alliage présente un ratio at.% Ni / at %.Ti de 51%, supérieur au ratio habituel. L'alliage est préalablement déformé de 29% puis trempé à 850°C. Un traitement de précipitation destiné à durcir la matrice austénitique est réalisé afin de promouvoir la transformation martensitique. En fonction du temps de maintien à 350°C, il est possible d'agir sur le niveau de contrainte et sur la déformation recouvrée. La **figure 2.20** illustre le comportement en traction à température ambiante.

Enfin, on peut rappeler quelques éléments du brevet déposé par Burstone et Col.[22] en 1979 sur les propriétés élastiques de fil en titane bêta (dont le Bêta III ) dans le cadre d'une exploitation en orthodontie.

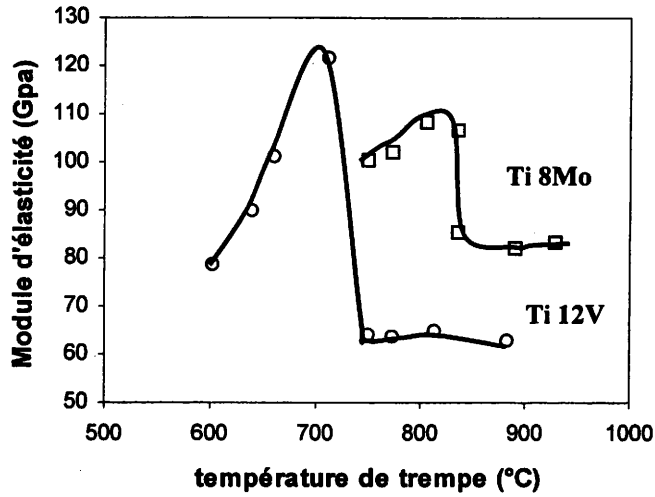
Le module d'élasticité et la limite d'élasticité en traction sont obtenus à partir de fils (diamètre 0,3mm) dans deux états métallurgiques différents : trempé puis étiré et trempé puis vieilli à 482°C (4 heures) . Les résultats sont comparés à l'acier inoxydable 18-8 utilisé en orthodontie. **Tableau 2.12**

Une trempe à partir de 732°C suivie d'un écrouissage confèrent à l'alliage un bas module et une limite d'élasticité élevée. On note que la température de mise en solution préconisée par Burstone

Caractéristiques	Acier inox	Bêta III étiré	Bêta III vieilli 482°C
Module d'élasticité (E) en GPA	186	64,8	95,1
Limite d'élasticité ( $\sigma_{e0.1\%}$ ) en MPa	1730	1172	1385
Ratio $\sigma_e/E \cdot 10^{-3}$	1,07	1,81-1,50*	1,46

**Tableau 2.12**

Propriétés élastiques du Bêta III et de l'acier inoxydable selon Burstone[22][3]  
 (\*suivant le diamètre du fil)



**Figure 2.21**

Variation du module d'élasticité (méthode dynamique) en fonction de la température de trempe [50]



(732°C) est en dessous du transus bêta. ( $T_{\beta}$ ). Le temps de maintien à cette température n'étant pas précisé, il est possible qu'un début de précipitation de phase  $\alpha$  soit intervenu ce qui limiterait d'autant la baisse du module d'élasticité après trempe. D'autre part, un traitement de revenu dans le domaine ( $\alpha+\beta$ ) ne permet pas d'améliorer les propriétés dans le sens souhaité.

Afin d'illustrer ce propos on peut citer les résultats obtenus par James et col.[50], qui étudient l'influence de la température de mise en solution d'un alliage de Ti-8Mo sur la transformation martensitique  $\alpha'$  après trempe. Depuis, Ho et col.[51] ont montré que cette martensite possédait une structure orthorhombique  $\alpha''$  et que la transition  $\alpha'(\text{HC}) \rightarrow \alpha''(\text{orth.})$  se produisait lorsque le pourcentage de Mo est supérieur à 6%. L'abaissement du module très significatif après mise en solution au-dessus du transus bêta (815°C) est attribué à la présence de la martensite  $\alpha''$  (figure 2.21).

## II-6) Conclusion :

1°) La comparaison des caractéristiques mécaniques montre que le rapport ( $\sigma_e/E$ ) ne peut à lui seul caractériser la déformation recouvrable. Sa définition conventionnelle, qui repose sur les caractéristiques de la courbe en charge, pose en outre le choix du module d'élasticité apparent et de la limite d'élasticité. Il nous semble plus pertinent, pour évaluer les capacités d'un fil orthodontique, de s'intéresser à l'énergie stockée sous la courbe de décharge et aux caractéristiques de sa restitution : étendue de la déformation recouvrée et module apparent dans la partie active pendant le déchargement.

2°) Il ressort de la comparaison des caractéristiques que le TMA™, dans sa version actuelle, présente un comportement élastique proche du Nitinol avec cependant un module apparent d'élasticité plus élevé. La déformation recouvrable est légèrement plus faible pour le TMA™ que pour le Nitinol™ respectivement 2,8% (pour 3% de déformation imposée) et 3,5% (pour 4% de déformation imposée) et la variation de contrainte lors de la désactivation est plus importante dans le TMA™.

Pour ces deux alliages fournis à l'état fortement écroui, la faible ductilité est un inconvénient majeur. Ils présentent de ce fait des risques de rupture lors de la formation de boucles à la pince.

Les fils NiTi SE offrent une grande plage d'activation (jusqu'à 7% de déformation élastique) en délivrant des forces faibles. Mais ils restent difficilement déformables plastiquement au point que le praticien utilise ces fils sous forme d'arc préformés. Le fait d'être insoudable limite les possibilités de réalisation de l'appareil dentaire. En outre, il existe aujourd'hui un débat sur la biocompatibilité du Nickel et ses nuisances.

Ces observations justifient l'objectif de ce travail qui consiste à s'intéresser davantage au TMA™ et notamment comme cela a été fait pour le Nitinol™, à d'autres états métallurgiques que l'état fortement écroui, dans le but d'améliorer ses propriétés actuelles.

3°) Le comportement pseudoélastique est obtenu par durcissement de la matrice austénitique, soit par écrouissage à froid (effet caoutchoutique ou pseudoélasticité linéaire du Nitinol™ et du TMA™), soit par un durcissement par précipitation (effet superélastique du NiTi SE).

Le recours à un écrouissage à froid important pour obtenir un comportement pseudoélastique (linéaire) atténue les possibilités futures de mise en forme. C'est le cas du TMA™ mais aussi du Nitinol™. Les possibilités de promouvoir un comportement pseudoélastique par des traitements thermiques de précipitation (comparable à ceux pratiqué sur le NiTi) semblent limités pour ces alliages.

4°) L'effort de recherche sur les alliages de titane bêta porte sur les effets d'éléments ternaires ou quaternaires sur la transformation martensitique induite sous contrainte à partir de base telles que Ti-11Mo ou Ti-16V. La température de mise en solution semble être déterminante sur le comportement pseudoélastique. Celui-ci est d'autant plus marqué que la température de mise en solution est située au-dessus du transus bêta. On note que la température de mise en solution préconisée par Burstone pour le Bêta III (732°C), située en dessous du transus bêta (760°C) n'est sans doute pas la température la mieux adaptée pour optimiser le comportement pseudoélastique.

## **Chapitre III - METALLURGIE DES ALLIAGES DE TITANE $\beta$ METASTABLE (noté $Ti\beta_m$ )**

### **III-1) Introduction**

### **III-2) Influence des éléments d'alliage et classification des alliages de titane**

### **III-3) Approche énergétique de la classification des alliages de titane $\beta$**

### **III-4) Phases rencontrées dans les alliages de titane $\beta$ métastables (noté $\beta_m$ )**

III-41) Phases obtenues par trempe

III-42) Phases obtenues par revenu

III-43) Phases induites sous contrainte

### **III-5) Déformation plastique par maclage**

### **III-6) Conditions d'activation des modes de déformation**

III-61) Effet des éléments d'addition sur la stabilité de la phase et sur le mode de déformation

III-62) Influence de la température de mise en solution sur la transformation sous contrainte

$\beta \rightarrow \alpha''$

III-63) Rôle de la phase  $\omega$  athermique dans l'activation de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$

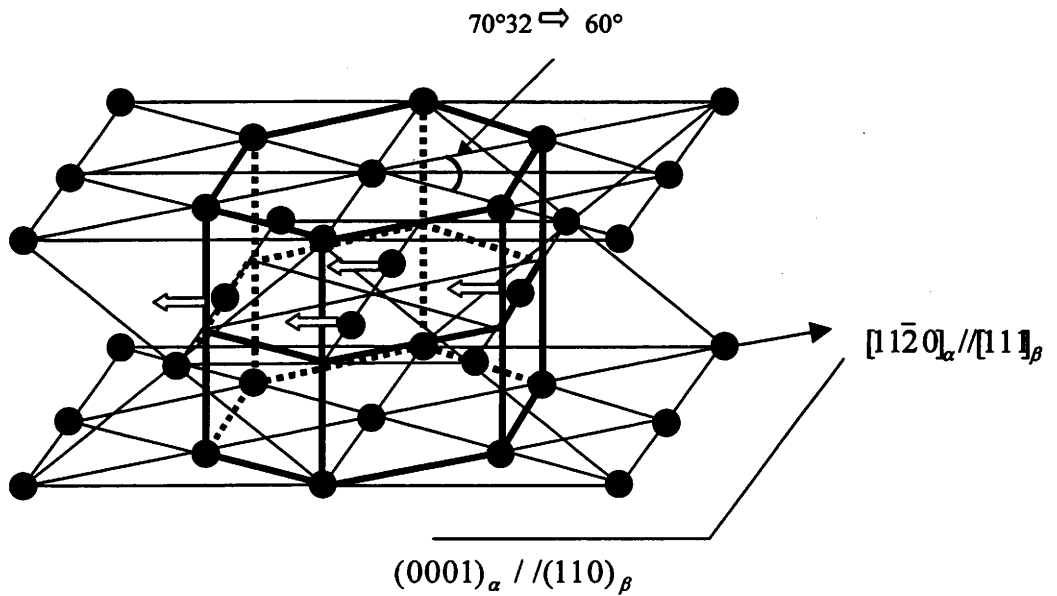
### **III-7) Cristallographie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$**

### **III-8) Transformations induites sous contrainte dans le Bêta III et le Ti-(11-14)Mo**

III-81) L'alliage Bêta III

III-82) Mécanismes de déformation observés

### **III-9) Conclusions**



**Figure 3.1** Transformation allotropique du réseau cubique centré en réseau hexagonal compact du titane. Schéma montrant le mécanisme proposé par Burgers.

Eléments		Diagramme d'équilibre	Solutions solides d'insertion	Solutions solides de substitution
<b>Alphagènes</b>			O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , B, C	Al
<b>Bêtagènes</b>	<b>Isomorphe</b>			Mo, V, Nb, Ta
	<b>Eutectoïde</b>		H <sub>2</sub>	Cr, Fe, Mn, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
<b>Neutres</b>				Sn, Zr

**Tableau 3.1** Classification des éléments d'alliage du titane et effets sur le diagramme d'équilibre [53]

### III - METALLURGIE DES ALLIAGES DE TITANE $\beta$ METASTABLE (noté $Ti\beta_m$ )

#### III-1) Introduction

Après un court rappel concernant les phases présentes dans le titane pur, l'influence des éléments d'addition et les différents types d'alliages rencontrés, nous évoquerons une approche théorique d'une classification des alliages de  $Ti\beta$  fondée sur les énergies de liaisons et la structure électronique des atomes. Cette classification a été développée pour faciliter la mise au point de nouveaux alliages  $Ti\beta$  à bas module.

Afin de comprendre et d'optimiser les propriétés des alliages de titane métastables (notés  $Ti\beta_m$ ) nous rappellerons les phases présentes et leurs conditions d'obtention. On décrira également le système de maillage particulier des alliages  $Ti\beta_m$ , principal mode de déformation du Bêta III.

Le but de cette étude est d'optimiser le comportement pseudoélastique de l'alliage Bêta III, de diminuer son module apparent d'élasticité et d'obtenir une déformation recouvrable la plus élevée possible. Nous avons vu au chapitre précédent que ce comportement met en jeu une transformation de phase induite sous contrainte. Nous rappellerons les conditions favorisant cette transformation ainsi que son aspect cristallographique.

Enfin, nous évoquerons l'absence d'un consensus sur l'identification des modes de déformation (maillage accompagné ou non de transformation martensitique) dans le Bêta III en rappelant les résultats des principales études.

#### III-2) Influence des éléments d'addition et classification des alliages de titane

##### Phases du titane

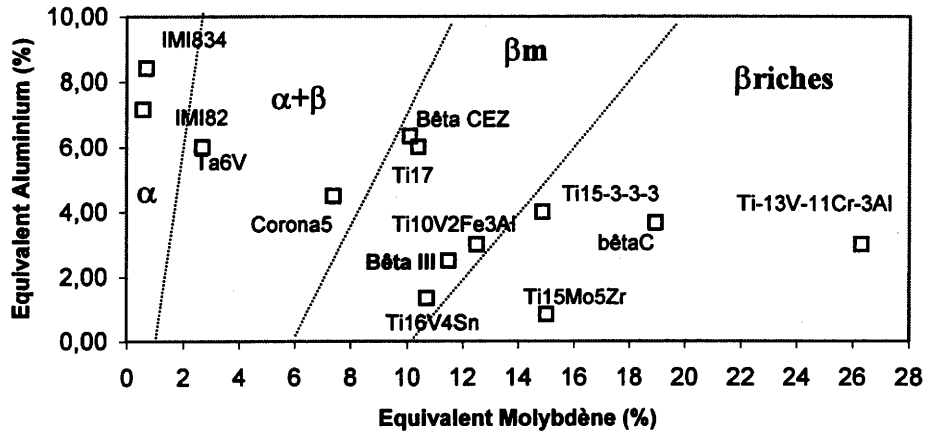
Le titane peut exister suivant deux variétés allotropiques (**figure 3.1**) en fonction de la température :

- la phase  $\alpha$ , stable à température ambiante jusqu'à  $882^\circ\text{C}$ , de structure hexagonale compacte.
- la phase  $\beta$ , au-dessus de  $882^\circ\text{C}$ , de structure cubique centrée. Cette phase reste stable jusqu'à la température de fusion ( $1660^\circ\text{C}$ ).

La température de transition  $\alpha \rightarrow \beta$  est appelée transus  $\beta$  (notée  $T_\beta$ ).

##### Influence des éléments d'addition.

Le titane peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition qui déplacent les domaines d'existence des phases  $\alpha$  et  $\beta$  [52] et créent un domaine biphasé  $\alpha+\beta$ . Suivant qu'ils favorisent ou non l'un ou l'autre de ces domaines, ces éléments d'alliages sont classés en trois grandes catégories [53] (**tableau 3.1**) :



**Figure 3.2**

Classe d'alliage – Diagramme  $Mo_{eq} - Al_{eq}$  [53]

Alliages  $\beta + \alpha$  :  $Mo_{eq} > 1 + 0,125 \times Al_{eq}$

Alliages  $\beta$  métastables :  $Mo_{eq} > 6 + Al_{eq}$

Alliages  $\beta$  riches :  $Mo_{eq} > 10 + Al_{eq}$

- les **éléments alphagènes** stabilisent la phase  $\alpha$  et augmentent la température de transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ . Ces éléments sont : l'oxygène, l'azote, le bore, le carbone et l'aluminium.
- les **éléments bêtagènes** qui étendent le domaine de la phase bêta et diminuent donc la température de transformation. On distingue deux types d'éléments bêtagènes :
  - les éléments isomorphes qui, ajoutés en grande quantité, permettent de stabiliser la phase bêta à température ambiante. Ils possèdent un haut point de fusion ce qui les rend difficile à mettre en solution. Ils ont l'avantage de ne pas former de composés avec le titane. Le molybdène, le vanadium, le niobium et le tantale sont les plus couramment utilisés. Le molybdène est dans ce groupe l'élément qui possède le pouvoir bêtagène le plus élevé.
  - les éléments eutectoïdes comme le chrome ou le fer qui ont une solubilité restreinte dans  $\alpha$  et  $\beta$  et peuvent donner naissance à des composés intermétalliques définis conduisant à la formation d'eutectoïdes. Dans la pratique, on leur adjoint des éléments isomorphes pour éviter la formation de ces composés définis.
- les **éléments neutres** tels que le zirconium et l'étain, très solubles dans la phase  $\alpha$ , affectent peu la température de transformation. Ils durcissent cette phase et contribuent à améliorer la résistance au fluage.

#### Classification des d'alliages :

L'influence des éléments d'addition peut être repérée dans un diagramme  $Al_{eq} - Mo_{eq}$  où  $Al_{eq}$  et  $Mo_{eq}$  sont respectivement les équivalents en aluminium et molybdène (**figure 3.2**). Le pourcentage en  $Mo_{eq}$  exprime la proportion en éléments bêtagènes, équivalent au pourcentage de Mo, à partir de la formule :

$$Mo_{eq} (\% \text{ poids}) = 1\% Mo + 0,67\% V + 0,44\% W + 0,28\% Nb + 0,22\% Ta + 2,9\% Fe + 1,6\% Cr + 0,77\% Cu + 1,11\% Ni + 1,43\% Co + 1,54\% Mn - 1\% Al$$

De même :

$$Al_{eq} (\text{poids}) = 1\% Al + 0,33\% Sn + 0,15\% Cr + 10\% O_2$$

On distingue trois classes d'alliages :

#### a) les alliages de type $\alpha$ et pseudo $\alpha$

Les alliages  $\alpha$  sont constitués uniquement de la phase  $\alpha$  à température ambiante. Certains alliages  $\alpha$  contiennent une faible quantité de phase  $\beta$  retenue sous forme métastable lors du

Type d'alliage bêta	Élément d'addition	% éléments bêtagène critique ( $\beta_c$ )
Isomorphe	Mo	11,0
	V	15,0
	W	22,5
	Nb	36
	Ta	45,0
Eutectoïde	Fe	3,5
	Cr	6,5
	Cu	13
	Ni	9
	Co	7
	Mn	6,5

Tableau 3.2

Teneur critique en éléments bêtagènes pour retenir la phase  $\beta$  après trempe à température ambiante [24]

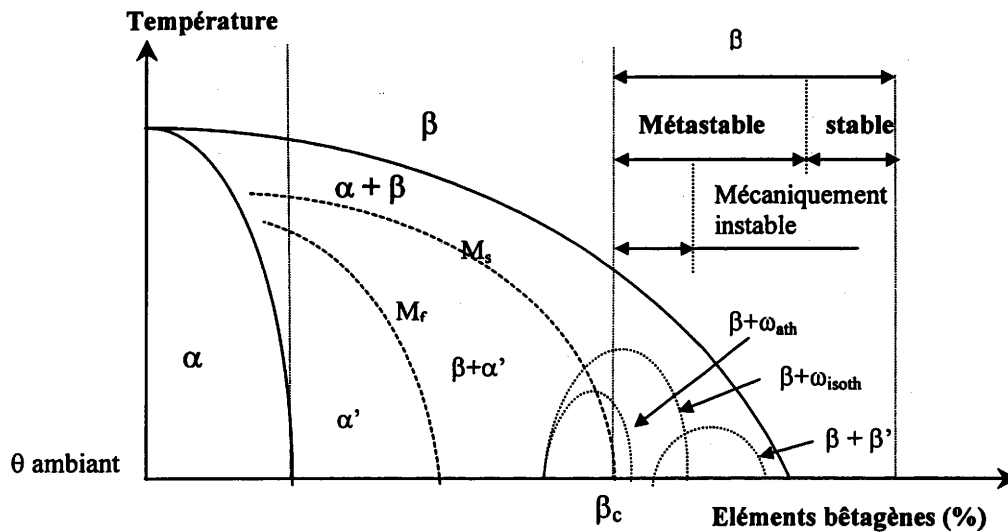


Figure 3.3

Diagramme pseudo-binaire du titane avec les domaines d'existence des produits de décomposition de la phase  $\beta$ .



refroidissement depuis le domaine  $\beta$ . Un enrichissement en soluté se produit pendant la traversée du domaine  $\alpha+\beta$  (alliage pseudo  $\alpha$  tel que Ta-6Zr-5D).

b) les alliages du type  $\alpha+\beta$  (tel que Ti-6Al-4V)

Les concentrations en éléments alphagènes et bêtagènes sont suffisantes pour avoir un large domaine biphasé  $\alpha+\beta$  à température ambiante.

La phase  $\beta$  peut se décomposer partiellement en phase  $\alpha$  pendant le refroidissement ou en martensite  $\alpha'$  (de structure hexagonale) par trempe.

c) les alliages de type  $\beta$

Pour des teneurs en éléments bêtagènes supérieures à la teneur critique (**tableau 3.2**) la phase bêta peut être retenue à l'ambiante à l'état métastable (notée  $\beta_m$ ), sans qu'il soit nécessaire d'effectuer un refroidissement rapide. D'après Bania [54] cette définition sous-entend qu'il n'y a pas de transformation martensitique lors de la trempe (la température  $M_s$  est rejetée sous la température ambiante. Dans cette catégorie, on distingue encore les alliages mécaniquement stables et instables.

Pour ces derniers, la phase bêta métastable obtenue par trempe est susceptible de se transformer en martensite  $\alpha''$  sous l'effet d'une contrainte à la température ambiante (ex. Ti-16V-4Sn, Bêta CEZ, Ti-10V-2Fe-3Al).

Les alliages  $\beta$  stables (ou riches) à plus forte teneur en éléments bêtagènes pour lesquels aucune précipitation de phase ne se produit sont inaptes à tous traitements thermiques.

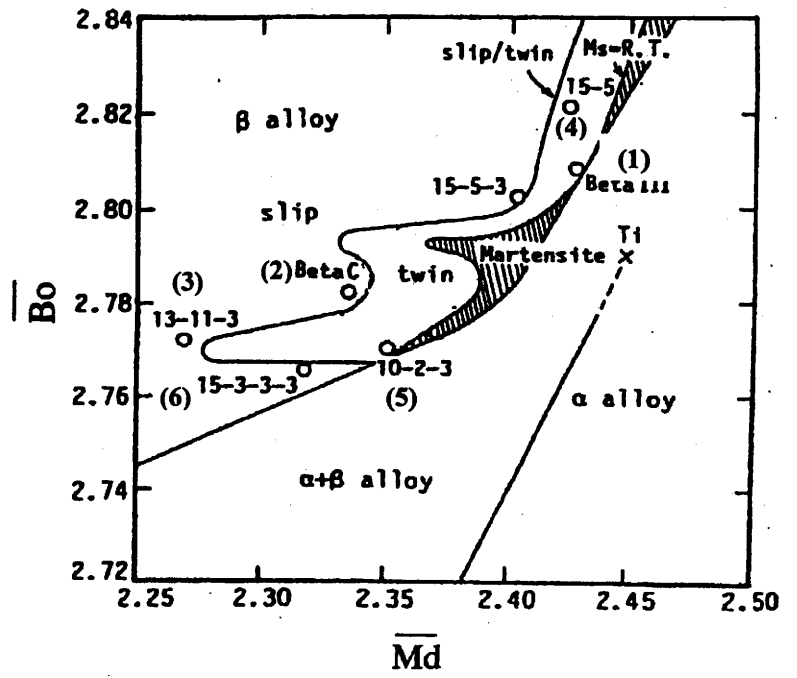
Les différentes catégories d'alliages selon la proportion de phase  $\alpha$  et  $\beta$ , présentes à l'équilibre à la température ambiante, peuvent être repérées sur un diagramme pseudo-binaire (**figure 3.3**) [55].

Un des objectifs évoqué est la réduction du module apparent d'élasticité de l'alliage de titane Bêta III. Récemment, plusieurs auteurs ont développé une approche énergétique, pour classer les alliages de titane, destinée plus particulièrement à l'élaboration d'alliages Ti $\beta$  à bas module.

### III-3) Approche énergétique de la classification des alliages de titane $\beta$

Les alliages de titane bêta trouvent aujourd'hui de nouvelles applications dans le domaine médical grâce notamment à leur module d'élasticité particulièrement bas. Depuis quelques années, de nombreuses études [51][56][57][58][59][60][61][62][63] portent sur la mise au point d'alliages de Ti $\beta$  à bas module d'élasticité (se rapprochant de celui de l'os : environ 20 GPa) à partir d'éléments d'alliage considérés comme biocompatibles tels que : Nb, Ta, Zr, Mo et Sn.

1. Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn (Bêta III)
2. Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Bêta C)
3. Ti-13V-11Cr-3Al
4. Ti-15Mo-5Zr-3Al
5. Ti-10V-2Fe-3Al
6. Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al



**Figure 3.4** Diagramme de stabilité des phases reposant sur les paramètres  $\bar{B}_0$  et  $\bar{M}_d$  [64]

Les difficultés de mise au point de tels alliages ont incité Morinaga et col.[64] [65] à développer une approche énergétique permettant de prévoir les effets relatifs des éléments d'addition sur le module d'élasticité ou sur la température du transus bêta.

Cette approche est une aide précieuse pour la conception de nouveaux alliages de titane Ti $\beta$ . Elle repose sur la structure électronique de l'atome et des énergies de liaison Ti-M (où M désigne un élément d'addition). Deux paramètres sont utilisés pour la plupart des éléments d'alliage en solution de substitution dans le titane (dans sa structure CC et HC). Le premier paramètre, noté Bo (Bond order) correspond à la force de la liaison covalente entre le titane et l'élément d'alliage.

Le second, noté Md, est défini par le niveau d'énergie de l'orbitale 3d du titane (CC ou HC) allié aux éléments de transition. Les niveaux d'énergie de ces orbitales sont corrélés à l'électronégativité et au rayon de l'atome considéré.

Les valeurs de Bo et Md sont indiquées dans le **tableau 3.3** pour différents éléments d'alliages dans le titane de structure cubique centrée.

Élément	Bo (eV)	Md (eV)
Ti	2,790	2,447
Mo	3,063	1,961
Zr	3,086	2,934
Sn	2,283	2,100

**Tableau 3.3** Valeurs des paramètres Bo et Md pour quelques éléments [64].

Pour un alliage de titane les paramètres moyens notés  $\bar{Bo}$  et  $\bar{Md}$  se calculent à partir des expressions :

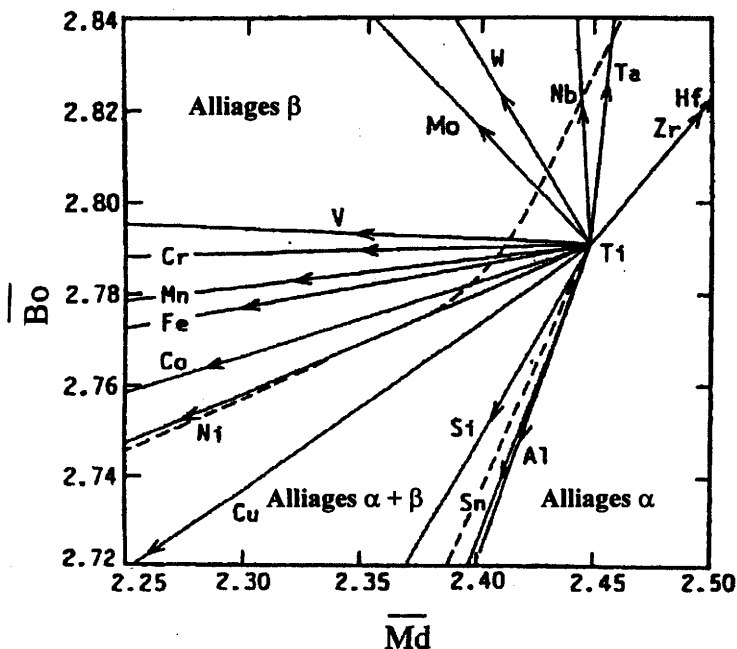
$$\bar{Md} = \sum X_i \times (Md)_i \quad \text{et} \quad \bar{Bo} = \sum X_i \times (Bo)_i \quad (3.1)$$

où  $X_i$  est la fraction atomique de l'élément  $i$  et  $(Md)_i$  la valeur de  $Md$  pour chaque élément  $i$  en solution dans la phase  $\beta$  du titane.

Il n'entre pas dans le cadre de ce travail de détailler cette théorie et nous nous limiterons à la présentation de la carte ( $\bar{Bo} - \bar{Md}$ ) **figure 3.4** dans laquelle sont placées différentes régions correspondant :

- aux alliages  $\alpha/\alpha+\beta/\beta$ .
- aux modes de déformation dans les alliages Ti $\beta$ , glissement, maclage et transformation martensitique.

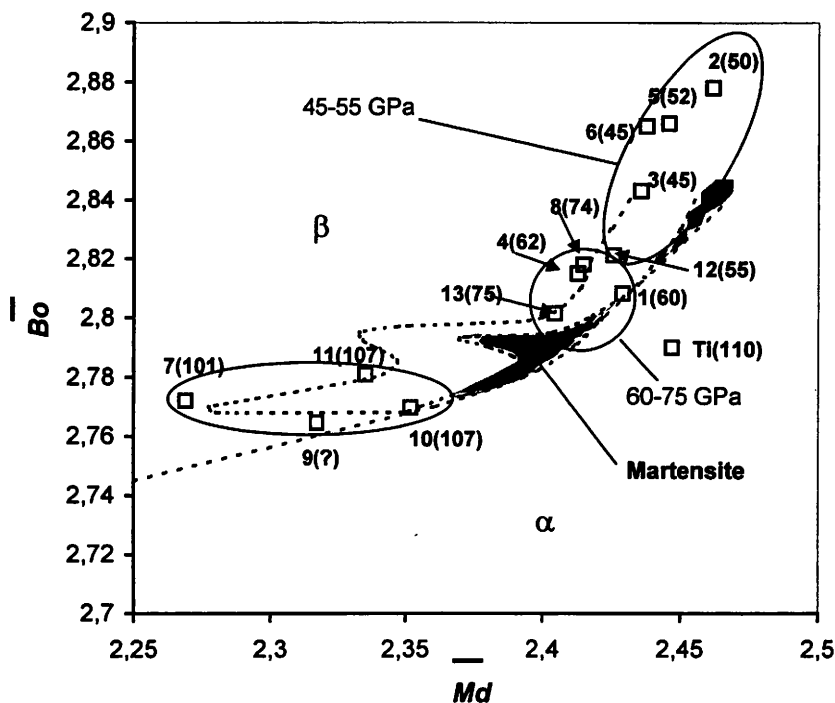
Kuroda et col.[59] ont observé pour une série d'alliages de titane bêta, une diminution du module d'élasticité lorsque  $\bar{Md}$  et  $\bar{Bo}$  augmente et une augmentation de la stabilité de la phase bêta lorsque  $\bar{Md}$  diminue et que  $\bar{Bo}$  augmente.



**Figure 3.5** Evolution des paramètres  $\bar{B}_0$  et  $\bar{M}_d$  en fonction des éléments d'alliages dans Ti-M (M désignant l'élément d'alliage)[64].

**Alliages Tiβ (E en GPa)**

1. **Bêta III (60)**
2. Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (50)
3. Ti-16Nb-13Ta-4Mo (45)
4. Ti29Nb-13Ta (62)
5. Ti29Nb-13Ta-4Mo (52)
6. Ti29Nb-13Ta-2Sn (45)
7. Ti-13V-11Cr-3Al (101)
8. Ti-12Mo-6Zr-2Fe (74)
9. Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn
10. Ti-10V-2Fe-3Al (107)
11. Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (106)
12. Ti-15Mo-5Zr (55)
13. Ti-15Mo-5Zr-3Al (75)



**Figure 3.6** Module d'élasticité en traction repéré dans un diagramme  $\bar{B}_0 - \bar{M}_d$

La **figure 3.5** décrit l'évolution des paramètres  $\overline{Bo}$  et  $\overline{Md}$  d'un alliage Ti-M en fonction des éléments d'alliage. L'effet de ces éléments sur le couple ( $\overline{Bo} - \overline{Md}$ ) permet de définir, selon ces auteurs, des compositions chimiques favorisant un bas module d'élasticité.

### Corrélation entre le module d'élasticité E et les paramètres $\overline{Bo}$ et $\overline{Md}$

A partir des observations de Kurada et col. nous avons voulu vérifier cette corrélation entre le module d'élasticité E et les paramètres  $\overline{Bo} - \overline{Md}$ .

Nous avons appliqué ce calcul des paramètres à d'autres alliages Ti $\beta$ . Afin de réduire les incertitudes sur le module d'élasticité, qui varie de façon très significative en fonction de l'histoire thermomécanique et des conditions de traitement thermique, nous avons retenu l'état trempé comme état de référence. En effet, cette théorie ne s'applique, pour l'instant, qu'à un état monophasé ( $\alpha$  ou  $\beta$ ), c'est-à-dire pour des éléments d'alliage en solution solide dans les phases  $\beta$  ou  $\alpha$  du titane. De même, pour réduire les écarts liés à la méthode de mesure, on choisit des valeurs de E obtenues à partir de la courbe de traction.

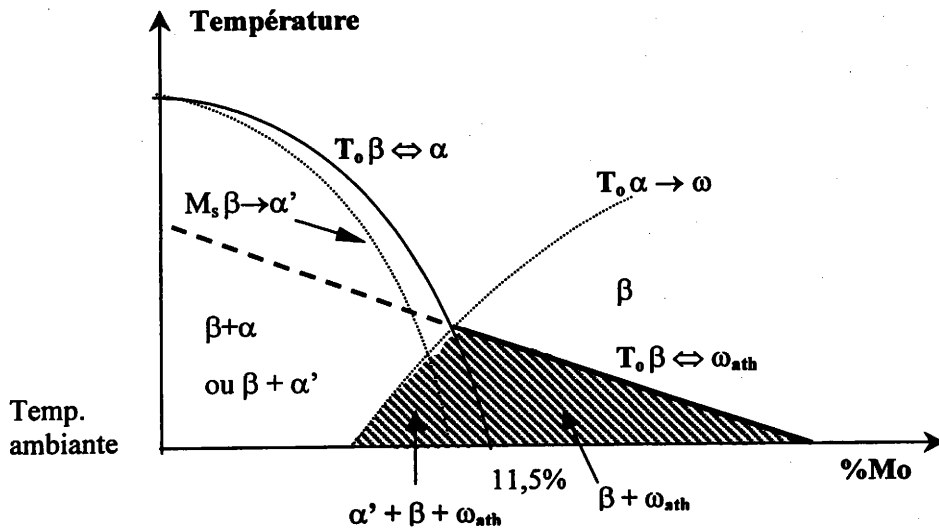
La **figure 3.6** indique la position de différents alliages Ti $\beta$  en fonction des paramètres  $\overline{Bo}$  et  $\overline{Md}$ . Sur ce graphique figurent les résultats obtenus par Kurada et col. sur une série d'alliages Ti-Nb-Ta-Zr ou Mo. Nous avons également placé les points correspondant à d'autres alliages de Ti $\beta$  en utilisant les relations (3.1) et indiqué entre parenthèse le module d'élasticité.

D'une manière générale, le module d'élasticité est d'autant plus bas que les valeurs  $\overline{Bo} - \overline{Md}$  sont élevées.

On peut distinguer plusieurs regroupements autour de la valeur du module d'élasticité en fonction du couple ( $\overline{Bo}, \overline{Md}$ ). Il existe une transition assez marquée entre un premier groupe, constitué d'alliages à bas module (45 à 55 GPa) et un deuxième groupe d'alliages dont le module d'élasticité est compris entre 60 et 75 GPa.

Le titane Bêta III à l'état trempé retenu dans notre étude possède, de par sa composition chimique, un module d'élasticité relativement bas (60 GPa).

Cette approche énergétique semble bien pouvoir servir de guide pour la mise au point de la composition d'alliages à bas module. Elle fournit un argument supplémentaire pour s'intéresser aux caractéristiques élastiques de cet alliage et à leur optimisation dans le cadre des applications orthodontiques.



**Figure 3.7** Diagramme  $T_0$  (début de transformation)/ Composition pour les phases stables et métastables  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\omega$  [68]

### III-4) Phases rencontrées dans les alliages de titane bêta métastable ( $\beta_m$ )

La stabilité thermomécanique de la phase bêta à température ambiante est estimée à partir de sa facilité ou non à se décomposer en phase  $\omega$  et /ou en phase martensitique lors de traitements thermomécaniques. Ces phases intermédiaires peuvent se transformer à leur tour en phases d'équilibre. La stabilité de la phase bêta est reliée à la valence et au rayon ionique du soluté considéré. Dans un travail relatif aux alliages binaires, Luke et col.[66] donnent les valeurs critiques de la concentration d'électrons par atome conduisant à la formation de martensite lors de la trempe. Ces valeurs sont comprises entre 4,06 et 4,14 électrons/atome.

#### III-41) Phases obtenues par trempe

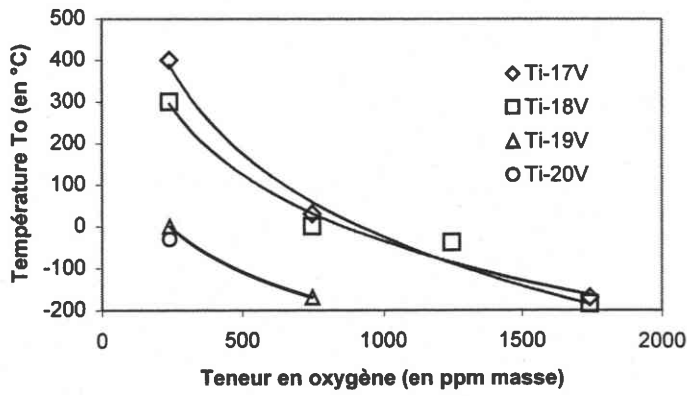
##### Martensite $\alpha'$ et $\alpha''$

La martensite  $\alpha'$  possède la même structure hexagonale que la phase  $\alpha$  d'équilibre mais avec la composition de la phase  $\beta$  dont elle est issue. Elle se forme pour les alliages  $\alpha+\beta$ , à partir de la phase  $\beta$ , à des vitesses de refroidissement rapides et pour des teneurs en éléments bêtagènes suffisamment faibles ( $Mo_{eq} \approx 6\%$ ). Pour les alliages  $Ti\beta_m$  la phase  $\alpha'$  n'apparaît pas, par trempe à la température ambiante, car la température de début de transformation martensitique se situe sous la température ambiante (cf.figure 3.3).

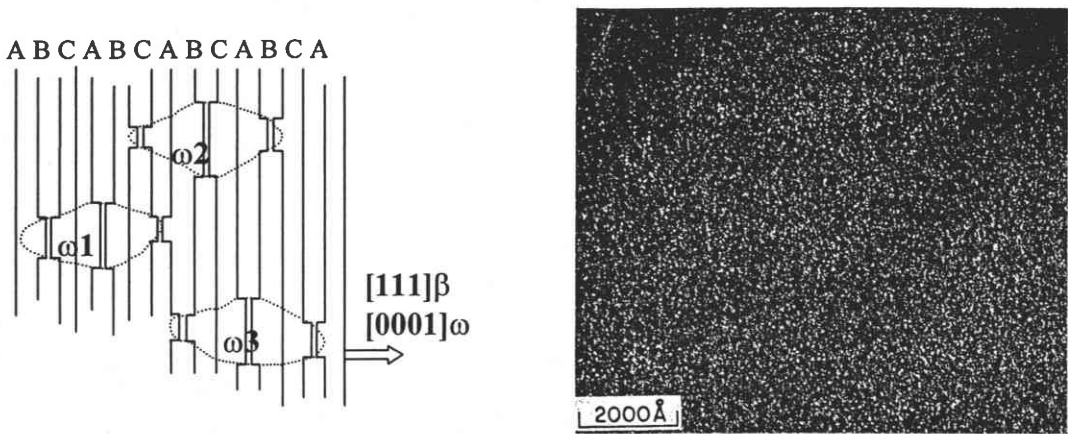
La martensite  $\alpha''$  de structure orthorhombique se forme dans les alliages de titane binaires (Ti-Mo, Ti-Nb) plus chargés en éléments bêtagènes tout en restant inférieures à la concentration critique  $\beta_c$ . Elle exige des vitesses de refroidissement beaucoup plus élevées. D'un point de vue cristallographique, la martensite  $\alpha''$  se distingue de la phase  $\alpha'$  par une distorsion de réseau qui augmente avec la teneur en éléments d'alliage (à partir de 6% pour le système binaire Ti-Mo)[32]. A ce titre elle est souvent considérée comme une structure intermédiaire dans la transformation  $\beta \rightarrow \alpha'$ . Certains auteurs [67] n'ont d'ailleurs pas reconnu cette phase  $\alpha''$  comme une phase distincte de  $\alpha'$ .

##### Phase $\omega$ athermique ( $\omega_{ath}$ )

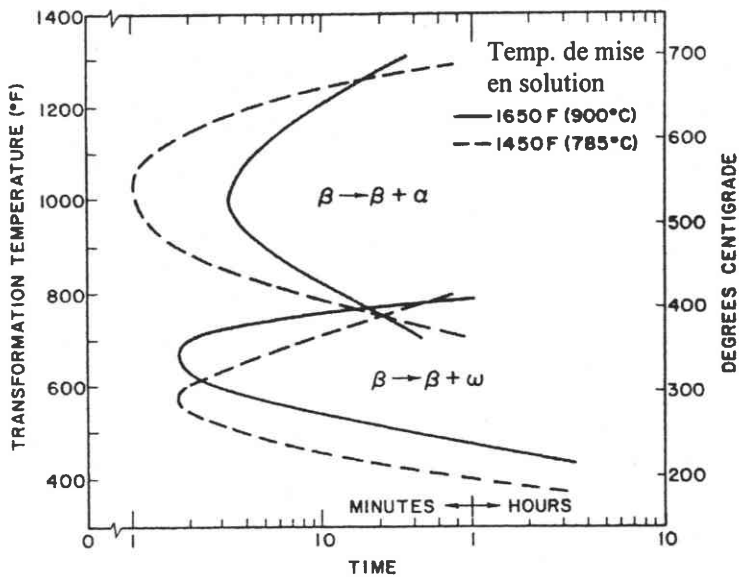
Suivant la teneur et la nature des éléments d'addition la phase  $\beta_m$  peut se décomposer, partiellement lors de la trempe, en phase  $\omega_{ath}$ , dans un domaine de température qui dépend de la vitesse de refroidissement et de la pureté de l'alliage. Cette phase a été mise en évidence avec certitude dans les alliages Ti-Mo, Ti-V, Ti-Nb trempés à l'eau depuis le domaine bêta. La transformation  $\beta \rightarrow \omega_{ath}$  se produit dès que la température devient inférieure à une température de transition notée  $T_{o\beta \rightarrow \omega}$  et présente une certaine analogie avec la température de début de transformation martensitique (figure 3.7).



**Figure 3.8** Température de transformation  $T_{\beta \rightarrow \omega_{ath}}$  en fonction du taux d'oxygène pour différents alliages Ti-V [69]



**Figure 3.9** a) Modèle de la formation de la phase  $\omega$  - b) Micro - photographie en champs sombre de la phase  $\omega_{ath}$  dans le Bêta III trempé depuis  $900^{\circ}\text{C}$  [73]



**Figure 3.10** Diagramme TTT du Bêta III – Influence de la température de mise en solution sur les transformations  $\beta \rightarrow \alpha$  et  $\beta \rightarrow \omega_{isoth}$  [77].



Dans les alliages de plus faible composition en éléments bêtagènes, la transformation  $\beta \rightarrow \omega_{\text{ath}}$  n'a pas lieu, car la température de transition est en dessous de  $M_S \beta \rightarrow \alpha'$  [68]. Cette température de transition  $T_0$  dépend également de la quantité d'oxygène présente dans l'alliage (**figure 3.8**) [69].

Le mécanisme de formation de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  est du type « sans diffusion ». Elle a la même composition que la phase  $\beta$ . La phase  $\omega_{\text{ath}}$  peut se décrire par une maille hexagonale à partir des paramètres de maille de la phase bêta cubique centrée :

$$a_{\omega} = \sqrt{2}a_{\beta} \qquad c_{\omega} = \frac{\sqrt{3}}{2}a_{\beta}$$

Lors de la trempe, les instabilités locales du réseau cubique centré de la phase  $\beta$  entraînent des déplacements de certains atomes des plans  $\{111\}_{\beta}$  suivant la direction  $\langle 111 \rangle_{\beta}$ . Ces déplacements sont à l'origine de petits domaines de quelques dizaines d'angströms peu visibles en microscopie électronique en transmission [70]. Le modèle proposé par Defontaine [71] est illustré **figure 3.9**. La séquence d'empilement (ABCABC...) des plans  $\{111\}_{\beta}$  est modifiée par un accolement de deux plans B et C qui donnent un plan B' (collapse plane) correspondant à la séquence d'empilement AB'AB' des plans  $\{0001\}_{\omega}$ . Avec 3 plans  $\{111\}_{\beta}$  notés ABC, il y a trois possibilités différentes d'accolement.

L'orientation des précipités avec la matrice vérifie les relations [72]:

$$\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 0001 \rangle_{\omega} \text{ et } \{110\}_{\beta} // \{11\bar{2}0\}_{\omega}$$

### III-42) Phases obtenues par revenu

La phase  $\beta$ , après trempe, est métastable et le revenu aura pour effet d'aboutir à une structure d'équilibre  $\alpha + \beta$  si la température de revenu est supérieure à environ 450°C. Pour des températures plus basses, plusieurs types de décomposition peuvent intervenir comme la formation de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  ou la formation de précipités cohérents  $\beta'$  (cf. figure 3.3) selon la nature chimique et l'histoire thermo-mécanique de l'alliage (diagramme TTT **figure 3.10**).

#### La phase $\alpha$

La précipitation de la phase  $\alpha$  s'effectue à partir de la phase bêta et/ou à partir des phases intermédiaires de type martensitique ou encore de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .

La phase  $\alpha$ , de structure hexagonale, apparaît dans la matrice bêta sous forme de petites plaquettes ou d'aiguilles de structure et de paramètres de maille voisins de ceux de la martensite  $\alpha'$  avec des orientations :

$$(0001)_{\alpha} // \{110\}_{\beta} \text{ et } \langle 11\bar{2}1 \rangle_{\alpha} // \langle 111 \rangle_{\beta}$$

Selon Burgers cette transformation se fait par cisaillement des plans  $\{110\}_\beta$  suivant une direction  $\langle 111 \rangle_\beta$ .

Rhodes et col [74] rapportent un deuxième type de phase  $\alpha$ , notée  $\alpha_p$  ( $\alpha$  primaire) dans les alliages Ti-14Mo-6Al et Ti-11,6Mo, qui ne possède pas les relations d'orientation de Burgers. Cette phase  $\alpha_p$  est observée après un temps de maintien prolongé à des températures comprises entre 400 et 650°C. D'après les auteurs, le mécanisme de la formation de cette phase  $\alpha_p$  est une germination et croissance par rapport à la phase  $\alpha_s$  ( $\alpha$  secondaire) dite de revenu. L'existence de ces deux phases  $\alpha$  a été également mise en évidence par Hanada et Izumi [75] dans Ti-15Mo-5Zr et Ti-15Mo-5Zr-3Al.

### La phase $\omega$ isothermique ( $\omega_{\text{isoth}}$ )

La phase  $\omega_{\text{isoth}}$  est obtenue par vieillissement d'alliages préalablement refroidis depuis le domaine  $\beta$ . Lors de maintiens isothermes dans un domaine de température compris entre 200° C et 450°C environ, les phénomènes de diffusion conduisent à des fluctuations locales de composition qui stabilisent la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .

Contrairement à la phase  $\omega_{\text{ath}}$ , le processus de formation de type germination/croissance entraîne une évolution de la composition de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ . Lors de leur formation, les précipités  $\omega_{\text{isoth}}$  s'appauvrissent de manière continue en soluté, de façon plus ou moins rapide selon la température de vieillissement, pour tendre vers une teneur limite [70]. Pour les alliages Ti-Mo cette valeur est de  $4,3^{\pm 0,4}$  at.% de Mo [76]. Ces précipités de quelques dizaines de nanomètres entraînent des duretés exceptionnellement élevées.

### La phase $\beta'$

Pour des alliages dont la teneur en éléments bêtagènes est trop élevée pour permettre la formation de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  et à une température comprise entre 200°C et 500°C, on peut observer une décomposition isotherme de la phase  $\beta$  en phase  $\beta'$  cubique centrée. Ces petits précipités  $\beta'$  sont appauvris en éléments bêtagènes. Ils constituent les précurseurs de la germination de la phase  $\alpha$ .

### **III-43) Phases induites sous contrainte**

Comme l'indique le diagramme pseudo-binaire figure 3.3, les alliages  $\text{Ti}\beta_m$ , mécaniquement instables sont également susceptibles de se transformer sous contraintes à froid. Cette transformations de phases résultant de la décomposition de la phase  $\beta_m$  est liée à l'apparition de la phase  $\omega$ , et de la martensitique  $\alpha''$  toutes deux induites sous contrainte. La phase  $\omega$ , a été observée dans des macles

Alliages	$d_{222}/d_{0002}$	Mode de déformation
Ti-20V	0,667	maclage {332}<113> pour les phases $\beta_m$
Ti-20V-3Sn	0,662	
Ti-15Mo-5Zr	0,664	
<b>Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn (Bêta III)</b>	<b>0,664</b>	
Ti-20V-6Al	0,651	glissement {112}<111> pour les phases $\beta_{stable}$
Ti-15Mo-5Zr-3Al	0,658	
Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	0,650	
Ti-13V-11Cr-3Al	0,643	
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al	0,649	

**Tableau 3.4**

Mode de déformation principale de quelques alliages de titane  $\beta$  [89]

$\{332\}\langle 113\rangle$  de l'alliage Ti20V [78]. D'autres part, l'étude du Ti10Zr12V a montré que le volume de phase  $\omega$ , croît de manière isotherme à température ambiante sous l'effet de contraintes [79].

Dans ce travail nous nous intéresserons plus particulièrement à la phase  $\alpha''$ , la phase  $\omega$ , n'ayant pas été observée dans le Bêta III.

La martensite créée sous l'action d'un champs de contraintes est toujours de structure orthorhombique  $\alpha''$ [73]. Plus la différence entre la température ambiante et  $M_s$  est grande, plus la transformation martensitique nécessite une contrainte élevée. Si la contrainte devient trop importante, il y a compétition entre la transformation martensitique et la déformation plastique de la phase mère.

On définit une température  $M_d$  au delà de laquelle la transformation martensitique ne peut plus se produire. La formation de platelets de martensite est donc un moyen supplémentaire de déformation qui contribue à la déformation totale.

Pionnier et Humbert [80] ont étudié dans un alliage  $Ti\beta_m$ , les changements de texture des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  du Bêta CEZ, après déformation à froid suivant différents procédés et ont constaté une forte sélection de variantes.

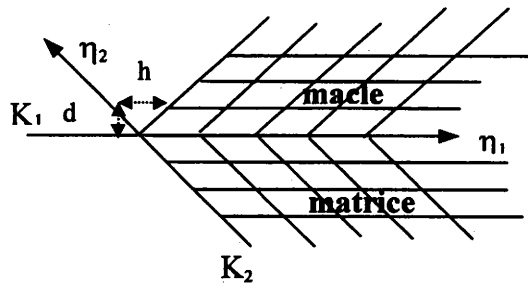
Le comportement lors du revenu de la phase  $\alpha''$  constitue un autre aspect intéressant. La réversion de la martensite  $\alpha''$  en phase  $\beta$  a été étudiée par T. Sugimoto [81], Kollerov [82], Sasano [83], Ohyama [84]. Dans cette dernière étude, les alliages  $Ti\beta$  déformés à froid sont réchauffés très rapidement ( $5^\circ\text{C/s}$ ) ou immergés dans un bain de sel jusqu'à des températures maximum de  $300^\circ\text{C}$  afin d'éviter toute formation de phase  $\alpha$ . Cette réversion s'accompagne d'un effet mémoire de forme.

### III-5) Déformation plastique par maclage

Hanada et Izumi [85][86][87][88][89] ont étudié les alliages Ti-V, Ti-Mo, Ti-Nb binaires contenant pour certains du zirconium, de l'étain et de l'aluminium. Ces auteurs ont montré que le mode de déformation principal de l'alliage est lié à la stabilité de la phase bêta. Le maclage type  $\{332\}\langle 113\rangle$  apparaît d'autant plus facilement que la phase bêta est instable et que l'on forme de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  lors de la trempe. Quand la phase bêta devient plus stable, le maclage fait place au glissement  $\{112\}\langle 111\rangle$ . Le changement de mécanisme de déformation, glissement - maclage, s'effectue lorsque le rapport  $d_{222}/d_{0002}$ , des distances interréticulaire, correspondant aux phases  $\beta$  et  $\omega$  atteint la valeur 0,660 [88]. Ainsi deux classes d'alliage  $Ti\beta$  se distinguent suivant la stabilité de la phase  $\beta$  comme indiqué tableau 3.4.

#### Caractéristiques cristallographiques du maclage dans le Bêta III

Le maclage, principal mode de déformation observé dans le Bêta III est du type  $\{332\}\langle 113\rangle$ . Ce système inhabituel pour les structures cubiques centrées a été observé dans certains alliages  $\beta_m$  tels



$K_1$	$K_2$	$\eta_1$	$\eta_2$	$s$
(332)	(11 $\bar{2}$ )	[11 $\bar{3}$ ]	[111]	0.373

Avec  $K_1$  : le plan de macle invariant  
 $K_2$  : le deuxième plan sans distorsion  
 $\eta_1$  : direction de maillage  
 $\eta_2$  : direction dans le plan  $K_2$   
 $s = h/d$  le taux de cisaillement

Figure 3.11 Caractéristiques du maillage {332}<113>

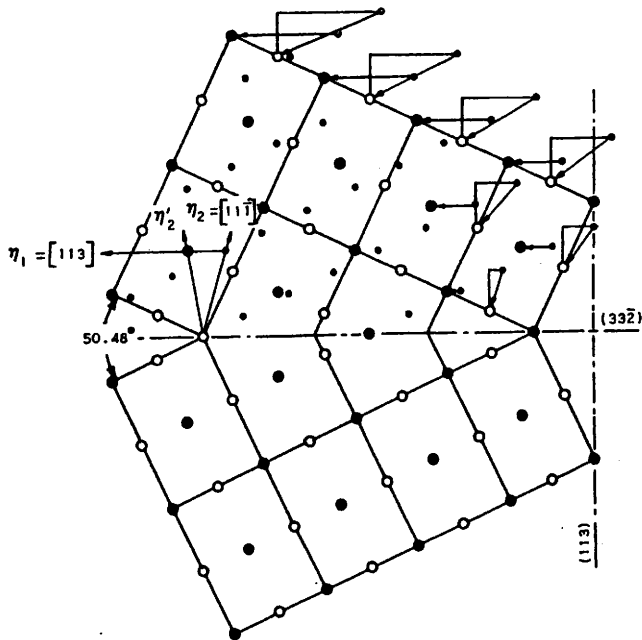


Figure 3.12 Macle {332}<113> dans le plan (1-10) - les symboles pleins représentent les atomes dans le plan de projection, les symboles clairs représentent les atomes situés à  $0,707a_0$  au dessus ou en dessous du plan de projection [92]

que Ti-V et Ti-Mo. Ce système est souvent activé lorsque la structure contient la phase  $\omega_{\text{ath}}$  formée lors de la trempe mais d'après Oka et col.[90][91] sa présence dans les alliages Ti-Mo ( $9,3\% < \%Mo < 15\%$ ) ne semble pas obligatoire.

La déformation par maclage entraîne un cisaillement du réseau, parallèlement au plan de macle et suivant la direction de maclage (figure 3.11) [92]. Le réseau maclé est symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle. Le déplacement subi par chaque atome est inférieur à une distance inter atomique. Le réseau maclé se déduit de l'orientation du réseau initial, par symétrie à partir des éléments  $K_1, K_2, \eta_1, \eta_2$ . Le plan  $(1\bar{1}0)_\beta$  est perpendiculaire au plan de maclage  $K_1$ - figure 3.12 ). A un plan de maclage, ne correspond qu'une seule direction de cisaillement. De ce fait, la multiplicité du système de maclage  $\{332\}<113>$  est de douze. Les angles entre ces plans  $\{332\}$  sont les suivants :  $17,3^\circ$  (2),  $50,5^\circ$  (1),  $65,9^\circ$  (4),  $795(2)^\circ$ ,  $82,2^\circ$  (2).

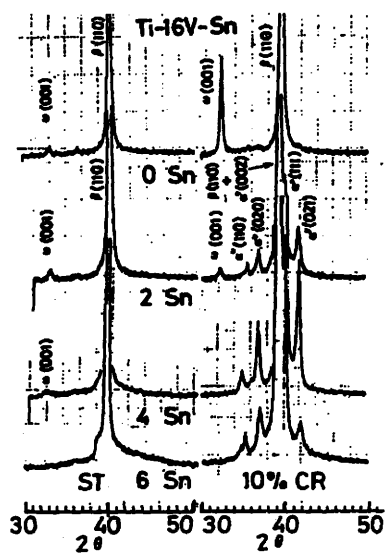
Contrairement au maclage  $\{112\}<111>$  des autres structures CC où tous les atomes se placent correctement lors du cisaillement, le maclage  $\{332\}<113>$  nécessite le réajustement de la moitié des atomes. Au cours du cisaillement  $[1\bar{1}\bar{3}]_\beta$ , les atomes d'un plan de cisaillement  $(1\bar{1}0)_\beta$  sur deux de l'empilement ABAB ne retrouvent pas directement leurs positions propres à la structure cristalline. Le cisaillement ne suffit pas pour rétablir et respecter la symétrie initiale du cristal. Le cristal diminue encore son énergie par des réajustements (schuffles) qui s'opèrent et qui ramènent les atomes aux nœuds du réseau cubique centré maclé. Ce réajustement correspond à un déplacement d'atomes inférieur à la moitié du paramètre de maille cubique suivant la direction  $\eta'_2 = [111]_{\text{macle}}$ .

Le maclage et la transformation de phase martensitique mettent en jeu des mécanismes fondés sur le cisaillement. Le maclage n'entraîne aucune modification du groupe d'espace, alors que la martensite possède un groupe d'espace différent de celui de la phase mère.

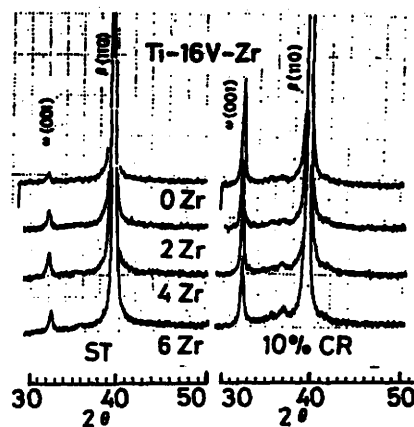
### Influence du maclage sur le comportement mécanique

L'amplitude du cisaillement  $s$  est proche de 0,373. Il indique la déformation maximale admise par le matériau lorsque le maclage est le seul mode de déformation. Un matériau se déformant uniquement au moyen du système  $\{332\}<113>$  atteint des déformations maximales d'environ 19% pour 100% de fraction volumique maclée. Les essais effectués en traction par différents auteurs montrent que l'allongement à rupture est nettement supérieur à cette valeur ( 25 à 30% pour l'état trempé).

Le maclage constitue le mécanisme de déformation principal et il convient d'admettre qu'un autre mécanisme contribue à accommoder la déformation.



a)



b)

**Figure 3.13** Effet de l'addition de a) Sn et b) Zr sur les structures trempées et trempées puis déformées à froid [96]

### III-6) Conditions d'activation de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ induite sous contrainte

Les différents modes de déformation activés dépendent de la composition chimique de l'alliage, des traitements thermiques et des conditions de sollicitation.

#### III-61) Effets des éléments d'addition sur la stabilité et sur le mode de déformation de la phase bêta

La concentration et le type d'élément d'alliage qui contrôle la stabilité de la phase bêta ont une influence importante sur le mode de déformation dominant [93][94][95].

L'objectif de cette partie est de clarifier les effets des éléments d'alliages sur la stabilité de la phase bêta, évaluée à partir de sa capacité à se transformer en phases  $\alpha''$  (lors de la déformation) ou  $\omega_{ath}$  (lors de la trempe). Nous nous intéressons tous particulièrement à l'effet de Sn et Zr qui sont les éléments d'addition du Bêta III.

#### Effets de Sn et Zr sur les phases présentes après trempe et déformation à froid

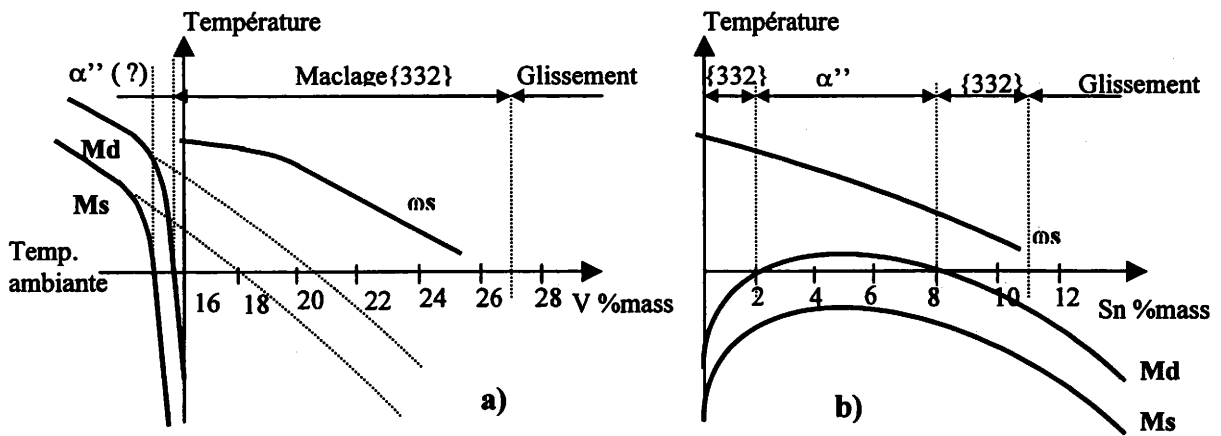
Ishiyama et col.[93][96] ont étudié les effets de ces éléments sur l'alliage binaire Ti-16V, qui présente des similitudes avec la base Ti-11,5Mo du Bêta III ; le vanadium, comme le molybdène étant des éléments bêtagènes isomorphes. Un pourcentage de 16% de vanadium est nécessaire et suffisant pour supprimer, lors de la trempe depuis le domaine bêta, la formation de martensite et peut être comparé aux 11,5% de Mo. Cet alliage, comme le Bêta III, est après trempe rapide depuis le domaine bêta  $\beta$  cubique centré, constitué essentiellement d'une matrice  $\beta$  et d'une phase  $\omega_{ath}$ .

L'effet d'un accroissement de Sn (de 0 à 6%) dans le Ti-16V-xSn après trempe et laminage à froid (10%) a été étudié par diffraction RX. La formation de la phase  $\omega_{ath}$  lors de la trempe diminue lorsque le pourcentage de Sn augmente. Au-delà de 4% de Sn, la formation de phase  $\omega_{ath}$  est supprimée. La transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  dans les alliages déformés à froid est favorisée lorsque le pourcentage de Sn augmente. Cependant au-delà de 4%, l'accroissement de Sn tend à supprimer la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ . Les variations de Zr ne semblent pas avoir d'influence sur la présence de  $\omega_{ath}$  et sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

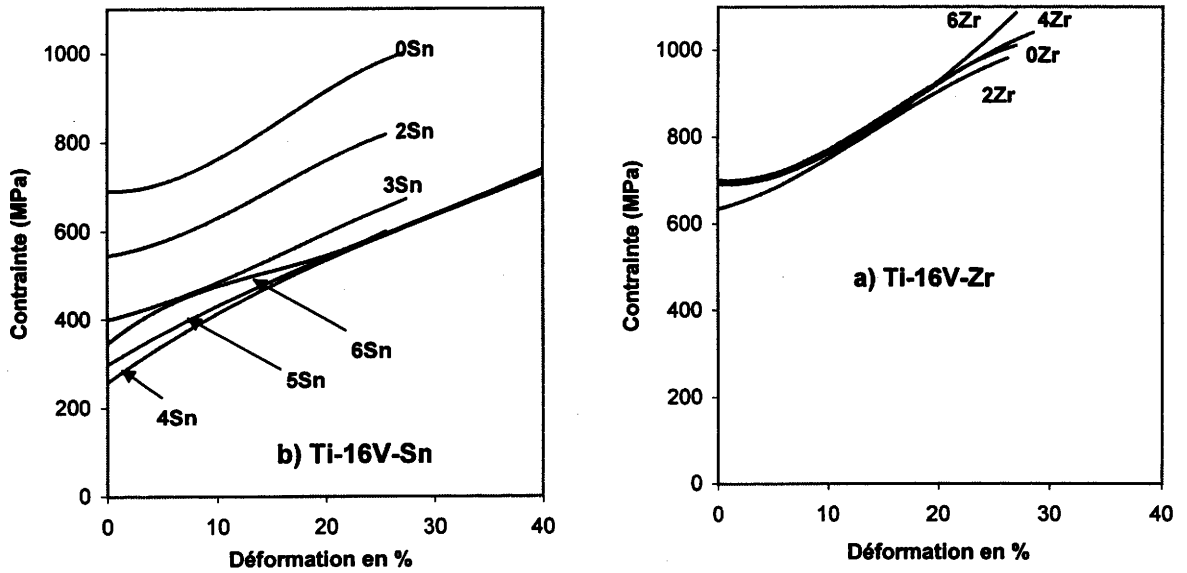
La **figure 3.13** représente les effets de l'addition de Sn et Zr sur les phases présentes à l'état trempé puis déformé à froid [96].

L'étain supprime la transformation  $\beta \rightarrow \omega_{ath}$ . Il est considéré comme un élément faiblement stabilisant pour la transformation martensitique par rapport aux autres éléments (V, Cr, Mo...).





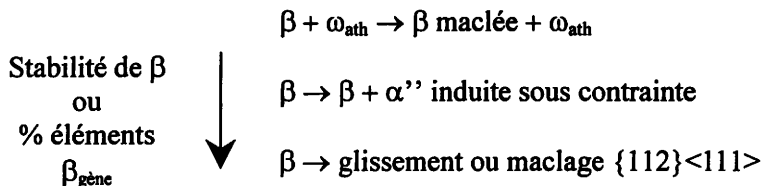
**Figure 3.14** Schéma des modifications des températures Md, Ms, ωs en fonction de la teneur en a) Vanadium dans Ti-V et b) Sn dans l'alliage Ti-16V-Sn [95]



**Figure 3.15** Courbes contrainte – déformation de l'alliage Ti-16V dopé avec a) Zr et b) Sn [93]

Effets de V, Sn et Zr sur le mode de déformation

Le mode de déformation par transformation martensite  $\alpha''$  sous contrainte se produit sous certaines conditions et notamment lorsque la phase bêta est suffisamment stable pour éviter la formation de phase  $\omega_{ath}$  tout en restant instable pour la transformation martensitique. La croissance de la stabilité de la phase  $\beta$  implique donc un changement des modes de déformation qui peuvent se résumer ainsi :



Ohyama et col.[95] ont montré que le maclage  $\{332\}$  dans le Ti-V se produit pour des compositions allant de 16 à 22% V. La **figure 3.14a** schématise l'évolution des températures  $M_s$ ,  $M_d$  et  $\omega_s$  en fonction de la teneur en vanadium ( $\omega_s$  : température de début de transformation de la phase  $\omega_{ath}$  ). A partir de 16% de vanadium on observe en effet un effondrement de la température  $M_d$  attribué à la transformation  $\beta \rightarrow \beta + \omega_{ath}$  lors de la trempe depuis le domaine bêta. Au-delà de 24% de vanadium, le maclage est remplacé par du glissement. On constate, **figure 3.14b**, que Sn abaisse  $\omega_s$  sans toutefois supprimer totalement la formation de phase  $\omega_{ath}$  . La phase bêta est cependant moins instable. Dans l'intervalle 2%-8%,  $M_d$  est légèrement supérieure à la température ambiante et la phase bêta peut être déstabilisée par la contrainte.

Effet de la stabilité de la phase  $\beta_m$  sur les propriétés mécaniques en traction

Nous avons vu que le mode de déformation dominant est contrôlé par la stabilité de la phase  $\beta$  qui conditionne les possibilités de transformations  $\beta \rightarrow \beta + \alpha''$  et  $\beta \rightarrow \beta + \omega_{ath}$ .

Hanada et col. [85][86][87] ont montré que dans les alliages de titane  $\beta_m$  binaires Ti-V, Ti-Mo, Ti-Nb, le mode de déformation par maclage type  $\{332\}$  entraîne une ductilité élevée et une faible limite d'élasticité. Les alliages plus fortement chargés en élément bêtagène, donc plus stables, se déformant par glissement présentent une ductilité plus faible et une limite d'élasticité plus élevée.

Ishiyama et col.[61] ont étudié les effets de Sn, Zr, Al sur les propriétés mécaniques en traction d'alliages Ti-16V-( Zr, Sn, Al) et Ti-7Cr-(Zr, Sn, Al).

La variation de la teneur en Zr dans Ti-16V a peu d'effet sur les propriétés mécaniques alors que la teneur en Sn modifie de façon drastique l'allure des courbes (**figures 3.15a et 3.15b**).

Les alliages contenant 4 à 6% Sn ont une ductilité importante et surtout une faible limite d'élasticité avec un « palier » lié à la transformation  $\beta \rightarrow \beta + \alpha''$ .

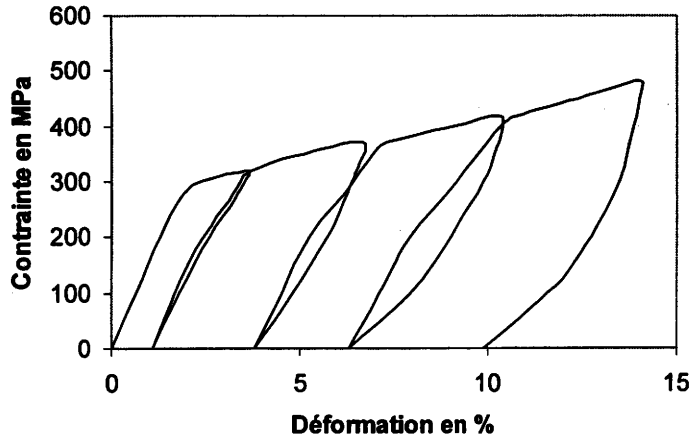


Figure 3.16

Cycle charge – décharge réalisé sur l’alliage Ti-16V-4Sn [93]

Des cycles charge-décharge ont été réalisés sur un alliage Ti-16V-4Sn (composition optimum pour la transformation martensitique induite sous contrainte). La **figure 3.16** illustre l'évolution de la déformation recouvrable. Celle-ci est d'autant plus importante que la déformation imposée est grande. Les auteurs suggèrent qu'au-delà de la limite d'élasticité, le glissement plastique et la transformation martensitique se produisent simultanément.

### **III-62 ) Influence de la température de mise en solution sur la transformation induite sous contrainte $\beta \rightarrow \alpha''$**

Grosdidier et Philippe [97] ont étudié la formation de martensite  $\alpha''$  et l'effet superélastique dans l'alliage de titane Bêta CEZ.

Comme dans les autres alliages de titane  $\beta$ , le mécanisme de déformation intervenant dans la déformation à froid dépend de la stabilité de la phase bêta et donc de la température du traitement de mise en solution.

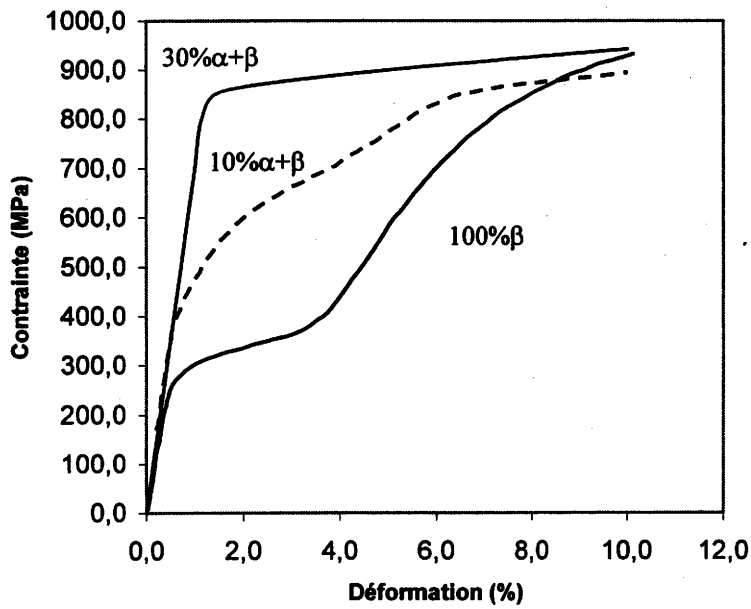
Une mise en solution dans le domaine  $\alpha + \beta$  suivie d'une trempe favorise peu la formation de martensite par déstabilisation de la phase  $\beta$  lors de l'application d'une contrainte.

D'après Pionnier [80] et Zimmermann [98] des examens en diffraction des RX d'échantillons de Bêta CEZ déformés en traction et comportant une structure mixte n'a pas permis de mettre en évidence de pics associés à la phase martensitique  $\alpha''$ . Deux raisons peuvent expliquer ce résultat :

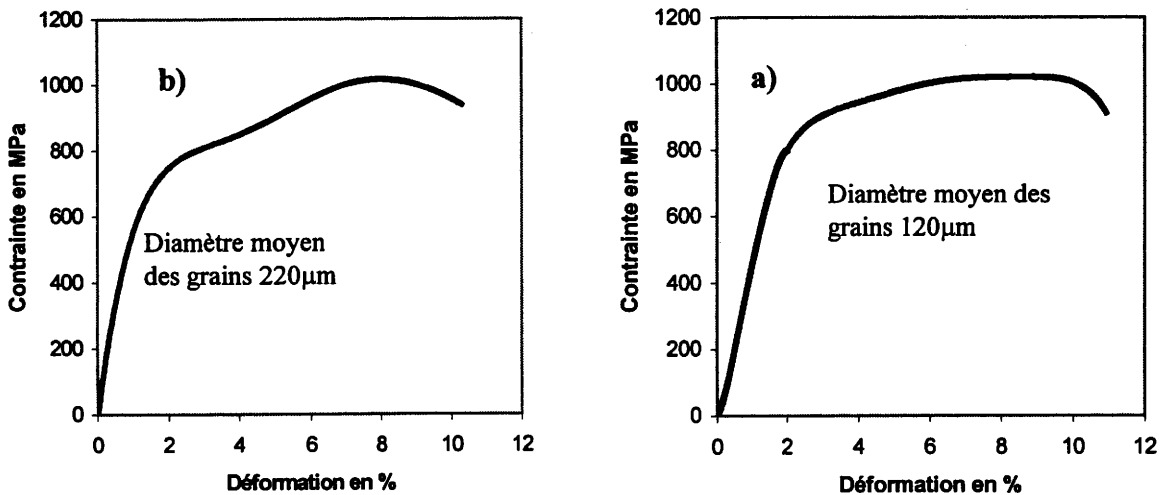
- la phase  $\alpha$  primaire qui se forme contribue à enrichir en éléments bêtagènes la phase bêta et augmente sa stabilité chimique ;
- la taille des domaines bêta susceptibles de se transformer est plus faible que celles existant dans un état monophasé  $\beta$ . La formation d'une variante de martensite est plus difficile. La contrainte nécessaire à la transformation martensitique est supérieure à la contrainte seuil de glissement.

Cet enrichissement de la phase bêta en éléments bêtagènes lors de la précipitation de la phase  $\alpha$  au cours de traitements isothermes a été observé sur le Bêta III par Froes et col.[99].

Cependant, Zimmermann [98] met en évidence un comportement pseudoélastique sur le Bêta CEZ lors d'un essai de traction interrompu à 8% après mise en solution à 750°C-1 heure ; soit une température bien inférieure au transus bêta de cet alliage ( $T_\beta = 890^\circ\text{C}$ ). La phase  $\alpha''$  est soit présente en trop faible quantité pour être détectée par RX et/ou la réversibilité de cette phase après décharge est quasi complète.



**Figure 3.17** Courbe  $\sigma$ - $\epsilon$  pour 3 structures différentes ( $\beta$ ,  $\beta+10\%\alpha$ ,  $\beta+30\%\alpha$ ) obtenue après mise en solution à différentes températures [101]



**Figure 3.18** Courbes conventionnelles de traction après mise en solution à  $920^{\circ}\text{C}$ -15min (a) et  $920^{\circ}\text{C}$ -60min (b) suivie d'une trempe à l'eau [102]

Les travaux de Duerig [100][101] montrent clairement l'influence des conditions de mise en solution sur le mode de déformation de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al (**figure 3.17**). Le transus bêta de cet alliage est de 830°C.

Une mise en solution dans le domaine  $\alpha+\beta$  permet d'obtenir une structure biphasée composée d'une phase  $\alpha$  primaire et d'une phase  $\beta$ . La diminution de la température de mise en solution entraîne une proportion de phase  $\alpha$  primaire croissante qui provoque un enrichissement en fer et en vanadium de la phase bêta et augmente donc sa stabilité chimique. La température de transformation martensitique  $M_s$  est alors abaissée et la température  $M_d$  est proche de la température ambiante. L'alliage se déforme alors de manière classique par plasticité.

Une mise en solution dans le domaine  $\beta$  suivie d'une trempe conduit à une structure monophasée bêta moins riche en éléments bêtagènes et mécaniquement instable (la température  $M_d$  étant supérieure à la température ambiante). La courbe de traction  $\sigma$ - $\epsilon$  présente une allure particulière appelée « double yielding ».

Elle se caractérise par une faible limite d'élasticité, une portion où la déformation se produit à contrainte sensiblement constante, lieu de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  suivie d'une partie avec une consolidation importante.

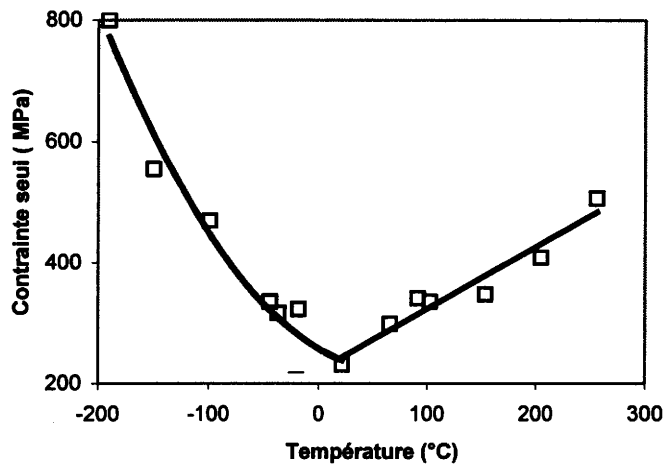
L'influence du temps de maintien dans le domaine bêta a également une influence sur l'importance de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  et souligne le rôle joué par la taille de grain sur les mécanismes de déformation activés. Grosdidier et col. [102] ont réalisé sur le bêta CEZ deux traitements de mise en solution à 920°C pendant 15 et 60 min suivi d'une trempe à l'eau. La taille de grain obtenue est respectivement de 120 $\mu$ m et 220 $\mu$ m. Les courbes de traction  $\sigma$ - $\epsilon$  de la **figure 3.18** montrent un « palier » beaucoup plus prononcé pour un maintien de 60 min traduisant une transformation martensitique induite sous contrainte plus importante.

### III-63) Rôle de la phase $\omega_{ath}$ dans l'activation de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$

Les études précédentes ont montré les effets d'éléments ternaires sur la stabilité de la phase bêta évaluée par rapport à sa capacité à se transformer en phase  $\omega_{ath}$  et/ou  $\alpha''$ . La présence de cette phase  $\omega_{ath}$  limiterait les possibilités de transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

Deux théories s'opposent :

- Duerig et col. [103] ont suggéré que le déclenchement de la transformation martensitique observé sur Ti-10V-2Fe-3Al nécessite d'autant plus d'énergie que la fraction volumique de phase  $\omega_{ath}$  était importante dans la matrice bêta. L'augmentation de la contrainte nécessaire à la formation de



**Figure 3.19** Variation de la contrainte seuil de la transformation martensitique en fonction de la température Ti-10V-2Fe-3Al d'après Duerig [100]

martensite (notée triggering stress) observée lors d'essai de traction en dessous de la température ambiante serait liée à la présence plus importante de phase  $\omega_{ath}$ .

- Flower [79] considère que la phase  $\omega_{ath}$  s'oppose aux déplacements des dislocations provoquées par la déformation et augmente les contraintes internes dans le matériau facilitant ainsi la transformation martensitique. L'auteur a constaté, dans les alliages Ti-V présentant un pourcentage de vanadium élevé, que la phase bêta était plus stable et qu'il se formait moins de phase  $\omega_{ath}$ .

Cette diminution de la fraction volumique de la phase  $\omega_{ath}$  a pour principal effet d'abaisser la contrainte de glissement dans la phase bêta. L'alliage absorbant plus d'énergie, il est nécessaire d'appliquer une contrainte supérieure pour déclencher la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

Ohmori et col[104] ont étudié, en 2001, dans un alliage de titane bêta métastable (Ti-9,9V-1,8Fe-3,2Al) le rôle joué par la précipitation de la phase  $\omega_{ath}$  sur la transformation de  $\beta \rightarrow \alpha''$  obtenue par trempe depuis une température supérieure au transus bêta. Pour ces échantillons, la présence d'une fine dispersion de phase  $\omega_{ath}$  (environ 3 nm) est confirmée par MET dans la structure  $\beta + \alpha''$ .

Une trempe interrompue entre 600°C et 300°C pendant un temps très court (30s) puis reprise jusqu'à température ambiante, permet de favoriser la formation de phase  $\alpha''$  au détriment de la phase  $\omega_{ath}$ . Le temps de maintien très court entre 600°C et 300°C est destiné à résorber la phase  $\omega_{ath}$  en évitant toute autre précipitation par revenu.

En plus de ces paramètres liés aux alliages étudiés, les conditions d'essais mécaniques (température et vitesse de déformation) influencent l'activation de l'un ou l'autre des mécanismes. Par exemple, la contrainte seuil d'initiation de la transformation martensitique dans les alliages bêta métastables varie en fonction de la température d'essai. Pour le Ti-10V-2Fe-3Al, Duerig [100] montre que la contrainte seuil est minimum pour des températures proches de 20°C (**figure 3.19**)

La transformation martensitique est également défavorisée lors d'essais mécaniques à vitesse élevée. Pionnier[80], dans le bêta CEZ, a montré par diffraction des RX qu'après un essai à une vitesse de traction de 200 mm/s la quantité de phase  $\alpha''$  induite sous contrainte est largement inférieure à celle obtenue après traction à 2 mm/s

### III-7) Cristallographie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$

Cette transformation martensitique sous contrainte a été mise en évidence dans plusieurs alliages de titane  $\beta$  (Ti-Mo ; Ti-V, Ti-Nb). Les premières études ont décrit la structure de cette martensite comme étant hexagonale ou cubique [105]. Les études plus récentes de Duerig et col. [100][106] ont montré que la martensite  $\alpha''$  induite sous contrainte était orthorhombique.

Pour cette transformation sans diffusion, la relation d'orientation entre les deux réseaux  $\beta$ (CC) et  $\alpha''$  orthorhombique est donnée par :



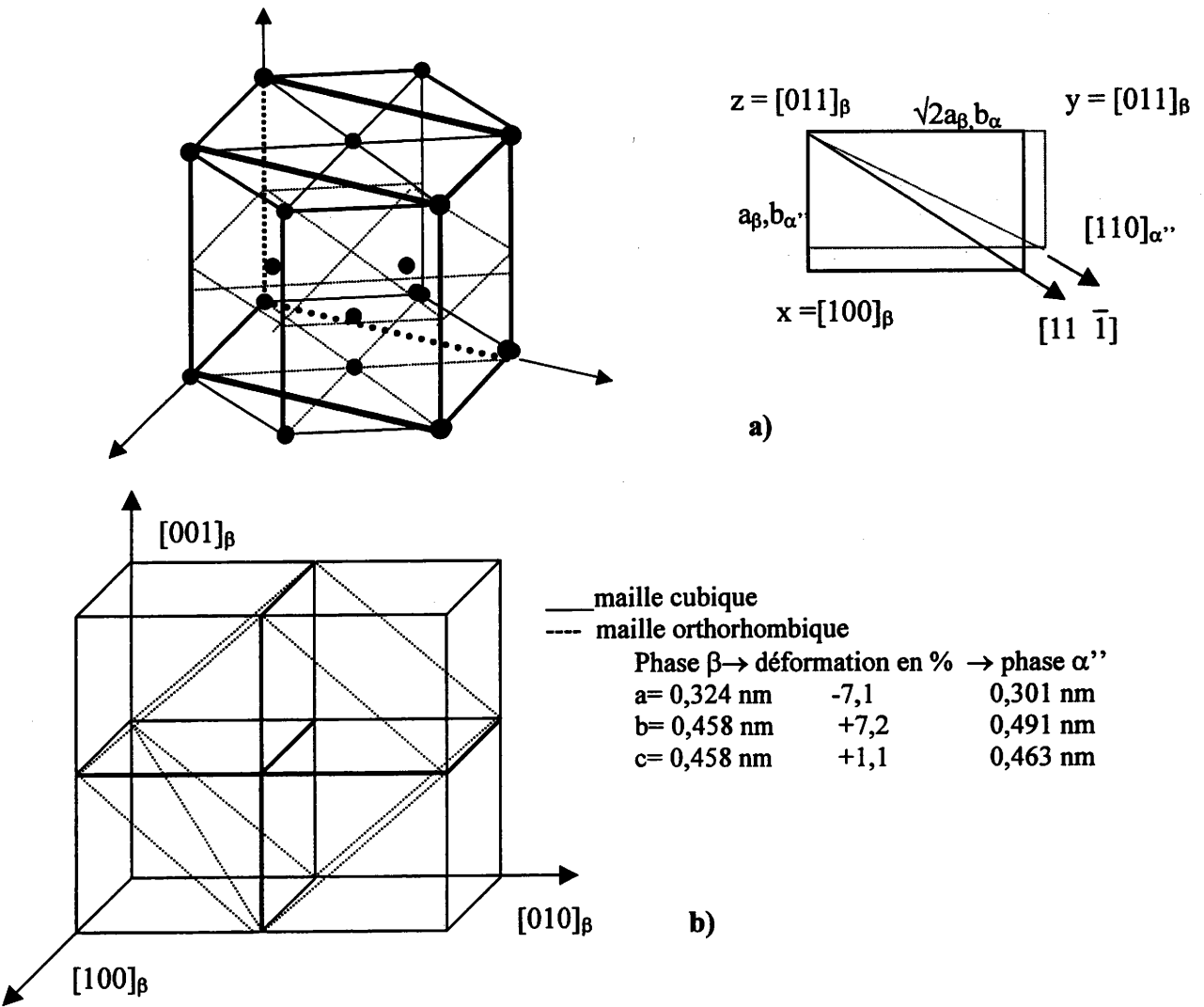


Figure 3.20

Correspondance entre les réseaux cubique et orthorhombique [106]

$$(1\ 1\ 0)_\beta // (0\ 0\ 1)_{\alpha''} \text{ et } [1\ 1\ \bar{1}]_\beta // [110]_{\alpha''}$$

Ces relations d'orientation peuvent être déduites en décrivant la maille orthorhombique par son équivalent dans les réseaux hexagonal et cubique centré représentés **figure 3.20a**

Cette correspondance entre la maille cubique et la maille orthorhombique ne peut s'établir que si la déformation est très faible (**figure 3.20b**).

Le plan  $(011)_\beta$  forme le plan de base  $(002)_{\alpha''}$  de la maille orthorhombique. La direction dense  $[1\ 1\ \bar{1}]_\beta$  est parallèle à la direction  $[110]_{\alpha''}$ .

La maille orthorhombique peut être déduite de la maille cubique après :

- une contraction de 7,1% suivant l'axe  $[100]_\beta$  parallèle à la direction  $[200]_{\alpha''}$
- une dilatation de 7,2% de  $[0\ 1\ \bar{1}]_\beta$  qui devient la direction  $[020]_{\alpha''}$
- une dilatation 1,1% de  $[011]_\beta$  qui est parallèle à  $[002]_{\alpha''}$

### III-8) Transformations induites sous contrainte dans le Bêta III et le Ti - (11-14)Mo

#### III-81) L'alliage Bêta III

Le Bêta III a été développé puis commercialisé par le Crucible Research Center USA dans les années 1970 afin de palier les sérieuses déficiences des premiers alliages de titane  $\beta$  révélées lors de la réponse au revenu ou lors de la transformation à chaud [107].

La concentration de 11,5% de Mo permet après trempe de retenir à température ambiante la phase  $\beta$ . L'effet durcissant de l'étain (4,5%) par solution solide, tend à diminuer le domaine de formation de la phase oméga. Le zirconium permet de limiter les problèmes de ségrégation, lors de l'élaboration, dus à la forte densité et à la température de fusion élevées du molybdène. Son excellente aptitude à la déformation plastique à froid après trempe et les possibilités de durcissement important par traitement thermique le destinait tout particulièrement à l'industrie aéronautique.

L'alliage Bêta III a été relativement peu étudié depuis sa « redécouverte », dans les années 80, pour l'application orthodontique. On ne trouve pas dans la littérature, d'explication sur l'origine du bas module de cet alliage ni de description de son comportement pseudoélastique (pseudoélasticité linéaire du TMA™)

Ce comportement pseudoélastique, comme nous l'avons vu au chapitre II, met en jeu une transformation de phase martensitique induite sous contrainte. Dans les alliages de titane  $\beta_m$  cette phase

martensitique (notée  $\alpha''$ ) est toujours orthorhombique [73]. L'identification de cette phase dans le Bêta III ou dans les alliages proches Ti(11-14)Mo ne fait pas toujours l'objet d'un consensus suivant les auteurs et la distinction entre macles de déformation et platelets de martensite n'est pas aisée en microscopie optique.

La présence de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  dans la phase bêta obtenue après trempe à l'eau depuis une température supérieure au transus bêta et mentionnée dans plusieurs études ( malgré la présence d'étain susceptible de la supprimer)[107][73] vient encore compliquer cette identification. Son rôle, notamment sur le système de maclage activé ou encore sur le déclenchement de la transformation  $\alpha''$  induite sous contrainte fait lui aussi l'objet de controverses.

### III-82) Mécanismes de déformation observés

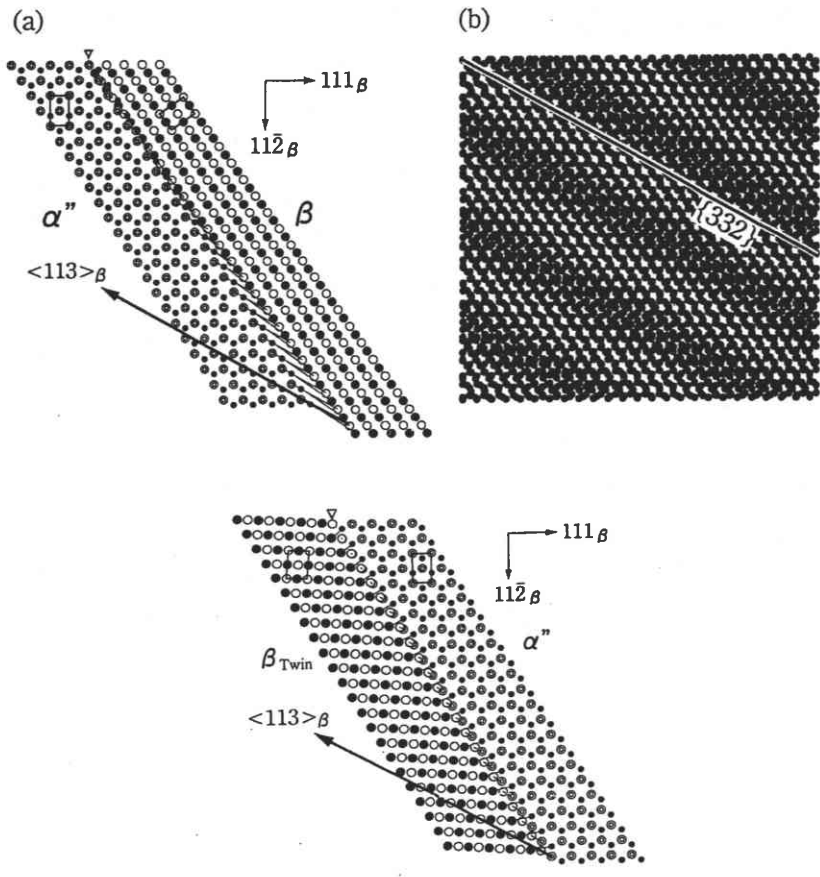
L'alliage Bêta III est souvent assimilé à l'alliage binaire Ti-(11-12)Mo. Pour cette raison nous évoquerons également cet alliage afin de compléter les informations sur ce sujet.

Blakburn et Feeney (1971)[32] ont étudié la microstructure du Bêta III, maintenue à 840°C (transus 760°C) puis trempée à l'eau ou dans de l'hélium liquide. Ces traitements permettent de retenir à température ambiante une structure monophasée bêta cubique centrée. Lors de la déformation plastique, des macles ayant l'aspect de platelets de martensite se forment. La morphologie de ces macles est fonction de la quantité de déformation :

- Au-delà de 2% de déformation les platelets s'élargissent sous forme lenticulaire et présentent parfois un maclage secondaire. La fraction volumique de platelets augmente avec la déformation (environ 5% pour 2% de déformation et 55% pour 22% de déformation en traction). L'analyse en diffraction X révèle la présence d'une phase  $\omega$  hexagonale.
- De 2% à 15% aucune autre phase n'est détectée mais la réflexion de la phase  $\omega$  décroît en intensité.
- Pour des taux de déformation supérieurs (22% d'élongation), une petite quantité de phase orthorhombique est détectée avec les paramètres de maille suivant  $a = 0,312\text{nm} - b = 0,486\text{ nm} - c = 0,471\text{nm}$ .

La transformation induite sous contrainte dans le Bêta III est examinée au MET. Il se produit lors de la décharge une transformation réversible sous la forme d'un « démaclage » partiel :

- Les platelets formés à faible déformation sont en fait des macles mécaniques et l'absence de martensite est confirmée. La zone concernée par la relaxation de la macle ainsi que la macle présente une haute densité de dislocations.
- Pour des taux de déformation plus importants, la macle s'épaissit et un deuxième système est activé.
- Pour des taux de déformation compris entre 15 et 20% la complexité de la microstructure augmente et plusieurs systèmes de maclage internes sont observés.



**Figure 3.21**

Structure martensitique à l'interface de la macle et la matrice  $\beta$  - Réversibilité de la transformation [112]

Le maillage de type  $\{332\}\langle 113\rangle$  a été identifié sur des échantillons déformés de 2 à 5%. Il s'agit du même système activé que dans le Ti-11,5Mo [108]. D'après les auteurs, il existe par contre une différence des systèmes de maillage secondaires observés dans ces premières macles. Dans le Bêta III, le système secondaire est le même que le système primaire alors que dans Ti-11Mo le système observé est du type  $\{112\}\langle 111\rangle$ .

Cependant Oka et col.[90] dans Ti-11Mo n'observent pas de différence dans les systèmes de maillage activés des macles primaires et secondaires qui sont identiques au Bêta III.

Roberson et Adair [109] ont étudié les effets d'une déformation à froid sur le Bêta III, suivie d'un traitement thermique à 482°C pendant 8 heures. Après déformation, les auteurs observent essentiellement des macles similaires à celles observées par Blackburn. La martensite  $\alpha''$  présente en faible quantité est identifiée en MET sur la base d'une extrapolation des paramètres de maille indiqués par Bagaryatskiy ( $a = 0,301\text{nm}$  ;  $b = 0,482\text{ nm}$  ;  $c = 0,454\text{ nm}$ ).

Roberson et col[110] réalisent une étude sur les transformations induites sous contrainte dans un monocristal de Bêta III. Ils confirment la présence de phase orthorhombique à partir d'un cliché de diffraction obtenu sur un échantillon déformé en compression de 5%

Les résultats en MET obtenus par Hida et col.[111] sur des monocristaux de Ti-14Mo trempés puis déformés en traction jusqu'à rupture montrent la présence de phase  $\omega_{\text{ath}}$  et  $\alpha''$ .

Yelkina et col.[108] ont observé en MET la microstructure du Ti-11,5Mo (0,14%O<sub>2</sub>) trempé et déformé. La phase  $\omega_{\text{ath}}$  est présente après la trempe. Cette phase est également présente à l'état déformé, à la fois dans les macles et dans la matrice  $\beta$ . Une faible quantité de phase martensitique orthorhombique est mise en évidence à tous les stades de la déformation.

Oka et col.[90][91] ont mis en évidence la présence d'un phase orthorhombique  $\alpha''$  en diffraction des RX dans Ti-11Mo contrairement aux alliages Ti-(13-15)Mo où seul le maillage est observé.

Une étude récente de Takemoto et col.[112] en 1996 sur les mécanismes de formation du maillage  $\{332\}\langle 113\rangle$  dans le Ti-14Mo, réalisée en microscopie électronique à haute résolution a permis de mettre en évidence une structure martensite  $\alpha''$  réversible à l'interface macle – matrice. La formation de cette structure martensitique est explicable par un mouvement particulier des atomes du plan d'accrolement  $\{332\}$  suivant une direction  $\langle 113\rangle$  comme indiqué **figure 3.21**

Enfin, Rack et col.[113] ont étudié la stabilité du Bêta III trempé depuis le domaine bêta et déformé en traction. Les diffractogrammes réalisés sur les échantillons trempés révèlent la présence de

phase  $\omega_{ath}$ . Une déformation par laminage de 50% réalisée à 25°C et -195°C ne permet pas de mettre en évidence une transformation de phase martensitique induite sous contrainte. On note cependant un élargissement important des pics de la phase  $\beta$  pouvant masquer la présence d'une seconde phase.

### III-9) Conclusion

Les principaux enseignements de cette étude bibliographique des alliages de titane  $\beta_m$ , pour la suite de notre étude peuvent se résumer ainsi : le comportement pseudoélastique est dû à la formation puis la réversion de la transformation  $\alpha'' \leftrightarrow \beta$ . Il faut donc chercher à promouvoir ce type de transformation lorsque l'on souhaite abaisser le module d'élasticité apparent et augmenter la déformation recouvrable du matériau sachant que :

- la température de trempe a une influence importante sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ . Une température située au dessus du transus bêta avec un temps de maintien prolongé permettant de faire grossir le grain bêta favorise cette transformation.
- la présence importante de phase  $\omega_{ath}$  obtenue après trempe semble inhiber les possibilités de transformation martensitique.
- une série de cycles charge - décharge en traction est susceptible d'optimiser le comportement pseudoélastique. Les mouvements des variants de martensite orientés, piégés par les déformations plastiques successives contribuent à la déformation recouvrable du matériau.
- le Bêta III utilisé dans les applications orthodontiques sous sa désignation commerciale TMA™ possède de par sa composition chimique un module d'élasticité parmi les plus bas des alliages de titane bêta commerciaux et constitue de ce fait un choix judicieux pour une optimisation des propriétés élastiques.
- la relation entre la présence de la phase  $\alpha''$  en faible quantité, détectée par certains auteurs, et les propriétés pseudoélastiques du Bêta III sous forme de fils orthodontiques n'ont pas fait l'objet à notre connaissance d'études approfondies.

## **IV) OPTIMISATION DE LA PSEUDOELASTICITE DU BETA III – ANALYSE DES RESULTATS**

Avant d'étudier l'influence de la microstructure sur le comportement pseudoélastique, nous comparerons les fils de Bêta III actuellement disponibles sur le marché. La composition chimique étant fixée, nous agirons sur la présence des phases, la prédéformation plastique, la taille de grain et la température de mise en solution.

### **IV – 1) COMPARAISON DES CARACTERISTIQUES DES FILS EN BETA III DISPONIBLES SUR LE MARCHE**

IV -11) Objectifs

IV -12) Méthodes expérimentales

IV-121) Mesures du module d'élasticité E

IV-122) Test de flexion trois points

IV -13) Caractéristiques mécaniques comparées

IV -14) Composition chimique des différents fils.

IV -15) Identification des phases par diffraction X

IV -16) Texture cristallographique des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  d'un fil tréfilé

IV-161) Conditions de mesures des figures de pôles expérimentales

IV-162) Figure de pôles expérimentales et recalculées de la phase  $\beta$ , figure de pôles expérimentales de la phase  $\alpha''$

IV-163) Analyse qualitative de la sélection des variantes dans la transformation  $\beta$ - $\alpha''$

IV -17) Conclusions

## **IV – 1) COMPARAISON DES CARACTERISTIQUES DES FILS EN BETA III DISPONIBLES SUR LE MARCHÉ**

### **IV-11) Objectifs**

L'alliage de titane Bêta III retenu pour notre étude a fait l'objet d'un brevet déposé par Burstone et Goldberg en mars 1979 dans le cadre d'applications orthodontiques. Les résultats obtenus par ces auteurs [3][9] [22] ont été discutés dans le chapitre II.

Depuis mars 99, date où l'invention entre dans le domaine public, plusieurs fournisseurs proposent des produits sous différentes appellations ayant une composition nominale correspondant à l'alliage Bêta III. S'il existe un certain nombre d'études comparatives portant sur les propriétés des différents familles d'alliages utilisés en orthodontie ou encore sur les différents alliages en NiTi, il n'existe pas d'études équivalentes pour cet alliage de titane  $\beta$ .

L'utilisation clinique des fils en Bêta III provenant de différents fournisseurs a montré des différences de comportement élastique et plastique [153] difficiles à quantifier dans un cabinet orthodontique. De plus il n'existe pas d'information à la disposition des orthodontistes permettant de sélectionner un de ces produits plutôt qu'un autre.

Le but de cette étude préliminaire consiste à caractériser le comportement mécanique de ces fils lors d'essais de traction et de flexion afin de disposer de données de référence pour la suite de notre étude. Les fils sont obtenus par tréfilage mais nous n'avons aucune information sur le taux de réduction et les éventuels traitements thermiques réalisés en cour de tréfilage ou après mise en forme ; ces informations relevant du secret de fabrication.

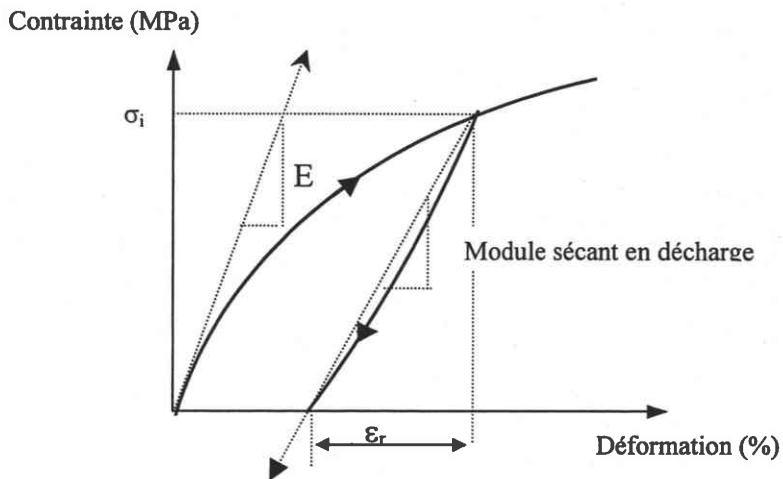
L'étude comparative de ces différents fils, volontairement limitée à la section la plus importante, portera sur les propriétés mécaniques (module d'élasticité et module apparents en charge, ductilité, limite d'élasticité, déformation recouvrable) ainsi que sur la composition chimique et les phases présentes.

### **IV-12) Méthodes expérimentales**

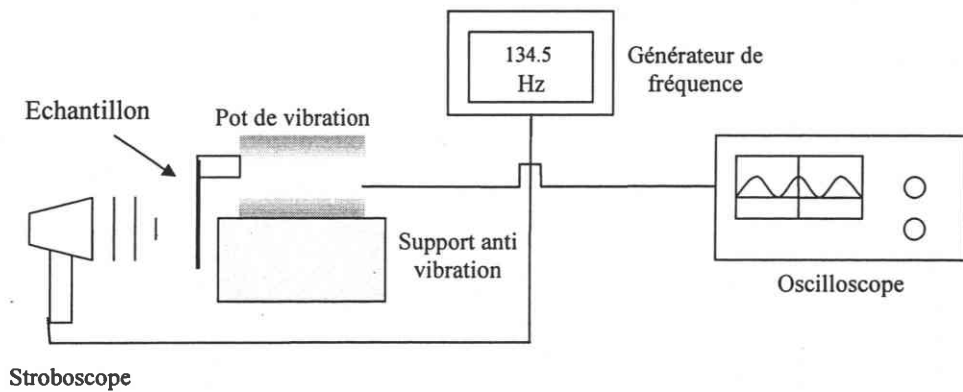
#### **IV-121) Mesures du module d'élasticité E**

Deux méthodes de mesure du module d'élasticité ont été testées et comparées :

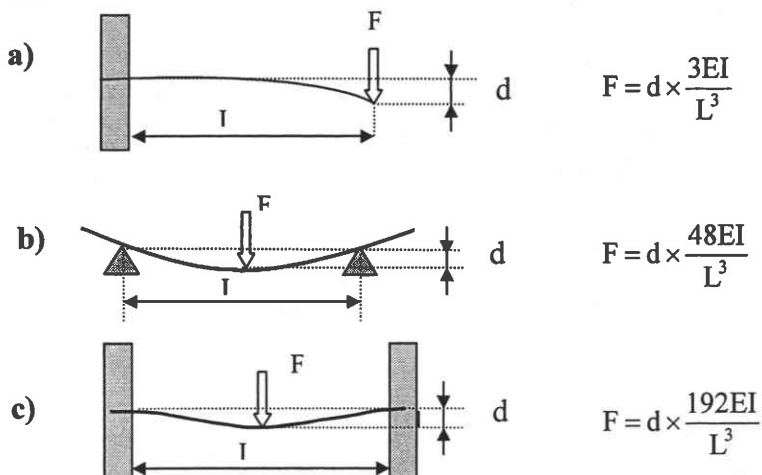




**Figure 41.1** Module tangent à l'origine  $E$  de la courbe contrainte - déformation et module sécant  $E_s$  en décharge ( $E_s = \sigma_i / \epsilon_r$ ).



**Figure 41.2** Mesure du module de Young par vibration d'une poutre encastree.



**Figure 41.3** Forces nécessaires à un déplacement « d » pour différentes configurations

### Mesures issues de la courbe de traction $\sigma$ - $\epsilon$ .

Il n'existe pas de norme décrivant la détermination du module d'élasticité E. Les procédures de détermination de la limite d'élasticité à 0,2% de déformation proposée par la norme EN10002-1 contournent le problème dans la mesure où l'on suppose un comportement linéaire du matériau dans le domaine élastique. Dans ce cas, le module E est défini, par convention, comme la tangente à l'origine de la courbe.

Lorsque le comportement n'est pas linéaire, on adoptera la même convention afin de comparer nos valeurs à celles de la littérature. Nous proposons également de caractériser le comportement en décharge par le module sécant, plus représentatif pour les applications orthodontiques (**figure 41.1**).

Méthode de mesure dynamique de E (mesures des fréquences propres du matériau fondées sur la théorie des poutres en flexion pure)

La détermination de E se heurte au fait que dans le domaine des déformations recouvrables, la relation contrainte - déformation n'est pas linéaire et conduit à adopter conventionnellement un module apparent d'élasticité tangent ou sécant. Nous avons voulu comparer les résultats obtenus (notamment le module tangent à l'origine de la courbe en charge) avec une méthode dynamique permettant une détermination du module d'élasticité plus proche des propriétés intrinsèques du matériau.

La méthode consiste à mesurer les fréquences propres de vibration d'une poutre en flexion pure en adoptant les conditions limites "encastrée – libre". La mesure des fréquences correspondant aux trois premiers modes permet de remonter au module d'élasticité. Le dispositif expérimental est schématisé **figure 41.2** et son développement théorique présenté en **annexe 1**.

### **IV-122) Test de flexion 3 points**

#### Insuffisance des paramètres classiques

La courbe  $\sigma = f(\epsilon)$  obtenue en traction permet d'obtenir des caractéristiques de l'alliage pour une sollicitation simple et uniforme. Nous avons vu au chapitre II qu'un dispositif orthodontique combine souvent flexion et torsion et n'est pratiquement jamais sollicité en traction pure.

En flexion, l'absence de glissement dans les brackets modifie les forces développées. La **figure 41.3** indique pour une poutre en flexion, les forces nécessaires pour produire un déplacement «d» donné. La force appliquée au fil glissant (**figure 41.3b**) est 4 fois plus faible que la force qui produit le même déplacement « d », pour un fil encastré à ses extrémités (**figure 41.3c**).

A défaut de pouvoir tester les fils suivant une sollicitation complexe correspondant aux situations cliniques réelles, nous avons réalisé des essais de flexion trois points, l'un des tests employés pour

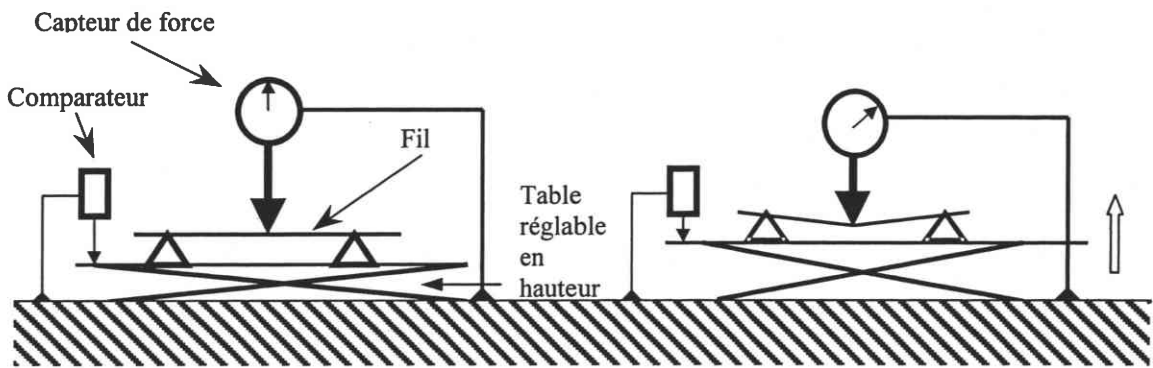
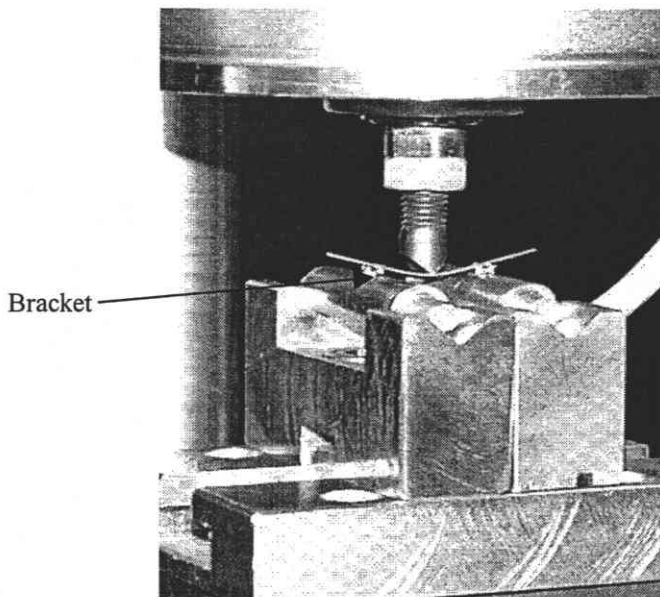


Figure 41.4 Montage de flexion 3 points

Désignation commerciale	Fournisseur	Repère
BETA PLUS	Ortho Plus	A <sub>1</sub>
RESOLVE BETA TITANIUM	Gac international, Inc, Commack, N.Y.	A <sub>2</sub>
TMA	Ormco Corporation, Glendora, Calif.	A <sub>3</sub>
BETATITANIUM	Ortho Force	A <sub>4</sub>
BETA FLEX	RMO(Rocky Mountain Orthodontics, Denver Colo.)	B
BETATITAN	Dentaurum France	C

Tableau 41.1 Fournisseurs des fils en Bêta III

caractériser en flexion le comportement des fils orthodontiques. On trouve également d'autres types de test : encastrement[11][12], flexion cinq points[28], sur mandrin[31], ce qui rend difficile la comparaison des résultats.

### Méthode expérimentale

Le principe de l'essai est illustré sur la **figure 41.4**. On exerce un effort sur le fil en appui dans deux « brackets » dont l'écartement est réglable (18 à 30mm). La flexion du fil est obtenue en effectuant un déplacement vertical de la table à l'aide d'une vis micrométrique. On relève l'effort sur le capteur de force correspondant aux différents déplacements (mesures discontinues)

Pour éviter des problèmes de reproductibilité liés aux frottements de la liaison avec les brackets, les fil ne sont pas ligaturés. En effet, le coefficient de friction du fil est susceptible de modifier la réponse lors du test de flexion. Un coefficient de friction élevé a une influence sur la forme de l'hystérésis de la courbe charge - décharge et contribue à l'observation d'un comportement super-élastique de certains alliages [114].

Les essais ont été réalisés au laboratoire ATEST de FORBACH spécialisé dans l'étalonnage des appareils de contrôle qui a mis à notre disposition une chaîne de mesure dans un local climatisé à 20°C. Le capteur de force est prévu pour une force maximale de 50N avec une précision garantie de 0,1% sur l'étendue de la mesure. Il est relié à un compensateur numérique conçu pour des mesures de hautes précisions à partir de capteurs à jauge d'extensométrie. Le contrôle du déplacement est assuré par un comparateur de précision 1µm. A partir de la courbe représentant la force en fonction du déplacement, deux caractéristiques sont relevées : le module sécant en décharge et la déformation recouvrable pour une déformation imposée.

### **IV-13) Caractéristiques mécaniques comparées**

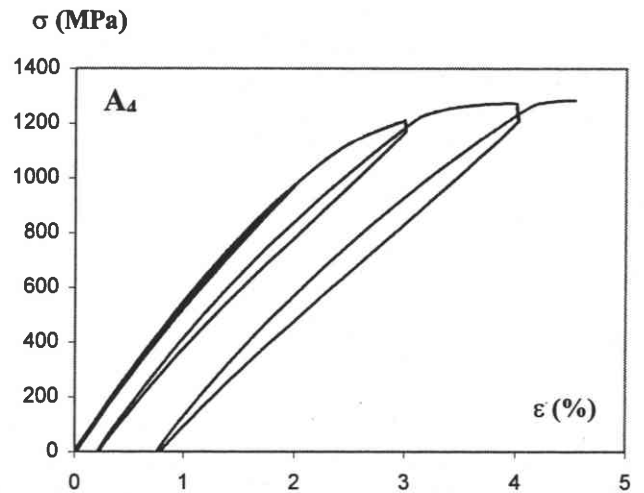
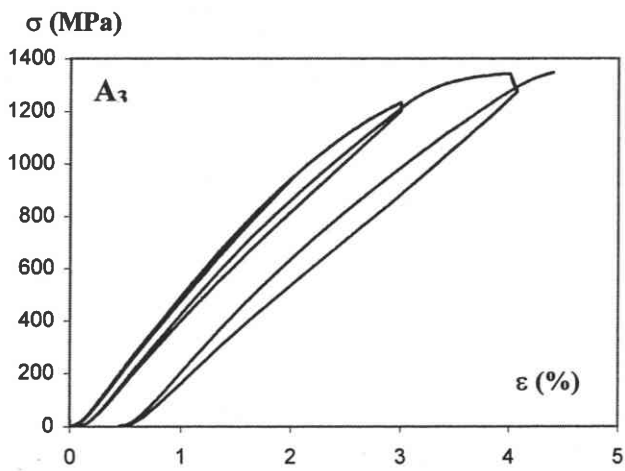
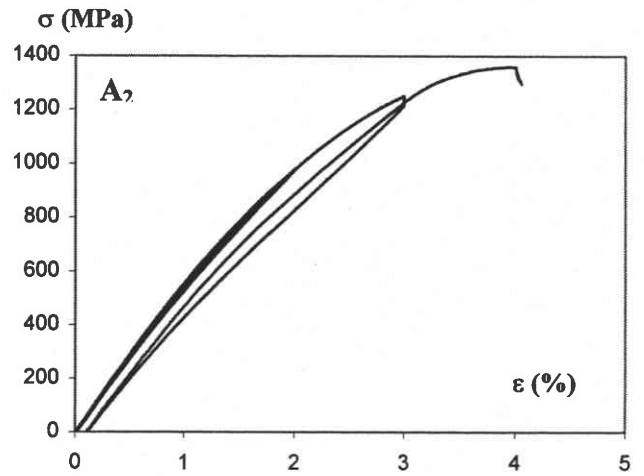
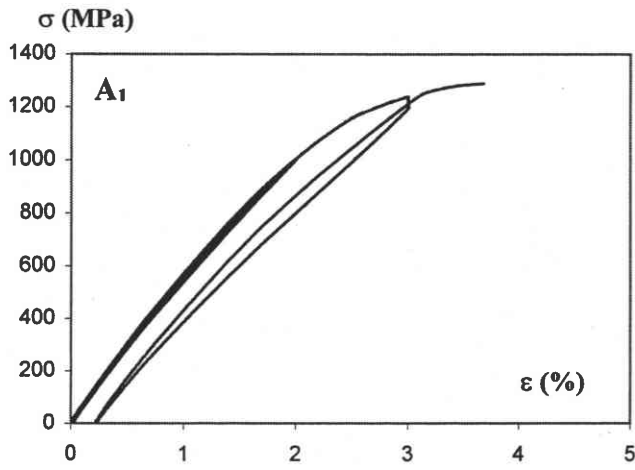
Les fils de Bêta III de section 0,43×0,63 proviennent de 6 fournisseurs différents (**tableau 41.1**)

#### **Essais de traction**

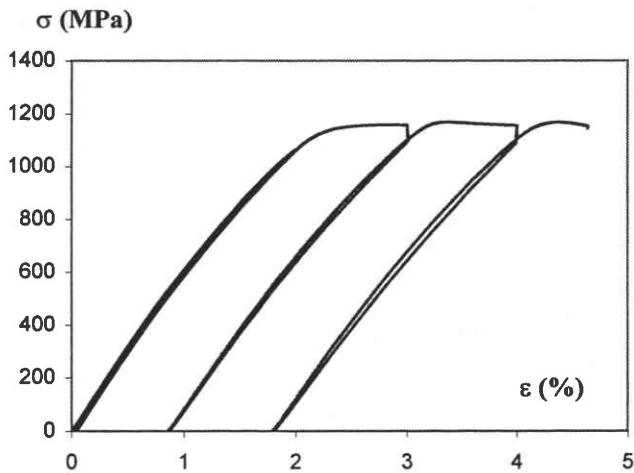
Les essais de traction sont réalisés sur une machine de traction ZWICK pilotée par le logiciel Testxpert. L'allongement est mesuré par un extensomètre de longueur initiale 20 mm. La vitesse de déplacement de la traverse est de 5mm/min et la longueur du fil de 160mm environ. La vitesse moyenne de déformation est  $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3}s^{-1}$ .

Des cycles charge-décharge sont effectués afin de caractériser la déformation recouvrable en imposant une déformation de 2%, 3%... jusqu'à rupture. Trois essais ont été réalisés pour chacun des 6 lots.

## Groupe A



## Groupe B



## Groupe C

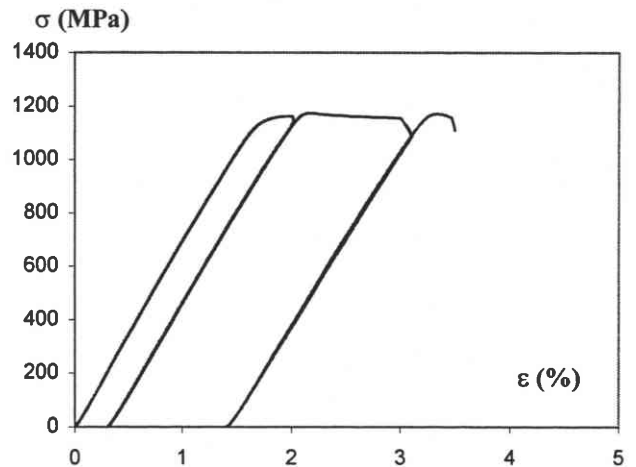


Figure 41.5

Courbes contrainte – déformation des fils de section  $0,43 \times 0,63$  provenant des différents fournisseurs

Trois allures de courbe différentes peuvent être distinguées (**figure 41.5**)

Un **premier groupe** de fils repérés « **A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>4</sub>** » et caractérisé par :

- une absence de proportionnalité entre contrainte et déformation.
- une déformation résiduelle nulle pour un premier cycle charge –décharge pour une déformation imposée de 2% ;
- une déformation résiduelle comprise entre 0,15 et 0,3% pour une déformation imposée de 3% ;
- une hystérésis marquée.

Un **deuxième groupe** limité à un seul fil repéré « **B** » caractérisé par :

- un premier cycle de déformation identique au premier groupe ;
- une déformation résiduelle plus importante au-delà de 2% de déformation imposée ;
- une hystérésis plus faible.

Un **troisième groupe** également limité à un seul fil repéré « **C** » pour lequel on constate :

- un comportement élastique linéaire classique avec une limite d'élasticité bien marquée et significativement plus élevée que les autres
- une déformation résiduelle dès le premier cycle de déformation
- une absence totale d'hystérésis

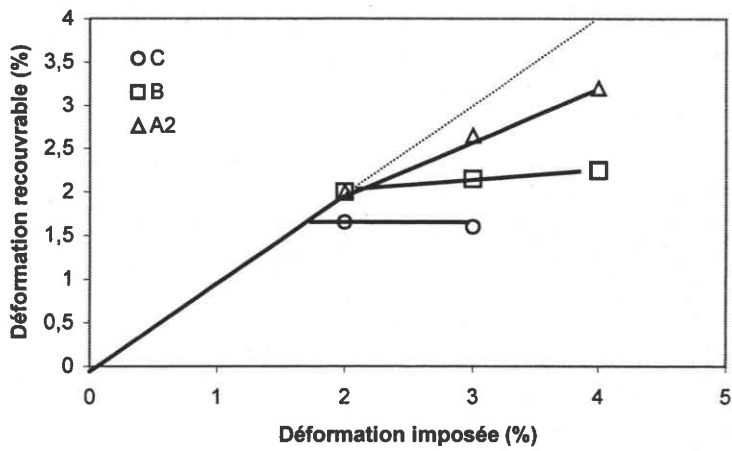
La limite d'élasticité, la contrainte maximum et l'allongement à rupture des différents fils sont regroupés dans le **tableau 41.2**

Repère	$\sigma_{0.2\%}$	$\sigma_{max.}$	A%
A <sub>1</sub>	905 ±31	1347 ±19	3,9 ±0,27
A <sub>2</sub>	873 ±27	1340 ±24	4,4 ±0,34
A <sub>3</sub>	951 ±24	1391 ±27	4,5 ±0,30
A <sub>4</sub>	853 ±21	1339 ±31	3,8 ± 0,23
B	965 ±29	1184 ±33	4 ±0,21
C	1147 ±15	1263 ±21	3 ±0,17

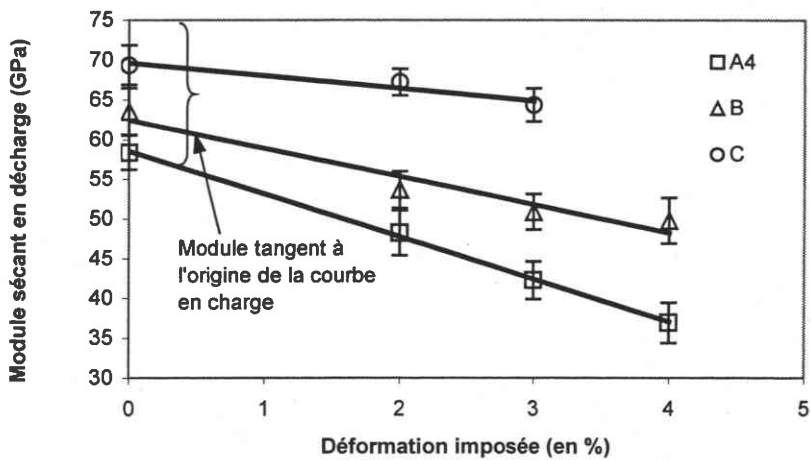
**Tableau 41.2** Caractéristiques mécaniques en traction - Moyenne de 3 essais (Intervalle de confiance pour une probabilité de 90% )- Section du fil 0,43×0,63

La déformation recouvrable en fonction de la déformation imposée pour chaque cycle permet de retrouver les trois groupes (**figure 41.6**). Pour les fils du groupe A, la déformation recouvrable augmente de façon significative avec la déformation imposée.

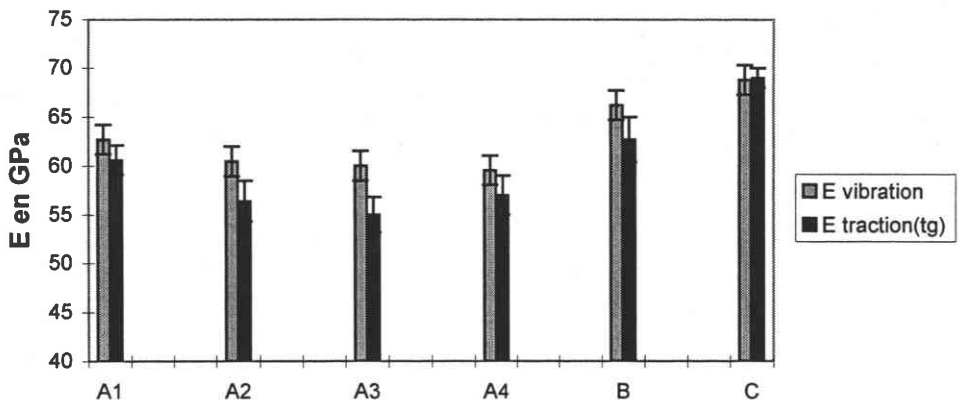
Le module apparent sécant en décharge diminue fortement lorsque la déformation imposée augmente **figure 41.7**. Pour le fil A<sub>4</sub>, le module sécant passe de 48GPa à 42 puis 36 GPa respectivement pour 2%, 3%, 4% de déformation imposée.



**Figure 41.6** Déformation recouvrable en fonction de la déformation imposée.



**Figure 41.7** Evolution du module sécant en décharge en fonction de la déformation imposée.



**Figure 41.8** Comparaison des mesures de E en traction et vibration (moyenne de 3 essais - la barre d'erreur correspond à un intervalle de confiance de 95%)

Les mesures du module d'élasticité obtenues avec les deux méthodes sont regroupées dans le **tableau 41.3** et la **figure 41.8**. Les modules E sont différents d'un groupe à l'autre.

Le fil du groupe C présente un module plus élevé (69GPa) par rapport aux fils du groupe A (55 à 60 GPa ).

Les valeurs obtenues pour le fil du groupe B semblent légèrement plus élevées que celles du groupe A compte tenu de la dispersion sur la valeur moyenne.

On constate que les mesures de E obtenues à partir de la courbe conventionnelle de traction (tangente au début de la courbe de charge) sont toujours plus faibles que celles obtenues par la méthode dynamique.

Ce résultat peut s'expliquer par le fait que l'amplitude de déformation mise en jeu dans la méthode dynamique est plus faible que celle retenue sur la courbe de traction. Pour le fil C, la différence entre les deux méthodes est négligeable car le comportement élastique linéaire est bien représenté par sa tangente.

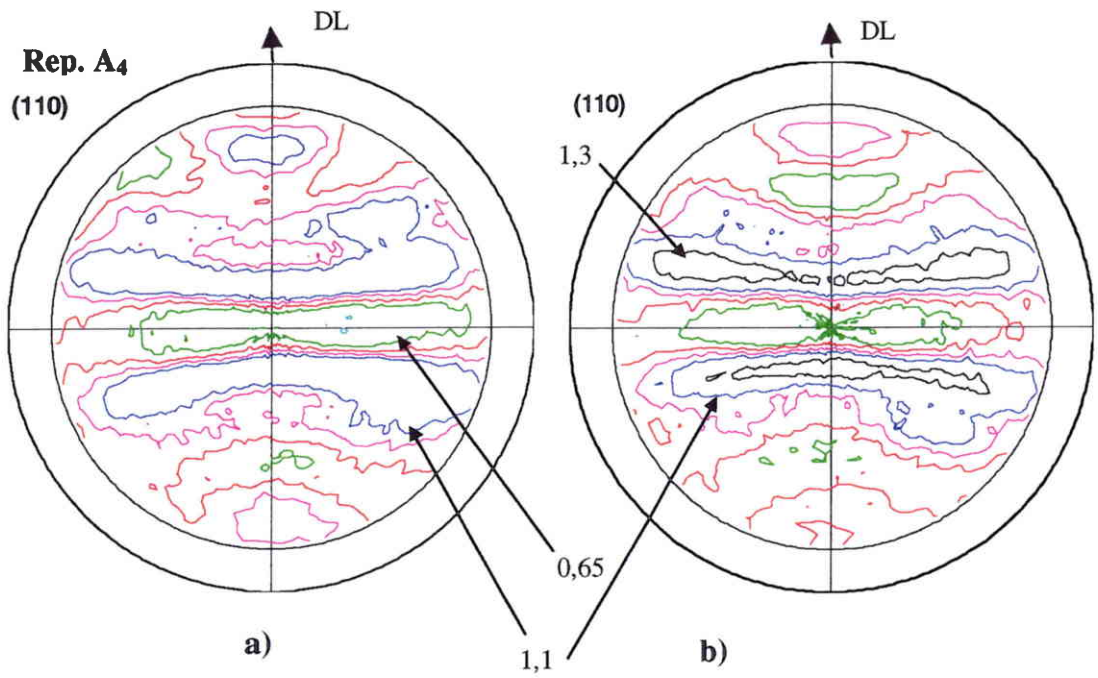
Les écarts enregistrés entre les différents fils, quelle que soit la méthode de mesure, sont sensiblement identiques.

Repère	Sollicitation/ moment I	E vibration	E <sub>moy</sub> vibration	E <sub>tg</sub> traction	$\sigma_{0,2\%} / E_{tg}$ $\times 10^{-3}$
A <sub>1</sub>	L	63,1±1,8	62,7	60,6±2	15
	H	62,4±0,58			
A <sub>2</sub>	L	59,6±1,27	60,4	56,4±1,6	15,5
	H	61,3±1,65			
A <sub>3</sub>	L	61,1±1,17	60	55±1,4	17,3
	H	58,7±1,08			
A <sub>4</sub>	L	59,5±1,06	59,6	57±1,9	15
	H	59,7±2,08			
B	L	65,4±1,25	66,3	62,7±3,2	15,4
	H	67,2±1,09			
C	L	66,8±1,27	68,3	69±1,8	16,6
	H	69,8±1,02			

**Tableau 41.3** Module d'élasticité E mesuré sur la courbe de traction et par la méthode dynamique (H : sollicitation suivant l'épaisseur 0,43 ; L : sollicitation suivant la largeur 0,63) - Rapport  $\sigma_{0,2\%} / E_{tg}$

La précision sur la mesure du module d'élasticité est estimée à ±3 GPa (environ 5% d'erreur) pour la méthode dynamique. Sur la courbe de traction on obtient une précision équivalente.





**Figure 41.9**

Figures de pôles (110) "pseudonormalisée" a) fil à plat b) fil sur champs  
Texture de fibre [110] // à DL

Le rapport  $\sigma_{0,2\%}/E$ , souvent évoqué par Golberg et col.[3] et Shastry et col.[26] pour caractériser le comportement des fils orthodontiques, qui représente une déformation élastique est également indiqué **tableau 41.3**. Pour ces auteurs, il est souhaitable que ce rapport soit maximum.

Nos résultats montrent que ce rapport évolue peu d'un fil à l'autre et ne constitue pas un critère de choix pour définir parmi ces fils celui qui a le meilleur comportement.

**Remarque sur les mesures du module E dans la méthode dynamique**

Pour les échantillons rectangulaires, le module E varie en fonction du moment d'inertie (une sollicitation suivant le moment d'inertie le plus faible donne un module d'élasticité supérieur d'environ 1 à 2 Gpa) .

Cette variation étant inférieure à la précision de la mesure, nous avons voulu vérifier si elle était significative. Deux séries de sept mesures sont réalisées suivant les deux moments d'inertie. Après avoir contrôlé par un test de Snedecor que les variances des deux séries étaient identiques nous avons vérifié par un test de Student que les deux moyennes correspondantes étaient issues de deux populations différentes (risque accepté 5%). Par conséquent, la variation de E observée est bien significative. Elle est très probablement due à un effet de texture . En effet, dans la plus faible dimension (0,43), la texture (voir figures de pôles **figure 41.9a et b**) est plus marquée et s'explique par le procédé de tréfilage.

Nous constatons également des variations du module E pour différentes sections de fils (**tableau 41.4**). Ces variations, observées également par Kusy [24] peuvent être attribuées à un effet de texture résultant de l'hétérogénéité de la déformation et du mode (ou taux) de déformation.

Fournisseurs	Section (mm) l×L	E méthode dynamique (GPa)
A <sub>1</sub>	0,397×0,549	62,5±1,7
A <sub>2</sub>	0,399×0,549	64,7±2,2
A <sub>3</sub>	0,414×0,552	62±1,4
A <sub>4</sub>	0,402×0,554	61,2±2
	φ 0,441	63,7±1,6
B	0,384×0,530	64,1±2
C	φ 0,457	67,6±1,3

**Tableau 41.4** Influence de la section sur le module d'élasticité mesurée par la méthode dynamique (intervalle de confiance à 90% déterminé avec 3 essais)-Sollicitation suivant l.

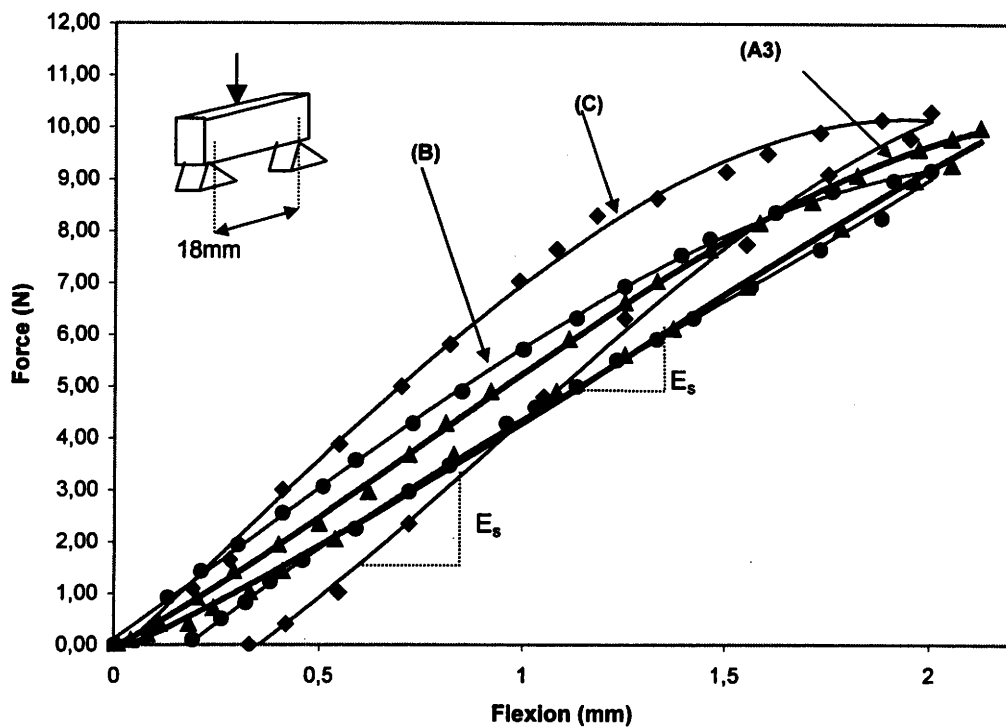


Figure 41.10

Courbe de flexion (3 points) pour un déplacement maximum d'environ 2mm pour des fils de section  $0,43 \times 0,63$ mm appartenant au groupes A, B, C

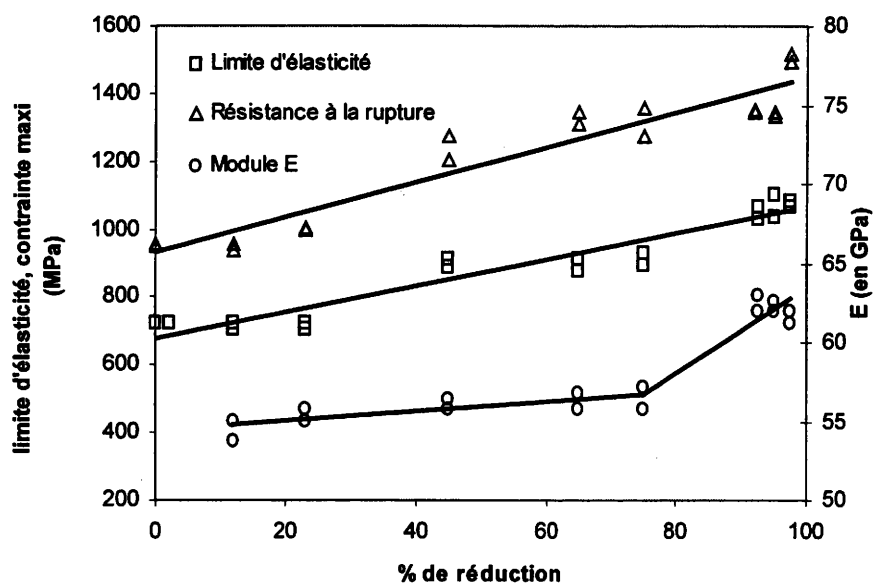


Figure 41.11

Résistance à la rupture, limite d'élasticité, module E en fonction de la réduction de section par tréfilage (d'après Shastry et col. [26])

Essais de flexion 3 points

La **figure 41.10** représente les résultats obtenus avec une section de 0,43×0,63 (identique à celle utilisée en traction). La caractérisation en flexion de ces différents fils permet de regrouper les fils de la même manière qu'en traction.

On observe une différence significative entre les fils du groupe A ( un représentant ) et du groupe C pour la déformation recouvrable et le module d'élasticité sécant à la courbe de décharge. Les résultats sont rassemblés dans le **tableau 41.5**.

Fournisseurs	Déformation recouvrée pour 2% de déformation imposée (%)	E sécant en décharge (GPa)	E en décharge (GPa) D'après Kusy
A <sub>3</sub>	2	62,1	60,7
B	1,8	67,3	-
C	1,6	82,1	-

**Tableau 41.5** Caractéristiques en flexion des fils (H×L = 0,43×0,63) sollicités suivant L

Nos valeurs pour le module sécant en décharge obtenues sur le fil TMA™ (ORMCO) du groupe A sont proches de celles trouvées par Kusy et col.[24] qui utilisent aussi des fils TMA™ de section identique.

Influence de l'écrouissage initial (par tréfilage ou laminage) sur les caractéristiques en traction

Shastry et col. [26] ont étudié l'influence des paramètres de tréfilage sur les propriétés élastiques et plastiques du Bêta III. L'alliage est livré sous forme de fil d'un diamètre de 4,87mm, à l'état étiré (30%). Il est préalablement trempé à l'eau (après un maintien à 760°C pendant 10 min) de manière à retenir la phase bêta à température ambiante. Les fils traités sont ensuite déformés à froid par tréfilage avec une réduction de la section de 10% à 99% par passe de 5% environ.

La **figure 41.11** indique les variations de  $\sigma_{e\ 0.2\%}$ , E, et  $\sigma_{max}$  en fonction du taux de réduction de la section.

L'accroissement de la déformation totale à froid entraîne une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance maximum. La limite d'élasticité passe de 723 MPa environ (pour l'échantillon trempé) à 1067 MPa pour une réduction de 99% dans le même temps, la résistance à la rupture passe de 960MPa à 1515 MPa.

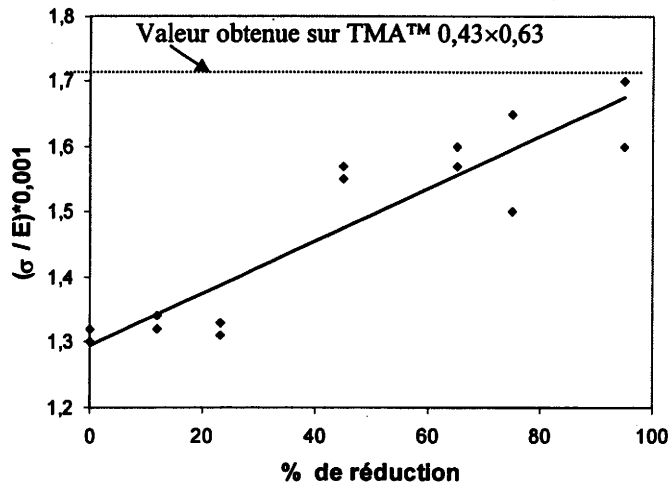


Figure 41.12

Rapport  $\sigma_{e, 0,2\%} / E$  en fonction de la réduction de section par tréfilage [26]

L'influence de la réduction de section sur l'accroissement du module est relativement faible puisque que l'on passe de 55GPa à 62 GPa soit environ 13% d'augmentation avec un nette augmentation à partir de 80% de réduction.

Les auteurs ont montré également que la ductilité chute lorsque l'écroutissage initial augmente. Elle passe de 4,5% d'allongement à rupture pour l'état trempé ( ce qui paraît très faible) à 2% pour une réduction de section de 99%. Cette faible ductilité, comparativement à celle que nous avons obtenue, peut s'expliquer par les conditions de traitement thermique choisis. Cette hypothèse sera vérifiée au chapitre IV-51.

#### Rapport $\sigma_{\epsilon 0,2\%} / E$

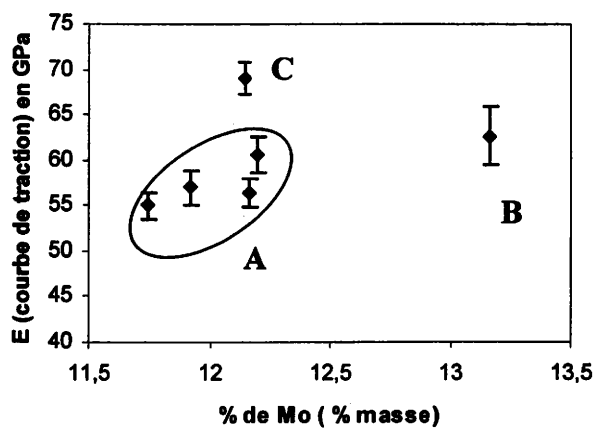
L'amélioration des propriétés élastiques liées au tréfilage est évaluée à partir du rapport  $\sigma_{\epsilon 0,2\%} / E$  déjà évoqué. Selon les auteurs, ce rapport est représentatif de la possibilité d'activation maximale sans provoquer de déformation permanente.

La **figure 41.12** représente respectivement l'évolution de ce rapport en fonction du taux de réduction par tréfilage. Il varie de  $1,3 \times 10^{-3}$  pour l'état trempé à  $1,7 \times 10^{-3}$  pour 99% de réduction soit un accroissement de 25% environ. L'accroissement du module E consécutif au tréfilage augmente proportionnellement moins vite que la limite d'élasticité.

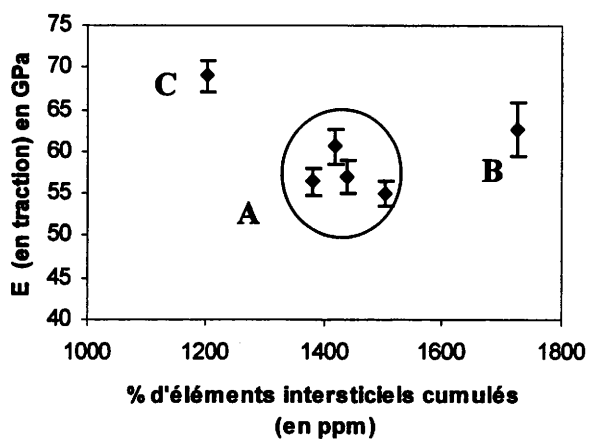
Nous avons rapporté la valeur obtenue sur un fil tréfilé (ORMCO 0,43x0,63). Elle confirme l'état fortement écroui des fils mis à la disposition des orthodontistes.

La pseudoélasticité non linéaire observée sur le Bêta III à l'état tréfilé au cours d'un essai de traction n'a pas, à notre connaissance fait l'objet d'explication. Ce comportement en traction est cependant proche celui de l'alliage NiTi écroui.[23] (voir figure 2.7)

Le mécanisme de déformation de cet alliage n'a pas été complètement expliqué [d'après Duerig 68]. Il semble que la transformation induite sous contrainte observée dans un matériau superélastique conventionnel ne soit pas ici le facteur essentiel pour expliquer le comportement en traction. La matrice austénitique préalablement écrouie par laminage à froid est partiellement ou totalement composée de martensite. Les possibilités de transformation sous contrainte lors de l'essai de traction, en présence d'un écroutissage important, sont donc réduites. Les auteurs n'apportent pas d'explication quant aux mécanismes de déformation mis en jeu et constatent que la déformation initiale par laminage (entre 12 et 40%) n'a pas d'influence sur la déformation recouvrée mais contribue à augmenter le module d'élasticité apparent.



a)



b)

**Figure 41.13**

Influence sur le module apparent d'élasticité a) du pourcentage de Mo et b) du pourcentage d'éléments interstitiels cumulés

**IV-14) Composition chimique des différents fils.**

L'analyse chimique de ces différents fils a été réalisée par CEZUS et inclut le dosage des éléments interstitiels, Oxygène, Azote, Hydrogène, Carbone. Les éléments métalliques sont analysés par ICP-OES (spectromètre d'émission plasma à couplage inductif). Le carbone et l'oxygène sont analysés par fusion et détection infrarouge, l'azote et l'hydrogène par fusion et conductimétrie selon une procédure interne à la société.

Les résultats sont rassemblés dans le **tableau 41.6**. La précision du dosage de chaque élément correspond à l'intervalle de confiance équivalent à deux fois l'écart type de référence.

Fils	% masse				% ppm		
	Mo	Zr	Sn	C	H	O	N
± 2écarts-type	0,3	0,12	0,11	24	17	29	12
A <sub>1</sub>	12,2	5,57	4,5	251	118	1050	63
A <sub>2</sub>	12,16	5,84	4,5	151	109	1120	83
A <sub>3</sub>	11,74	5,92	4,51	186	138	1180	44
A <sub>4</sub>	11,92	6,02	4,51	180	119	1140	74
B	13,16	5,55	4,86	208	136	1380	50
C	12,15	5,77	4,63	127	97	980	53
Bêta III	10-13	4,5-7,5	3,75-5,25	<1000	<150	<1800	<500

**Tableau 41.6** Analyses chimiques réalisée par CEZUS des fils (à comparer avec la composition nominale du Bêta III [d'après Goodfellow])

La **figure 41.13 (a)** représente l'influence du pourcentage de Mo, élément stabilisateur de la phase bêta, sur le module E et la **figure (b)** le pourcentage d'éléments interstitiels cumulés sur le module d'élasticité E.

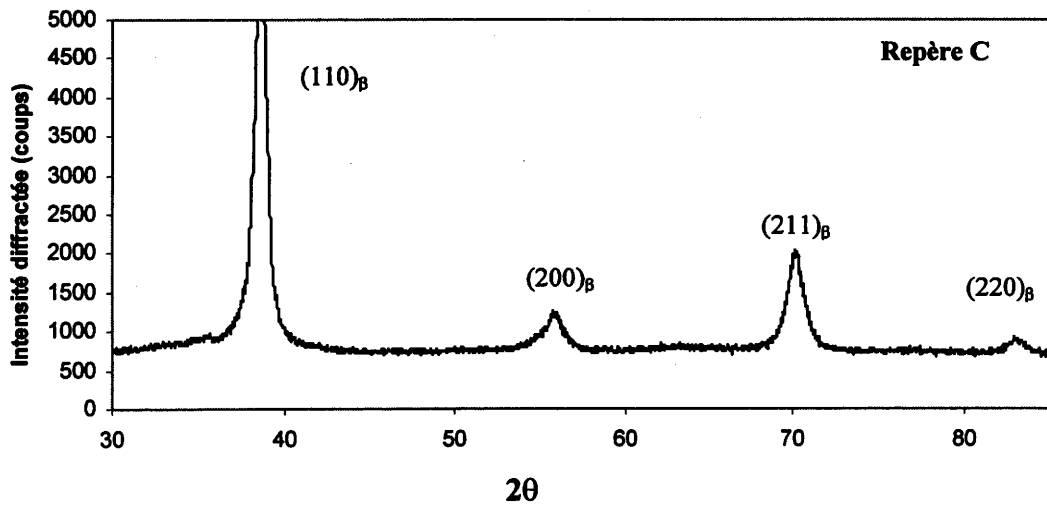
Compte tenu des faibles écarts de composition enregistrés d'un fil à l'autre, il semble difficile d'expliquer les différences de comportement mécanique observées par les variations de composition chimique.

On peut noter toutefois que le fil C qui totalise le taux d'éléments interstitiels le plus faible est aussi celui qui a le comportement élastique le moins intéressant et que les fils du groupe A, présentant des caractéristiques identiques, sont bien regroupés.

Kolerov[82] a montré sur certains alliages Ti $\beta$  que le pourcentage d'hydrogène croissant (dont la solubilité est importante dans la phase bêta) favorise la formation de  $\alpha''$  tout en augmentant la déformation recouvrable.

PATTON [115], sur le Ti-18Mo montre que la limite élastique et le module d'Young diminuent lorsque le taux d'hydrogène augmente. Costa [116] indique que l'accroissement d'hydrogène augmente





a) Diffractogramme  $\theta$ - $2\theta$  - Fil C

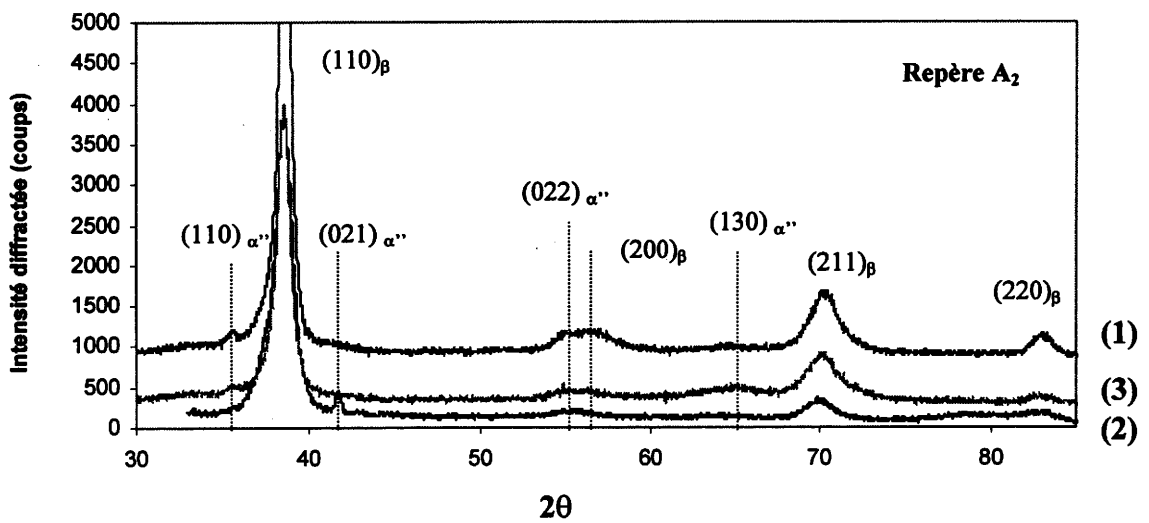


Figure 41. 14

b) Diffractogramme  $\theta$ - $2\theta$  -

(1) Fils  $A_2$  présentés à plat

(2) Fils  $A_2$  présentés en bout

(3) Fils  $A_2$  trempés à l'eau depuis  $800^\circ\text{C}$  puis laminés à 70%

la contrainte nécessaire à l'initiation de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  dans Ti-10V-2Fe-3Al. Ces résultats contradictoires, concernent des variations de composition en hydrogène beaucoup plus importantes que celles observées sur les différents lots de fils.

#### IV-15) Identification des phases par diffraction X

Nous avons réalisé une analyse par diffraction des rayons X de fils appartenant au groupe A ( $A_2$ ) et C dans le but de détecter les phases présentes après tréfilage.

Les fils sont placés côte à côte pour former une surface d'environ 2 cm<sup>2</sup>. Les diffractogrammes  $\theta$ -2 $\theta$  sont réalisés avec une anode de Cuivre (diamètre du collimateur : 1mm, I = 30mA, U = 40KV). Afin de limiter le rayonnement de fluorescence, nous avons utilisé un monochromateur plan arrière.

Les résultats sont indiqués **figure 41.14a et b**.

1) Pour le fil C **figure 41.14a**, seuls les pics correspondants à la phase bêta sont visibles. Cependant ce type d'analyse ne permet pas de déceler les phases dont la fraction volumique est inférieure à quelques pour cents.

2) Le diffractogramme associé au fil  $A_2$  **figure 41.14b courbe 1** présente pour cet état tréfilé, en plus des pics de la phase bêta, deux pics qui peuvent être attribués à la martensite orthorhombique  $\alpha''$  et correspondant aux plans  $(110)_{\alpha''}$  et  $(022)_{\alpha''}$ . Le pic  $(110)_{\alpha''}$  pourrait être attribué également au plan  $(100)$  de la phase hexagonale  $\alpha$  (suite à une température de mise en solution en dessous du transus bêta ou d'un traitement de revenu propre au process d'obtention des fils). En revanche le pic  $(022)$  ne peut être attribué qu'à la phase  $\alpha''$  (voir **tableau 41.7**). La martensite orthorhombique  $\alpha''$  se caractérise par cinq /pics au lieu de trois pour la phase  $\alpha$ , pour un angle 2 $\theta$  entre 33 et 45° (**figure 41.15**). L'absence de certains pics est due à une orientation cristallographique préférentielle provoquée par le tréfilage.

Afin de compléter l'information sur la présence de la phase  $\alpha''$  dans le fil  $A_2$ , nous avons réalisé un diagramme  $\theta$ -2 $\theta$  sur un échantillon présentant les fils en bout, serrés en paquet **courbe (2) figure 41.14b**.

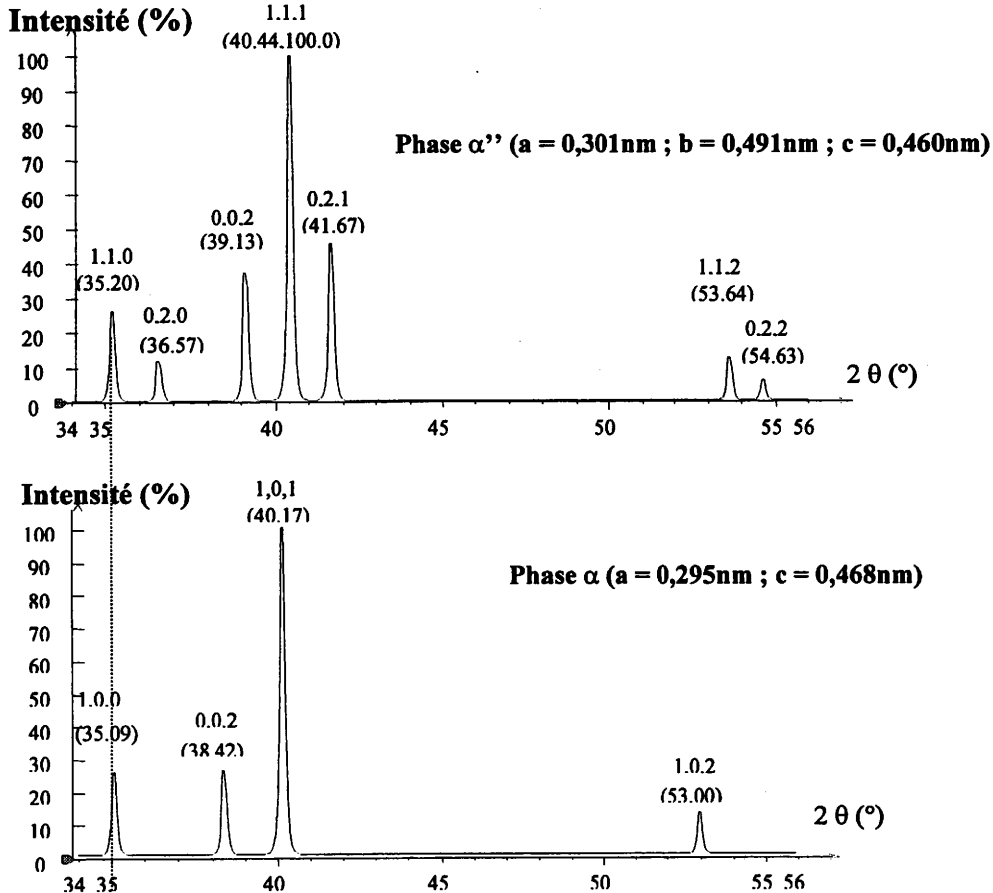
Le pic supplémentaire  $(021)$  permet d'identifier avec certitude la symétrie orthorhombique de la phase  $\alpha''$  induite sous contrainte. En effet, la structure hexagonale de la phase  $\alpha$  se différencie par le dédoublement de certaines raies. Les pics  $(10.0)$  et  $(10.1)$  de la phase hexagonale se décomposent respectivement en  $(110)$ - $(020)$  et  $(111)$ - $(021)$  pour la structure orthorhombique.

Ce résultat semble montrer un effet d'orientation important associé à la formation de la martensitique induite sous contrainte.

Phase $\beta$ - Bêta III - $a = 3,28 \text{ \AA}$			
Plans (hkl)	D(hkl)	Angles de diffraction $\lambda\text{Cu}$	Intensité
110	2,32	38,75	100
200	1,64	55,95	14
211	1,34	70,14	23,8
220	1,16	83,12	6,7
310	1,04	95,76	8,9
222	0,95	108,69	2,5
321	0,88	122,71	14,7

Auteurs/alliage Plans (hkl)	Phase $\alpha''$ - Bêta III et Ti-Mo			
	Nos valeurs Bêta III	Robertson[105] Bêta III	Blacburn[32] Bêta III	Oka[87] Ti-11Mo
110	35,23	35,12	34,12	34,61
020	36,34	37,28	36,96	36,65
002	39,58	39,67	38,18	38,70
111	40,58	40,5	39,25	39,81
021	41,57	42,43	41,79	41,63
112	54,02	54,01	52,13	52,88
022	54,82	55,57	54,19	54,35
200	62,49	61,57	59,18	60,68
130	64,67	65,84	64,79	64,68

**Tableau 41.7** Angles de diffraction des principaux plans réticulaires des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  pour le rayonnement  $K\alpha$  Cu



**Figure 41.15** Diffractogramme simulé des phases  $\alpha''$  et  $\alpha$

### Déformation par laminage

L'identification sans ambiguïté de cette phase orthorhombique  $\alpha''$  est nécessaire pour comprendre le comportement du matériau et tenter de donner une explication quant au bas module et quant à l'effet pseudo élastique de l'alliage à l'état fortement écroui.

Afin de mettre en évidence d'autres pics de cette phase induite sous contrainte, nous avons étudié un autre mode de déformation : le laminage.

Pionnier [80] a montré sur le bêta CEZ que ce mode de déformation permettait d'obtenir une quantité de phase martensitique induite sous contrainte beaucoup plus importante que celle obtenues par traction jusqu'à rupture (où seuls 2 pics de faible intensité sont relevés).

Les fils sont préalablement placés sous un vide primaire (environ  $2 \times 10^{-2}$  mbar) dans une ampoule de quartz (contenant également des copeaux de zirconium afin de piéger l'oxygène résiduel) et chauffés à 800°C, au-dessus du transus bêta, pendant une heure puis refroidis brutalement à l'eau en brisant l'ampoule. Après trempe, seule la phase bêta est présente avec les principaux pics (110)(200)(211)(220).

On réalise ensuite un laminage jusqu'à 20% de réduction en épaisseur. Les fils, placés côte à côte, sont polis au papier 4000 afin de supprimer les aspérités et toute trace d'oxydation éventuelle. La déformation à froid par laminage engendre la formation d'une faible quantité de martensite. On peut en effet observer 3 pics attribuables à la phase orthorhombique  $\alpha''$  ; les pics (110) $\alpha''$  ; (022) $\alpha''$  ; (130) $\alpha''$  **courbe (3)**.

La présence du pic (110)  $\alpha''$  obtenue sur cet échantillon permet de lever l'ambiguïté qui existait sur son identification à l'état tréfilé et son éventuel attribution au plan (10.0) $\alpha$ . En effet après trempe à l'eau depuis 800°C, l'alliage est monophasé bêta et seule la phase  $\alpha''$  est susceptible de se former sous contrainte.

Le diffractogramme obtenu après laminage est différent de ceux obtenus par Rack [113] sur des tôles de Bêta III trempées depuis le domaine bêta ( taille de grain 120 et 530  $\mu\text{m}$ ) puis laminées de 50%. Dans l'étude de Rack, seule la phase bêta est en effet observée. On note cependant sur ses diffractogrammes un élargissement important de la base des pics de la phase  $\beta$  susceptible de masquer les pics de la phase  $\alpha''$ .

Cet élargissement est également observé par Ohyama et col.[84] sur le Ti-16V-4Sn déformé par laminage à froid de 5% et 60%. Au faible taux de déformation (5%) les pics correspondant à la phase orthorhombique  $\alpha''$  sont révélés. Pour des taux de déformation plus importants, l'élargissement des pics de la phase bêta ne permet plus de mettre en évidence la présence de martensite.

Paramètres de maille des phases  $\beta$  et  $\alpha''$ 

Le paramètre de maille de la phase bêta ( calculée avec la formule de Nelson et Riley) est obtenue à partir de l'échantillons trempé à 800°C. La valeur de  $a = 0,3281 \text{ nm} \pm 0,0008$  est très proche de celle indiquée par Rack [113] sur le bêta III soit 0,3284 nm.

Les paramètres de maille et les distances interréticulaires de la phase  $\alpha''$  déterminées par différents auteurs sur : Bêta III , Ti-11Mo ainsi que Bêta CEZ et Ti10V2Fe3Al sont résumées dans le tableau suivant :

Auteurs [ref]	Alliages	Technique d'observation	Paramètres (a, b, c) en angström
Duerig [97]	Ti10V2Fe3Al	RX	(3,01 ;4,83 ; 4,62)
Henry [113]	Bêta CEZ	RX	(3,01 ;4,90 ;4,62)
Robertson [105]	Bêta III	MET	(3,01; 4,82 ; 4,54)
Blakburn [32]		RX	(3,12 ;4,86 ;4,71)
Oka [87]	Ti-11Mo	RX	(3,05 ;4,90 ;4,65)
nos résultats	Bêta III	RX	(2,98 ; 4,91 ; 4,60)

**Tableau 41.8** Paramètres de maille et distances interréticulaires de la phase  $\alpha''$  suivant différents auteurs.

Les paramètres de maille que nous avons obtenus pour la phase  $\alpha''$  semblent cohérents avec ceux de la littérature compte tenu des écarts enregistrés entre les différents auteurs. Ce résultat doit cependant être considéré comme une estimation vu le faible nombre de pics mis en évidence.

#### IV-16) Texture cristallographique des phases $\beta$ et $\alpha''$ d'un fil tréfilé

Grosdidier [102] puis Pionnier [80] ont montré dans l'alliage  $Ti_{\beta}$  Bêta CEZ que la déformation était accommodée par une transformation de phases  $\beta \rightarrow \alpha''$  et par du glissement plastique. Les textures expérimentales de la phase martensitique ont été confrontées à celles obtenues par un modèle de transformation de phases sans sélection de variantes puis avec sélection de variantes. Le modèle développé avec sélection de variantes permet de reproduire de façon satisfaisante les textures de la phase  $\alpha''$  mesurées.

A partir des figures de pôles expérimentales des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  obtenues sur les fils à l'état tréfilé, nous vérifierons que ce mécanisme s'applique à l'alliage Bêta III

La technique de mesure des figures de pôles ainsi que la détermination de la fonction de texture à partir des données expérimentales sont décrites en **annexe 2**

## IV-161) Conditions de mesures

### Préparation de l'échantillon

Les mesures sont réalisées sur des fils tréfilés de section  $0,43 \times 0,63 \text{ mm}$  pour lesquels la présence de phase  $\alpha''$  a été détectée en diffraction X. Les fils sont placés côte à côte pour former une surface d'environ  $2 \text{ cm}^2$ . L'échantillon est poli mécaniquement au papier abrasif 2400-4000 afin d'éviter toutes aspérités puis nettoyé à l'alcool dans un bac à ultrason.

### Acquisition des figures de pôles

Les figures de pôles incomplètes sont mesurées, après avoir repéré la position des pics de diffraction de la phase  $\beta$  et de la phase  $\alpha''$ , à l'aide d'un goniomètre de texture Siemens muni d'une anticathode de molybdène ( $K\alpha_1 = 0,709$ ) et d'un filtre en Zirconium.

L'anticathode de Mo de part sa longueur d'onde plus faible que celle du Cu, a un pouvoir de pénétration plus important. On peut en effet supposer qu'en surface les contraintes dues aux tréfilage sont partiellement relaxées, ce qui limite la présence de phase  $\alpha''$ .

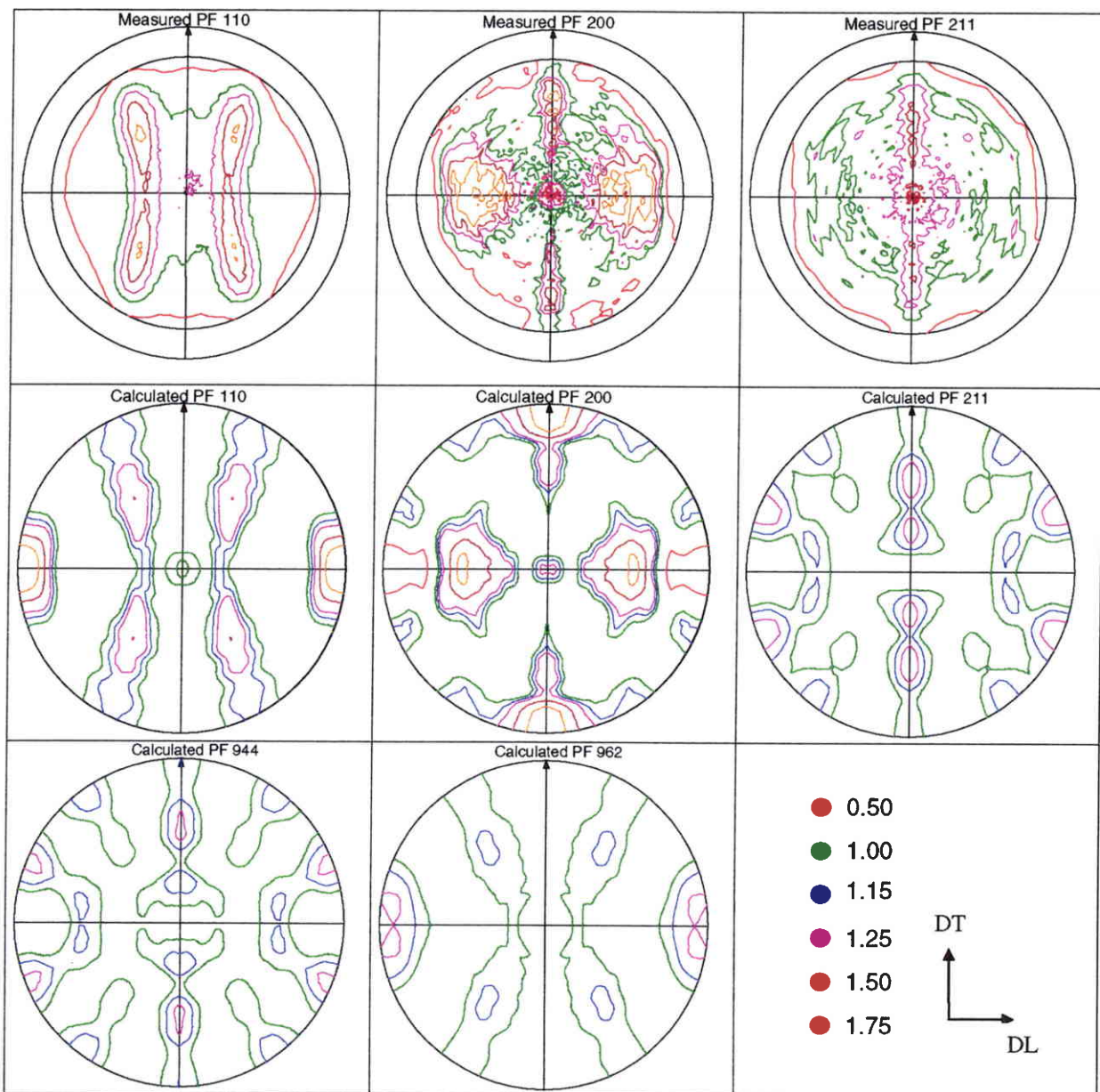
L'inconvénient de l'utilisation de ce rayonnement plus énergétique réside dans une séparation plus délicate des pics de diffraction et une défocalisation intervenant plus tôt.

Un balayage de l'échantillon perpendiculaire à l'axe des fils avec une amplitude de balayage de  $8 \text{ mm}$  permet d'étudier un volume représentatif de l'échantillon. Le collimateur utilisé a un diamètre de  $0,3 \text{ mm}$  et la puissance utilisée est de  $1,5 \text{ KW}$ . Afin d'améliorer la statistique de comptage, chaque figure de pôles est mesurée pendant un temps de 40 secondes par pas de  $5^\circ$ . Les figures sont mesurées dans un plan parallèle aux directions DL, DT (DL étant la direction de tréfilage et DT la direction suivant la largeur du fil)

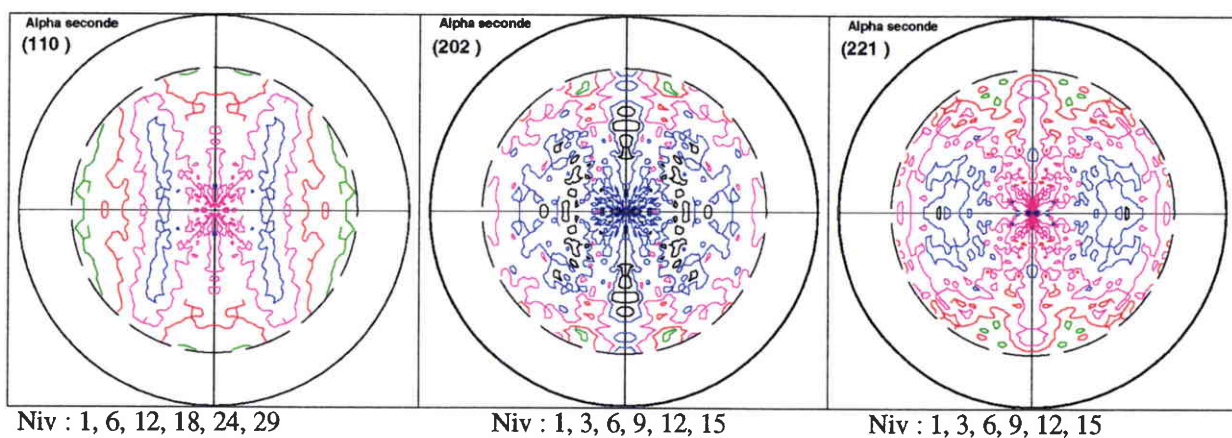
Pour déterminer la texture de la phase  $\beta$ , les figures de pôles  $(110)\beta$ ,  $(200)\beta$  et  $(211)\beta$  ont été retenues. Les figures de pôles  $(110)\alpha''$ ;  $(202)\alpha''$  et  $(221)\alpha''$  sont choisies car on peut séparer les pics de diffraction correspondants de ceux de la phase  $\beta$

## IV-162) Figures de pôles expérimentales et recalculée de la phase $\beta$ , figures de pôles expérimentales de la phase $\alpha''$

Les figures de pôles expérimentales et recalculée de la phase  $\beta$  figure 41.16a montrent une répartition des normales aux plans  $(110)$  autour de l'axe du fil parallèle à DL, en accord avec les textures de tréfilage des matériaux CC.



a) FDP mesurées et calculées de la phase  $\beta$



b) FDP mesurées de la phase  $\alpha''$

Figure 41.16

Figures de pôles des phases  $\beta$  et  $\alpha''$

Les coefficients d'erreurs  $RP_1[80]$  ( correspondant à l'écart entre les figures de pôles expérimentales et recalculées) déterminés sur les figures de pôles recalculées (110), (200) et (211) sont relativement importants et sont respectivement de 18,8% ; 15,5% ; 19,8%. Pour ces raisons, l'exploitation de ces textures ne peut être que qualitative. L'analyse de l'ODF calculée à partir des figures de pôles confirme la texture peu prononcée, avec un indice de texture  $J = 2,18$ , qui peut être décrite par la composante définie par les angles d'Euler (0,45,0) correspondant à (110)  $[1 \bar{1} 0]$  avec de fortes dispersions.

Les figures de pôles expérimentales de la phase  $\alpha''$  sont présentées **figure 41.16b**. On constate une certaine analogie de la figure (110)  $\alpha''$  avec la figure (110)  $\beta$  qui laisse penser que l'on mesure également la phase bêta. Les pics (110)  $\alpha''$  et (110) $\beta$  sont proches et celui de la phase  $\beta$  est très intense. La texture peut néanmoins se caractériser par :

- une densité de pôle des plans (202) dans DT-DN à 45° avec une forte dispersion
- une densité de pôle des plans (221) distribuées préférentiellement dans DL-DN à 45°

#### IV-163) Analyse qualitative de la sélection des variantes dans la transformation $\beta-\alpha''$

Evaluation des figures de pôles 202 et 221 de la phase  $\alpha''$  à partir de la texture de la phase  $\beta$  sans sélection des variantes.

Dans le cas de la transformation  $\beta-\alpha''$ , la relation d'orientation mutuelle observée entre les réseaux  $\beta$  de la phase mère et  $\alpha''$  de la phase héritée [70][100].

$$(011)_{\beta} // (002)_{\alpha''} \quad \text{et} \quad [11\bar{1}]_{\beta} // [110]_{\alpha''}$$

permet de déduire que des plans de la phase héritée sont quasiment parallèles à certains plans de la phase mère. En effet, cette relation d'orientation, souvent exprimée en termes de rotation  $\Delta g$  paramétrée par les angles d' Euler suivants :

$$\Delta g_0 = (180^\circ; 45^\circ; 176.2^\circ)$$

correspond à la matrice de changement de base [80]:

$$M(\Delta g_0) = \begin{bmatrix} \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}a'_{\alpha''} + 2b'_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}b'_{\alpha''} - 2a'_{\alpha''}) & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}a'_{\alpha''} - b'_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(\sqrt{2}b'_{\alpha''} + a'_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{1}{\sqrt{6}}(-\sqrt{2}a'_{\alpha''} + b'_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{6}}(-\sqrt{2}b'_{\alpha''} - a'_{\alpha''}) & \frac{1}{\sqrt{2}} \end{bmatrix} \text{ avec}$$



$$\begin{aligned}
 a_{\alpha''} &= \frac{a_{\alpha''}}{\sqrt{a_{\alpha''}^2 + b_{\alpha''}^2}} & \text{et} & & a_{\alpha''} &= 3,01 \text{ \AA} \\
 b_{\alpha''} &= \frac{b_{\alpha''}}{\sqrt{a_{\alpha''}^2 + b_{\alpha''}^2}} & & & b_{\alpha''} &= 4,90 \text{ \AA} \\
 & & & & c_{\alpha''} &= 4,64 \text{ \AA}
 \end{aligned}$$

En s'appuyant sur cette relation d'orientation et les symétries de la phase mère, on montre qu'une orientation de la phase mère cubique donne 12 orientations distinctes ( 12 variantes) de la phase héritée orthorhombique.

A l'aide de cette matrice de changement de base et des paramètres de la maille orthorhombique, on montre aisément que le plan  $(202)_{\alpha''}$  est presque parallèle à  $(944)_{\beta}$ . Il en est de même pour  $(221)_{\alpha''}$  et  $(962)_{\beta}$ .

Nous avons déterminé les figures de pôles  $(944)_{\beta}$  et  $(962)_{\beta}$  (figure 41.16a) à partir de la fonction de texture  $f_{\beta}(g)$  de la phase mère. Ces figures correspondent théoriquement aux figures de pôles  $(202)_{\alpha''}$  et  $(221)_{\alpha''}$  qui seraient mesurées dans le cas où il n'y aurait pas de sélection des variantes. C'est à dire si le volume relatif à une orientation de la phase mère était distribué également entre les 12 variantes correspondantes. La comparaison entre les figures de pôles expérimentales  $(202)_{\alpha''}$ ,  $(221)_{\alpha''}$  et les figures théoriques  $(944)_{\beta}$  et  $(962)_{\beta}$  montre des différences importantes. Néanmoins les régions de fortes densités expérimentales sont prédites mais d'autres directions de forte densité prédites sont absentes. En effet, dans les figures de pôles expérimentales, les directions de forte densité sont moins nombreuses. Globalement, la texture de la phase  $\alpha''$  simulée sans sélection des variantes apparaît plus compliquée que la texture expérimentale.

Ces différentes observations suggèrent que la transformation  $\beta\text{-}\alpha''$  phase a été réalisée avec sélection des variantes. Une analyse plus détaillée des mécanismes de sélection des variantes pourrait être réalisée en suivant la procédure détaillée par Pionnier [80] et Humbert [155].

#### IV-17) Conclusions

On observe bien, en fonction des fournisseurs, une différence de comportement mécanique significative, pressentie lors de l'utilisation clinique de ces fils [153].

Les caractéristiques mécaniques des fils d'alliage Bêta III, pour les meilleurs d'entre eux, (groupe A), peuvent se résumer ainsi :

- une pseudo élasticité « linéaire » avec un bas module d'élasticité ( 55 à 60 GPa) et une déformation recouvrable de l'ordre 3% pour une déformation imposée de 4%.

- une évolution de ces deux propriétés avec la déformation imposée en traction, qui se traduit par une diminution du module sécant en décharge ainsi qu'une augmentation de la déformation recouvrable lorsque la déformation imposée augmente.
- une ductilité réduite suite à l'écroutissage par tréfilages qui limite considérablement la mise en forme des fils et la possibilité d'agir sur les caractéristiques pseudoélastiques.

Les essais de flexion 3 points, plus proches d'une sollicitation clinique, confortent les résultats obtenus en traction.

Les différences de comportement observées dans les fils tréfilés en traction et flexion peuvent être expliquées par la présence ou non de la phase martensitique  $\alpha''$ . Cette phase minoritaire a des conséquences importantes sur le comportement mécanique. Un bas module et une déformation recouvrable importante sont obtenus lorsque cette seconde phase est présente après tréfilage.

Les contraintes appliquées pendant le tréfilage induisent à l'échelle du grain des contraintes locales qui favorisent ou au contraire limitent la naissance de certains variants de martensite. Ces observations font penser qu'une déformation en traction, appliquée au matériau non déformé engendrera des variantes orientées et fortement sélectionnées permettant de participer à l'accommodation des déformations macroscopiques imposées. Le tréfilage n'est probablement pas le procédé le plus approprié pour optimiser le comportement pseudoélastique.

Les résultats de cette étude préliminaire apportent une meilleure connaissance du produit proposé aux praticiens et des éléments essentiels pour la suite de notre étude.

Ainsi, nous avons observé une baisse du module sécant de la courbe de décharge ainsi qu'un accroissement de la déformation recouvrable lorsque la déformation imposée en traction augmente. Ces effets sont cependant limités du fait de l'écroutissage initial important qui annihile toute possibilité de déformation importante.

**Chapitre IV-2 - EFFETS DE LA PRECIPITATION DES PHASES  $\alpha$  ET  $\omega$  SUR LE MODULE APPARENT D'ELASTICITE ET LA DEFORMATION RECOUVRABLE.**

IV-21) Introduction

IV-22) Conditions expérimentales

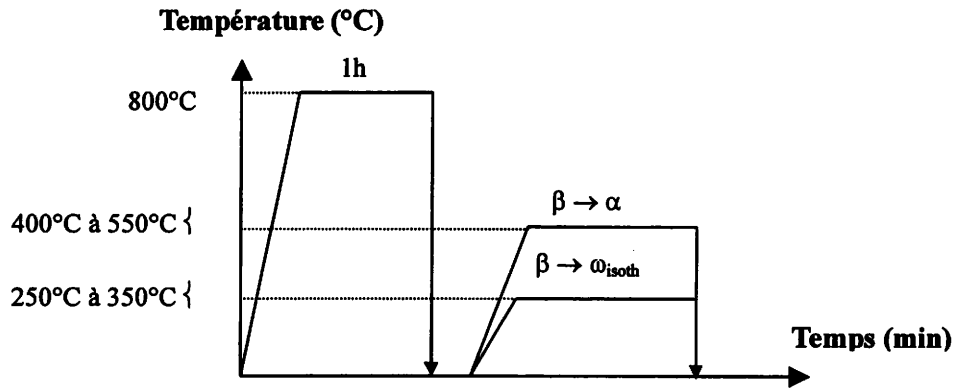
IV-23) Variation de E lors des traitements de précipitation et de réversion de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$

IV-24) Fractions volumiques des phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  précipitées

IV-25) Effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques

IV-26) ) Analyse quantitative des phases  $\omega_{\text{isoth}}$  et  $\alpha$

IV-27) Conclusion



**Figure 42.1**

Traitement au dessus du transus  $\beta$  suivi d'une trempe puis vieillissements de 3 min à 4 heures à différentes températures.

## IV-2) EFFETS DE LA PRECIPITATION DES PHASES $\alpha$ ET $\omega$ SUR LE MODULE APPARENT D'ELASTICITE ET LA DEFORMATION RECOUVRABLE.

### IV-21) Introduction

Il est nécessaire maintenant d'examiner les conséquences des traitements thermiques de précipitation sur les caractéristiques pseudoélastiques, ces traitements pouvant constituer une deuxième voie de durcissement de la matrice  $\beta$ .

Les effets d'une précipitation de phase  $\alpha$  ou  $\omega$  sur la résistance à la rupture et la ductilité sont bien connus pour le Bêta III et plus généralement pour les alliages de titane  $\beta$  [77][118] [119][120] [151] Cependant, les conséquences de ces traitements sur la variation du module d'élasticité, et surtout sur la déformation recouvrable, sont moins étudiées. Cette deuxième partie participe de façon plus générale à une meilleure connaissance de la réponse aux traitements thermiques de l'alliage étudié suivant nos conditions expérimentales.

Dans un premier temps, nous étudierons la cinétique de formation et de développement des phases  $\alpha$  et  $\omega$  en suivant les variations du module d'élasticité après des traitements thermiques isothermes. Cette phase  $\omega$  isotherme peut être éliminée par un traitement de réversion, qui consiste en une remise en solution sans précipiter de nouvelles phases (d'après Seraphin et col.[107] et Vigier [121]). C'est un traitement de très courte durée « au nez » du domaine  $\beta \rightarrow \alpha$  (environ 1min à 550°C- cf. diagramme TTT figure 3.10). Le même traitement peut s'appliquer à la phase  $\omega_{ath}$  susceptible de se former lors de la trempe.

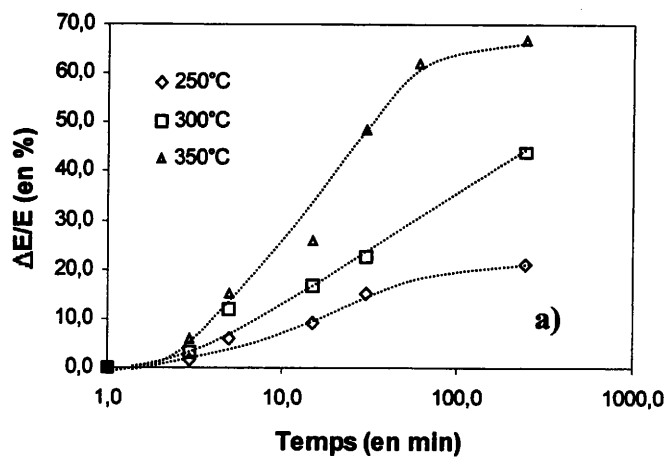
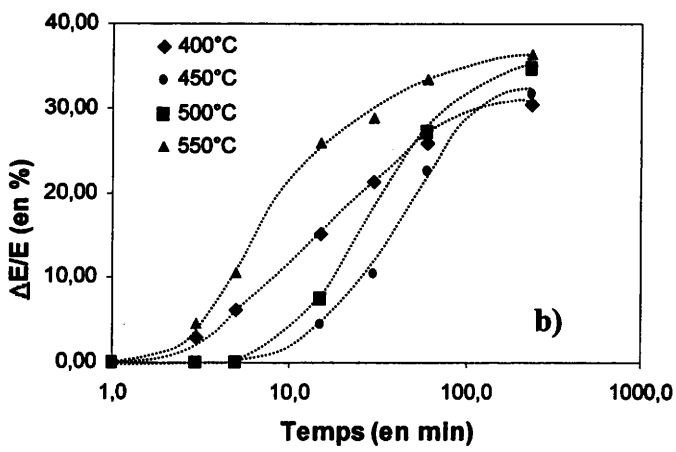
Nous montrerons que la variation du module d'élasticité peut être reliée à la fraction volumique des phases  $\omega_{isoth}$  et  $\alpha$  précipitées.

L'influence de la précipitation des différentes phases  $\alpha$ ,  $\omega$  isotherme et athermique sur le comportement en traction et sur la déformation recouvrable sera également envisagé.

### IV-22) Conditions expérimentales

#### Traitements thermiques

Le cycle thermique est illustré sur la figure 42.1. Les fils sont traités sous vide dans des ampoules de quartz (diamètre intérieur 2mm) qui sont brisées pendant la trempe à l'eau. Pour minimiser le temps de mise en température, elles sont placées à l'intérieur d'une masse thermique préchauffée. La variation du module d'élasticité par rapport à l'état de référence (mise en solution à 800°C puis trempe à l'eau) est étudiée en fonction du temps de maintien isotherme.



**Figure 42.2**

Variation du module d'élasticité après traitements a) entre 250°C et 350°C ; b) entre 400°C et 550°C

### Mesure du module d'élasticité

Les mesures sont réalisées par la méthode dynamique présentée au chapitre 4.1. Afin d'éviter toute dispersion liée à la composition chimique ou à la section, nous utilisons des fils provenant d'un même fournisseur.

Pour éliminer l'influence de la texture, toutes les mesures sont effectuées de la même manière, suivant le plus petit moment d'inertie de la section ( $0,43 \times 0,63$ ).

Les fréquences de vibration sont mesurées au hertz près, ce qui permet une précision de l'ordre de 5% pour le mode 1, (fréquence de résonance environ 30hertz) 1% sur le mode 2 et 0,4% sur le mode 3.

Les variations relatives des modules d'élasticité sont données par :

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{E - E_0}{E_0} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \left( \frac{f^2 - f_0^2}{f_0^2} \right)_i$$

avec :  
 $f_0$  = fréquence du mode  $i$  pour l'état trempé  
 $f$  = fréquence du mode  $i$  après vieillissement  
 $i$  = mode 1-2-3  
 $E_0$  = module d'élasticité de l'état trempé

L'intervalle de confiance, pour une probabilité de 90%, déterminé sur la variation  $\Delta E$  peut être estimé à  $\pm 1$  GPa. Les valeurs absolues des modules d'élasticité sont moins précises car elles dépendent des caractéristiques de l'échantillon (dimension, texture, masse volumique).

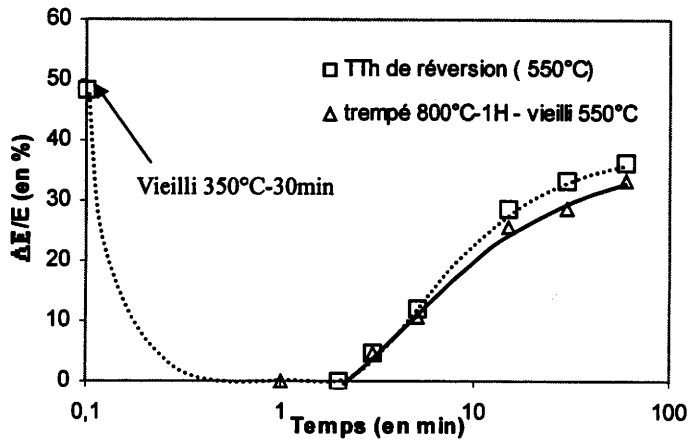
### **IV-23) Variation de E lors des traitements de précipitation et de réversion de la phase $\omega_{\text{isoth}}$ .**

#### Variation relative du module d'élasticité $\Delta E/E$ liée à la précipitation des phases $\alpha$ et $\omega_{\text{isoth}}$

Les résultats sont présentés en fonction de la température du traitement ( figures 42.2a et 42.2b)

- entre 250°C et 350°C la variation relative de E est imputable à la précipitation de la phase isotherme  $\omega_{\text{isoth}}$ . Elle entraîne une forte augmentation de E par rapport à l'état de référence. Après un maintien de 4 heures, la variation relative de E tend vers un maximum estimé à 64%.
- entre 450 et 550 °C, la variation relative de E est plus faible et correspond à la précipitation de phase  $\alpha$ . Le maximum de variation est obtenu pour des temps plus courts (environ 2 heures) et correspond à environ 37% d'accroissement.

D'après le diagramme TTT figure 3.10 il n'y a pas d'ambiguïté sur la séparation des effets associés à la précipitation des phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  pour ces deux intervalles de température.



**Figure 42.3**

Effet du traitement de réversion sur un échantillon vieilli à 350°C-30min -  
 Variation de E en fonction du temps de palier isotherme à 550°C.  
 Comparaison avec l'état trempé - vieilli 550°C.



A 400 °C, en revanche, la variation de E, au premier stade du vieillissement, est supérieure à celle obtenue à 450° et 500°C.

Pour des temps de maintien prolongés la variation de E tend vers le même maximum que celui observé pour les températures de 450° et 550°C. Au début du vieillissement, il se forme d'abord de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  (d'où la variation de E élevée) qui se transforme ensuite en phase  $\alpha$  avec l'existence probable d'un domaine triphasé ( $\omega$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ). Cette hypothèse sera vérifiée après l'étude de la réversion de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .

#### Réversion de la phase $\omega_{\text{isoth}}$

Pour étudier la réversion  $\omega_{\text{isoth}} \rightarrow \beta$ , nous avons utilisé des échantillons trempés à partir de 800°C –1h puis vieillis à 350°C pendant 30 min. Dans ces conditions, il ne se forme que de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  et durant ces 30 min, une fraction volumique importante de phase précipite si l'on en juge par la variation du module d'élasticité ( 50%).

La température de 550°C a été retenue pour étudier la remise en solution de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ . A cette température, le temps d'incubation pour la réaction  $\beta \rightarrow \alpha$  est le plus faible (diagramme TTT chap. III – figure 3.10 ).

La variation relative du module d'élasticité en fonction du temps de maintien isotherme est représentée sur la **figure 42.3** . Toute la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  est éliminée au bout d'un temps inférieur à deux minutes. Le mode de chauffage utilisé ne se prête pas à des temps de maintien inférieurs. Seul un four à bain de sel permet d'explorer des temps plus courts que deux minutes. Vigier et col.[121] estiment qu'un temps de maintien d'une minute à 550°C suffit à supprimer toute la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .

On constate que la variation de E, après élimination de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  est identique à celle obtenue directement après trempé. Par conséquent, le traitement proposé de deux minutes, bien que supérieur à celui préconisé par Vigier, est toutefois acceptable pour obtenir une réversion de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  sans précipiter la phase  $\alpha$ .

#### Anomalie de la courbe $\Delta E/E$ à 400°C

A 400°C, la variation maximum du module d'élasticité, pour un temps de maintien de 4h, est sensiblement du même ordre de grandeur que celle obtenue à 550°C. Pour cette raison, nous avons attribué la variation de E à 400°C à la précipitation de phase  $\alpha$ .

On peut supposer qu'au premier stade du maintien isotherme, on précipite la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  puis ensuite la phase  $\alpha$ . Pour vérifier cette hypothèse nous avons réalisé, sur un échantillon maintenu 30 min à 400°C, un traitement de réversion destiné à supprimer la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  . Nous avons pu constater une

chute importante de la variation de  $E$  sans pour autant atteindre une valeur nulle. Ceci confirme bien la présence d'un domaine triphasé  $\beta$ ,  $\omega$  et  $\alpha$  à 400°C.

#### VI-24) Fractions volumiques des phases $\alpha$ et $\omega_{\text{isoth}}$ précipitées

##### Relation entre le module d'élasticité et la quantité de phases $\alpha$ et $\omega$ précipitée

Nous avons cherché à relier la variation du module d'élasticité à la quantité de phase  $\alpha$  et  $\omega$  précipitée. Pour cela nous avons fait l'hypothèse que la variation du module d'élasticité obéit à une loi des mélanges.

Nous considérerons que le module de la phase  $\beta$  évolue avec la composition en Mo lorsque  $\alpha$  ou  $\omega$  précipite.

Lors de la précipitation de la phase  $\alpha$  ou  $\omega_{\text{isoth}}$ , la matrice  $\beta$  s'enrichit en Mo pour atteindre selon Blackburn et col.[101], 25% en poids de Mo. Or les phases  $\beta$  de Ti-12Mo et Ti-25Mo n'ont pas le même module d'élasticité. Ce module varie selon Fedotov [122] de façon quasi linéaire de 88 GPa pour Ti-12Mo à 105 GPa pour Ti-30Mo, soit 0,94 GPa par % Mo.

Le Beta III à l'état trempé que l'on assimilera à l'alliage Ti-12Mo a, d'après nos mesures, un module d'élasticité de 66 GPa. Si on conserve la même relation de proportionnalité entre  $E$  et le % de Mo, on trouve un module d'élasticité de 78 GPa pour Ti-25Mo.

Le **tableau 42.1** regroupe les valeurs de  $E$  obtenues après traitements thermiques :

TTh	Phases présentes	E (Gpa)
Trempe 800°C-1h	$\beta$ (+éventuellement $\omega_{\text{ath}}$ )	66
Trempe 800°C-1h + 350°C-4 heures	$\beta + \omega_{\text{isoth}}$ ( $\omega$ est entièrement précipitée)	110
Trempe 800°C-1h + 550°C-4 heures	$\beta + \alpha$ ( $\alpha$ est entièrement précipitée)	90

**Tableau 42.1** Module d'élasticité mesuré par la méthode dynamique pour différents états métallurgiques

##### Module de la phase $\omega_{\text{isoth}}$ et évolution du module résultant de la précipitation de la phase $\omega_{\text{isoth}}$ .

Nous admettrons les valeurs indiquées par Hickman [76], la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  contient 7% (4.3% at%) en poids de Mo et son module est constant. La phase  $\beta$  d'un alliage qui contient initialement 12% de Mo en poids, en contient 25% lorsque toute la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  a précipité. Dans ces conditions la fraction volumique  $f_{\omega}$  de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  précipitée peut s'écrire :

$$\begin{aligned} \%Mo_{total} &= f_{\omega} \times \%Mo + (1 - f_{\omega}) \times \%Mo_{\beta} \\ 0,12 &= (0,07 \times f_{\omega}) + (0,25 \times (1 - f_{\omega})) \end{aligned}$$

$$\text{Soit } f_{\omega} = 0,72$$

La phase  $\omega_{isoth}$ , lorsqu'elle est complètement précipitée, représente un volume de 72%. Ce résultat est en accord avec ceux de Blackburn [105].

En utilisant la loi des mélanges, on peut obtenir une borne supérieure  $E_S$  et inférieure  $E_I$  pour le module d'élasticité. Pour les conditions conduisant à 100% de phase  $\omega_{isoth}$  précipitée :

$$\begin{aligned} E_S &= f_{\omega} \times E_{\omega} + (1 - f_{\omega}) \times E_{\beta-25Mo} \quad \text{et} \quad \frac{1}{E_I} = \frac{f_{\omega}}{E_{\omega}} + \frac{(1 - f_{\omega})}{E_{\beta-25Mo}} \quad (3.2) \\ E_S &= E_I = 110GPa, \quad E_{\beta-25Mo} = 78GPa, \end{aligned}$$

$$123GPa < E_{\omega} < 131GPa$$

Lors de la précipitation de la phase  $\omega_{isoth}$ , on peut admettre que  $E_{\beta}$  évolue proportionnellement à la fraction volumique :

$$E_{\beta} = E_{\beta-12Mo} + \frac{(E_{\beta-25Mo} - E_{\beta-12Mo})}{0,72} f_{\omega} \quad \text{et} \quad 0 < f_{\omega} < 0,72 \quad (3.3)$$

Le module résultant correspondant à une fraction volumique  $f_{\omega}$  de phase  $\omega_{isoth}$  précipitée est compris entre :

$$E_S = f_{\omega} \times E_{\omega} + (1 - f_{\omega}) \times E_{\beta} \quad \text{et} \quad \frac{1}{E_I} = \frac{f_{\omega}}{E_{\omega}} + \frac{(1 - f_{\omega})}{E_{\beta}} \quad (3.4)$$

#### Module de la phase $\alpha$ et évolution du module lors de la précipitation de la phase $\alpha$ .

La phase  $\alpha$  qui précipite entre 400°C et 550°C contient environ 1% poids de Mo [123][124][125]. Lorsque toute la phase  $\alpha$  a précipité, la matrice  $\beta$  contient environ 25% de Mo.

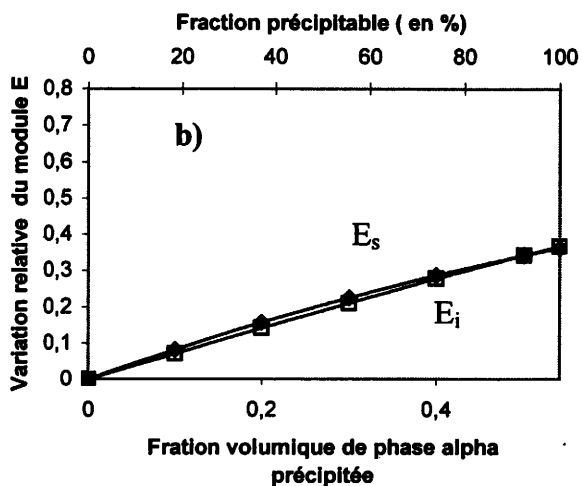
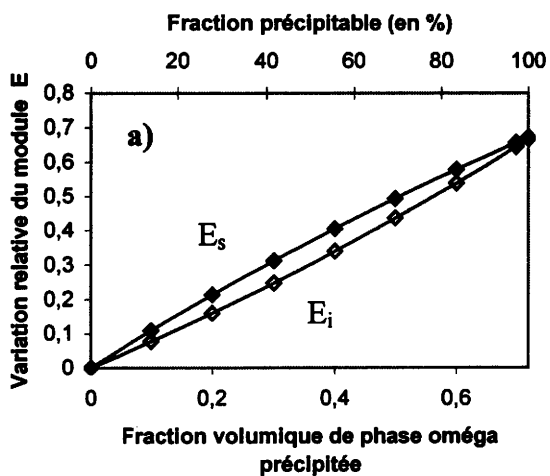
La fraction volumique de phase  $\alpha$  précipitable, calculée de la même manière que pour la phase  $\omega$ , conduit à  $f_{\alpha} = 0,54$ . Ce résultat est en accord avec les résultats de Séraphin et col.[107]

Comme précédemment on peut estimer que le module d'élasticité est compris entre :

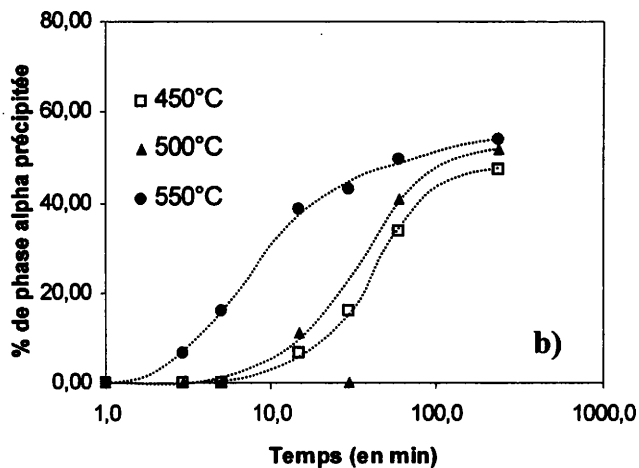
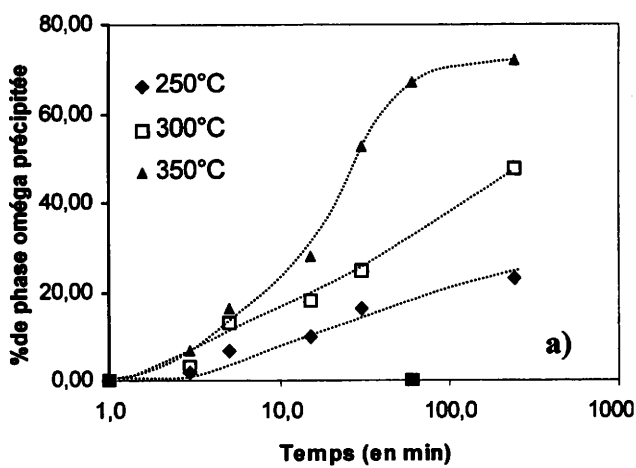
$$100GPa < E_{\alpha} < 104GPa$$

Cette valeur est proche de celle admise pour  $Ti\alpha$  soit 108 GPa.

La figure 42.4 représente la variation relative du module d'élasticité en fonction de la fraction volumique des phases  $\alpha$  et  $\omega_{isoth}$ .



**Figure 42.4** Evolution du module d'élasticité lors de la précipitation a) de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  b) de phase  $\alpha$



**Figure 42.5** Fraction volumique de phases précipitée - Courbes normées  
a) phase  $\omega_{\text{isoth}}$  - b) phase  $\alpha$

Nous ferons l'hypothèse que la fraction volumique maximum précipitable à l'équilibre est la même pour tout le domaine  $\alpha$  et  $\omega$  soit respectivement 0,54 et 0,72. On peut alors représenter les fractions précipitées de phase  $\omega$  et  $\alpha$  en fonction du temps figures 42.5a et b.

#### VI-25) Influence de la précipitation des phases $\alpha$ et $\omega$ sur les propriétés mécaniques

Des essais de traction, à rupture et à 2 % avec décharge, ont été effectués pour différents traitements thermiques :

##### - état trempé (800°C – 1h)

C'est l'état de départ pour tous les échantillons et qui consiste en une mise en solution au dessus du transus bêta, à 800 °C sous vide primaire, suivi d'une trempe à l'eau.

##### - vieillissement (350°C – 30 min)

Ce traitement correspond à une précipitation d'environ 50 % de phase  $\omega_{\text{isoth}}$

##### - vieillissement (550°C – 30 min)

Traitement qui conduit à une précipitation d'environ 40% de phase  $\alpha$

##### - réversion (550°C – 2 min)

Ce traitement s'applique à un échantillon préalablement vieilli (350°C – 30 min)

##### - tréfilé

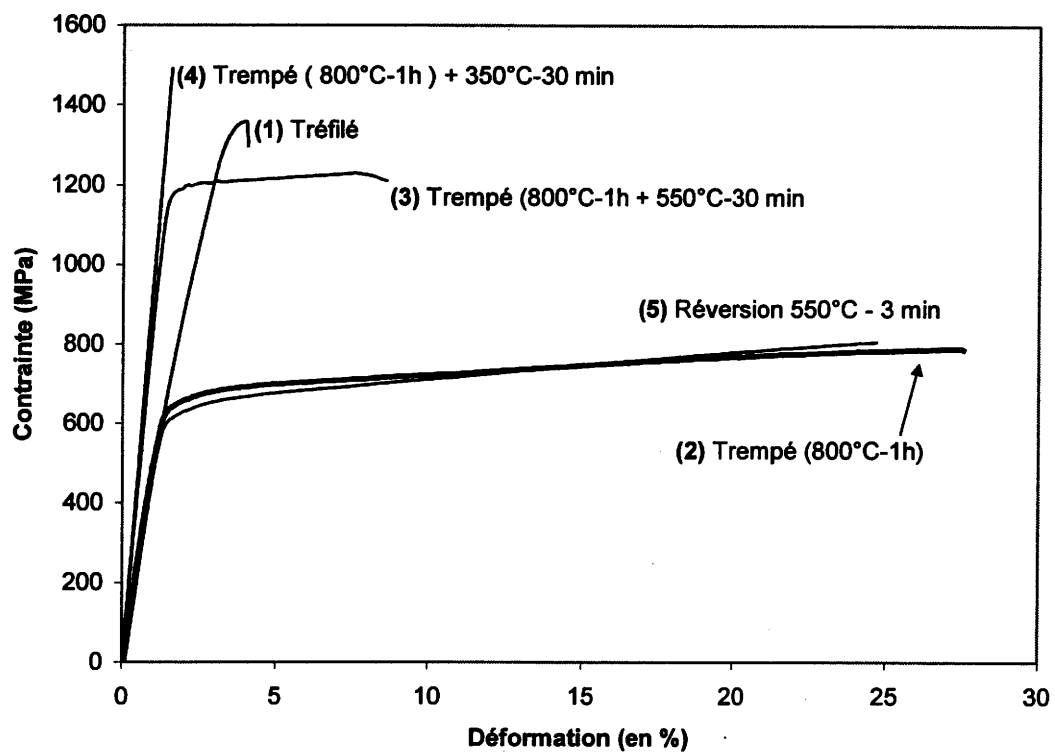
C'est l'état brut de réception (taux de réduction inconnu)

#### Essais à rupture

Les résultats sont rassemblés dans le tableau 42.2 et illustrés figure 42.6

Etat métallurgique	Rep.	$\sigma_{e0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_m$ (MPa)	A%
Tréfilé	1	951±24	1370±27	4±0,5
Trempé 800°C-1H	2	620±17	790±19	27±2,3
Trempé + vieilli 550°C – 30 min	3	1173±24	1227±22	8,5±1,7
Trempé + vieilli 350°C – 30 min	4	-	1495±31	1,6±0,3
Trempé + vieilli 350°C –30 min + réversion 550°C-2 min	5	595±22	806±19	23±2

**Tableau 42.2** Caractéristiques en traction pour différents états métallurgiques  
( moyenne pour 3essais ; IT pour une probabilité de 90%)



**Figure 42.6**

Influence de la précipitation des phases  $\alpha$  et  $\omega$  sur les caractéristiques en traction

Etat trempé (800°C – 1h)

La ductilité de l'alliage est élevée et atteint 25-27%. Ce résultat correspond aux valeurs observées par différents auteurs et tend à prouver que le traitement sous vide n'altère pas la composition chimique de l'alliage.

Vieillissement (350°C – 30 min) – Rôle de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ 

La précipitation de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ , après 30min à 350°C, modifie de façon drastique les propriétés de l'alliage trempé :

- la résistance à la rupture est considérablement augmentée par la précipitation de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ .
- la ductilité est pratiquement nulle et confirme bien le caractère très fragilisant de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$ . A la rupture il se produit une étincelle qui témoigne de l'importance de l'énergie emmagasinée et/ou de l'oxydation d'une surface fraîche. Cependant, l'examen de la zone de rupture présente une striction qui fait penser à une rupture du type ductile.

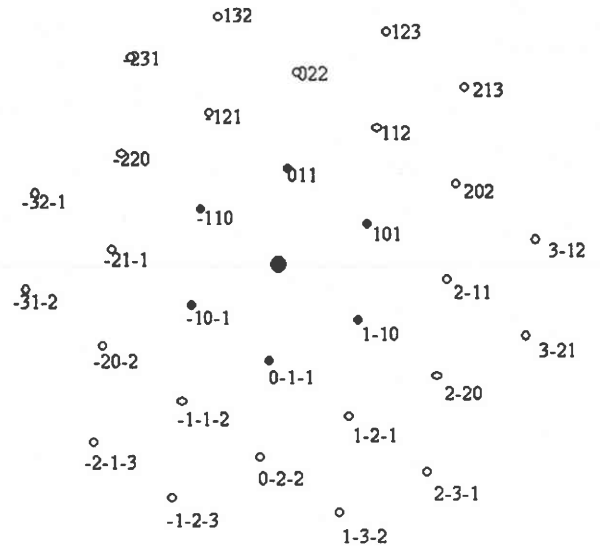
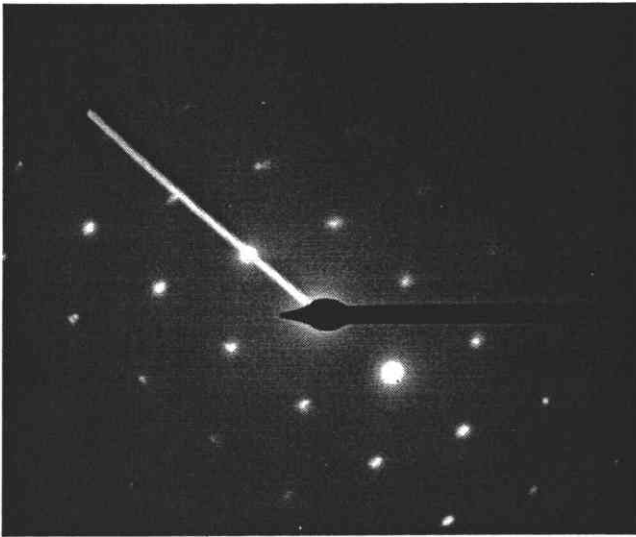
Vigier [121] a montré que la température de formation de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  avait une influence sur les propriétés mécaniques. En agissant sur la température de vieillissement, on fait varier la taille, la répartition et le nombre de précipités de phase  $\omega_{\text{isoth}}$ . A fraction volumique précipitée égale, plus la température de formation de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  est élevée, plus l'effet fragilisant est marqué. La fragilité observée est fortement liée à la taille et à la répartition des précipités de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  plutôt qu'à la quantité de phase formée.

Réversion (550°C – 2 min)

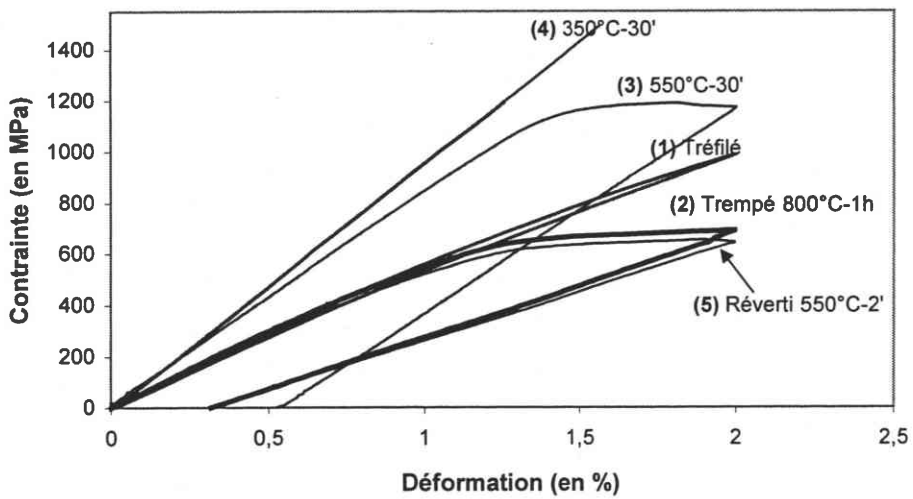
La réversion de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  effectuée sur l'échantillon vieilli (350°C – 30 min) restaure complètement les propriétés de l'alliage trempé. L'allongement plastique qui était pratiquement nul après un traitement de vieillissement (350°C – 30 min) passe à 23% après réversion. L'allongement à rupture est une grandeur particulièrement sensible à l'état de surface lorsque l'on est en présence de fils fins et est associé à de fortes dispersions. La baisse sensible de la ductilité (qui était de 27 % après trempe) pourrait provenir, à la fois de cette dispersion et d'une éventuelle contamination par l'oxygène lors du second traitement thermique.

La limite d'élasticité et la résistance à la rupture sont similaires à celles de l'état trempé.

Ce résultat montre l'intérêt d'utiliser ce traitement sur un alliage qui aurait, par exemple, séjourné dans le domaine  $\omega_{\text{isoth}}$  pendant un refroidissement lent ou au cours d'un traitement thermomécanique.



**Figure 42.7** Cliché de diffraction de la phase  $\beta$ . Indexation des plans correspondants - (direction du faisceau parallèle à la direction  $[31\bar{1}]$ ) - Structure trempée à l'eau depuis  $800^{\circ}\text{C}$



**Figure 42.8** Influence de la précipitation des phases  $\alpha$  et  $\omega$  sur la déformation recouvrable pour une déformation imposée de 2%



### Influence de la phase $\omega_{ath}$

On constate une similitude de comportement entre l'état trempé et réverti. On aurait pu cependant s'attendre à un comportement différent entre l'état brut de trempé contenant éventuellement de  $\omega_{ath}$  et l'état réverti formé uniquement de  $\beta$ .

Nous avons vu au chapitre III-63 que la phase  $\omega_{ath}$  joue un rôle dans les mécanismes d'accommodation de la déformation et que son rôle est controversé selon les auteurs.

Soit la phase  $\omega_{ath}$  susceptible de se former après trempé au dessus du transus bêta  $T_{\beta}$ , n'a pas d'influence sur les propriétés, soit sa présence n'est pas certaine.

Afin de vérifier la présence de cette phase, nous avons réalisé un examen au MET sur une lame mince prélevée dans un échantillon mis en solution (800°C –1h), puis trempé à l'eau.

Le cliché de diffraction électronique **figure 42.7** ne révèle pas la présence de phase  $\omega_{ath}$ .

Mornirolli sur Ti-12Mo [37] et Williams sur le Bêta III [73] ont mis en évidence la phase  $\omega_{ath}$  par MET. Il faut cependant indiquer que pour ces deux auteurs la température de mise en solution avant trempé à l'eau est de 900°C.

La similitude de comportement entre l'état trempé et réverti n'est donc pas surprenante

### Vieillessement (550°C – 30 min) – Rôle de la phase $\alpha$

La phase  $\alpha$  agit de la même manière que la phase  $\omega_{isoth}$ , elle a un effet durcissant et diminue fortement la ductilité, sans toutefois présenter un caractère fragile.

### Essais à 2 % avec décharge

Il s'agit de mettre en évidence la déformation recouvrable et le module sécant en décharge après une déformation imposée de 2%.

Pour les besoins de la comparaison, nous avons déterminé :

- l'indice proposé par Burstone,  $\sigma_{e\ 0,2\%} / E$  qui correspond à la déformation réversible d'un matériau purement élastique ;
- l'indice de décharge  $\sigma_d / E$  où  $\sigma_d$  est la contrainte pour 2 % de déformation et E le module apparent en décharge. Ce rapport représente la déformation recouvrable plus représentative du comportement recherché en orthodontie.

Les résultats sont regroupés dans le **tableau 42.3** et illustrés **figure 42.8**

### Etat trempé (800°C – 1h)

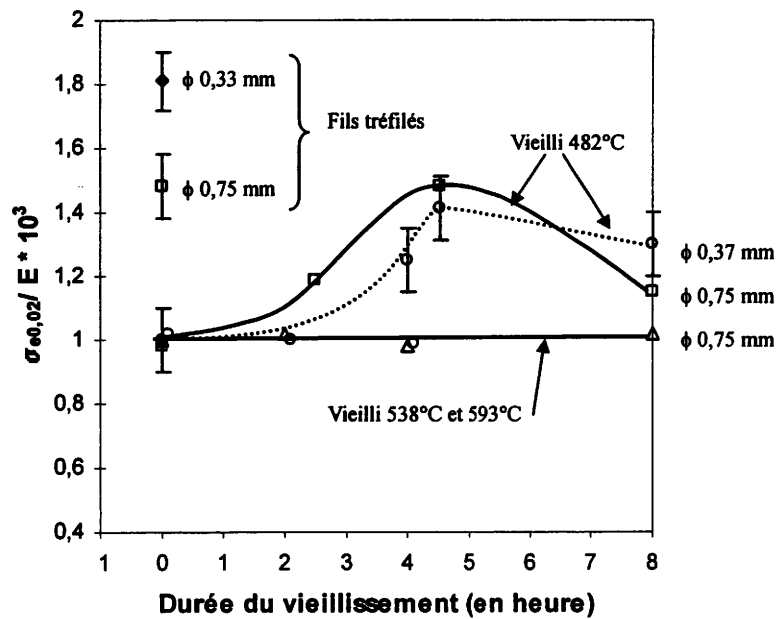
L'échantillon trempé présente un comportement intéressant :

- le module en décharge est plus faible que celui du fil tréfilé, respectivement 37 GPa et 47 GPa, soit 25% de moins.

Etat métallurgique	Déformation recouvrable (%)	E en décharge (GPa)	Indice de décharge $\sigma_d/E \times 10^{-2}$	Indice de Burstone $\sigma_{e,0,2\%}/E$ (courbe de charge) $\times 10^{-2}$
Tréfilé	$2 \pm 0,12$	$47 \pm 2,5$	2,0	1,69
Trempé 800°C-1H	$1,7 \pm 0,07$	$37 \pm 1,8$	1,67	1,11
Trempé + vieilli 550°C - 30 min	$1,55 \pm 0,09$	$79 \pm 2$	1,50	1,36
Trempé + vieilli 350°C - 30 min	rupture	$96 \pm 2,7$	-	-
Trempé + vieilli 350°C -30 min + réversion 550°C-2 min	$1,7 \pm 0,2$	$35 \pm 1,4$	1,7	1,08

**Tableau 42.3**

Caractéristiques relevées sur un cycle charge-décharge pour une déformation imposée de 2% (moyenne sur 3 essais  $\pm$  IT pour un degré de confiance de 90%)



**Figure 42.9**

Rapport  $\sigma_{e,0,2\%}/E$  en fonction de la durée du vieillissement à différentes températures de fils Bêta III trempés (704°C - 732°C). Comparaison avec des fils tréfilés [3]

- la déformation recouvrée est un peu moins importante, environ 15% de moins que pour le fil tréfilé, ce qui correspond à une déformation plastique.

#### Vieillessement (550°C – 30 min)

La précipitation de phase  $\alpha$  n'améliore pas la déformation recouvrable par rapport à l'état tréfilé. Le module en décharge est supérieur à celui de l'état tréfilé.

#### Réversion (550°C – 2 min)

Le traitement de réversion effectué sur la structure  $\beta + \omega_{\text{isoth}}$  permet de retrouver intégralement le comportement brut de trempe. Il n'y a pas de différence significative entre l'état trempé et l'état réverti

#### Indice de Burstone $\sigma_{e,0.2\%} / E$

Le rapport  $\sigma_{e,0.2\%} / E$ , caractérisant l'étendue de la déformation élastique calculé à partir de la courbe en charge, est indiqué dans le **tableau 42.3**. Il est compris entre 1,1 et 1,7. Ces valeurs sont en accord avec celles de la littérature [3].

Pour augmenter le rapport  $\sigma_{e,0.2\%} / E$ , Goldberg et Burstone [3]-1979 ont étudié les effets d'une précipitation de phase  $\alpha$  dans le Bêta III préalablement trempé à l'eau entre 704°C et 732°C. Trois températures de vieillissement sont utilisées : 482°C, 538°C, 593°C pendant des durées de 2 à 8 heures, sur deux diamètres de fil (0,756 mm et 0,378 mm). Les résultats sont représentés dans la **figure 42.9**.

Pour des températures de vieillissement de 538°C et 593°C le rapport n'évolue pas de manière significative, l'augmentation de la limite d'élasticité est compensée par un accroissement du module d'élasticité. A 482 °C, le gain n'est pas significatif par rapport à l'état tréfilé (respectivement  $1,4 \times 10^{-3}$  et  $1,5 \times 10^{-3}$  pour le tréfilé de même diamètre).

Goldberg et Shasrty [126]-1984 ont déterminé les caractéristiques mécaniques et le module d'élasticité de fils préalablement trempés (777°C – 10 min) et tréfilés à différents taux puis vieillis (de 428°C à 538°C pendant 3 à 14 heures) dans des conditions de précipitation de la phase  $\alpha$ .

Lorsque le taux de réduction est inférieur à 50%, le module apparent et la résistance à la rupture augmentent de manière analogue ; ils n'évoluent plus au delà de 50% de réduction. Dans le même temps, la ductilité passe de 2% à 0,6%.

Il est admis qu'une prédéformation accélère la précipitation de la phase  $\alpha$ . Cette démarche, qui consiste à prédéformer les fils avant vieillissement, aboutit à des résultats comparables à ceux de Goldberg et Burstone. Les propriétés n'évoluent pas dans le sens recherché.

L'indice de Burstone du fil trempé puis vieilli à 550°C indique un « potentiel d'activation », ou déformation élastique maximum, plus élevé que le fil trempé. L'indice de décharge, ou déformation recouvrable maximum, montre le contraire.

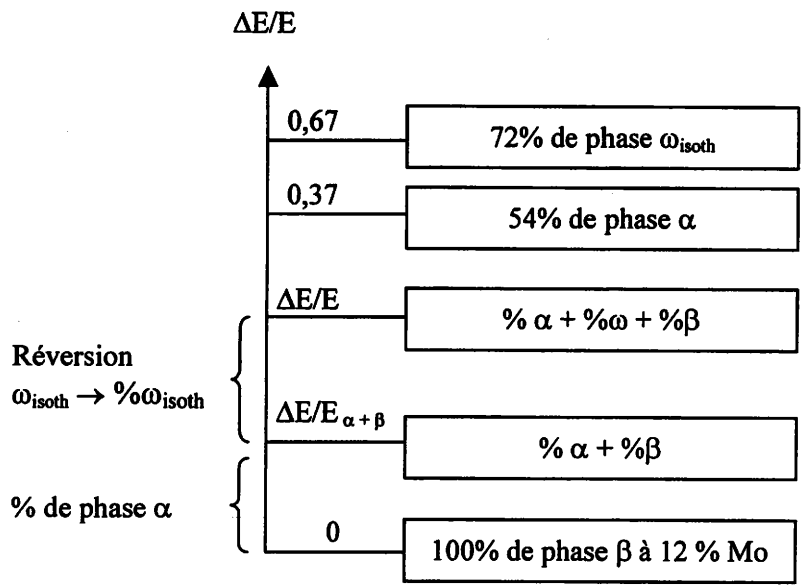


Figure 42.10

Evaluation des fractions volumique de phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  précipitées

## VI-26) Analyse quantitative des phases $\omega_{\text{isoth}}$ et $\alpha$

Le traitement réalisé à 400°C (chap. IV-23) afin de séparer l'effet de la précipitation de la phase  $\alpha$  de la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  sur la variation du module d'élasticité nous a suggéré une possibilité d'évaluer la fraction précipitée d'un alliage contenant les phases  $\beta + \omega + \alpha$ . Les différentes étapes, de cette évaluation sont décrites (**figure 42.10**):

Soit un alliage contenant  $\beta + \omega + \alpha$  présentant un accroissement relatif donné du module E.

Le traitement de réversion (dont nous avons pu vérifier l'efficacité) permet d'éliminer toute la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  sans pour autant faire croître la phase  $\alpha$  déjà présente. On peut donc à l'issue de ce traitement déduire la fraction de phase:

- $\omega_{\text{isoth}}$  puisque l'on connaît  $\Delta E/E$  correspondant à 72% de phase  $\omega_{\text{isoth}}$  précipitée.
- $\alpha$  en utilisant la relation identique à (3.4)

On dispose donc d'un moyen pratique, relativement facile à mettre en œuvre, pour évaluer les quantités de phase  $\omega$  et  $\alpha$  précipitées.

## VI-27) Conclusion :

### Module d'élasticité

Nous avons montré que la précipitation des phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  conduisait à des augmentations considérables du module d'élasticité pour les raisons suivantes :

- le module d'élasticité des phases  $\alpha$  et  $\omega$  est plus élevé que celui de la phase  $\beta$  contenant 12% de Mo.
- l'enrichissement en Mo de la phase  $\beta$  conduit à un module d'élasticité plus élevé que celui de la phase  $\beta$  à 12% de Mo.

Ces variations de module d'élasticité sont approximativement proportionnelles aux fractions volumiques des phases  $\alpha$  et  $\omega$  précipitées.

### Ductilité et déformation recouvrable

Les essais de tractions ont mis en évidence l'excellente ductilité de l'alliage à l'état trempé. La précipitation des phases entraîne une augmentation de la limite d'élasticité, du module d'élasticité sans pour autant augmenter la déformation recouvrable. L'indice de décharge et l'indice de Burstone qui prend en compte la déformation recouvrable ou élastique se dégrade en même temps que la ductilité, rendant l'alliage inutilisable pour l'orthodontiste.

Un traitement de réversion effectué à 550°C, élimine la phase  $\omega_{\text{isoth}}$  et permet de restaurer les propriétés. Il n'y a pas de différence de comportement entre l'état brut de trempe et l'état brut de trempe ayant subi un traitement de réversion. Ceci peut s'expliquer par l'absence de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  après trempe.

La précipitation de la phase  $\alpha$  ne permet pas d'optimiser les propriétés de l'alliage (module élastique et déformation recouvrable) même si les résultats de Burstone suggèrent la possibilité d'obtenir un indice  $\sigma_{e0,2\%} / E$  proche de l'état tréfilé. Elle entraîne un enrichissement en éléments bêtagènes de la phase bêta. Celle-ci, plus stable mécaniquement, accommode la déformation sans transformation de phase martensitique.

Un traitement de précipitation de phase  $\alpha$  permettrait, au mieux, de proposer aux praticiens, un fil ayant un indice compris entre l'actuel fil tréfilé et l'acier inoxydable.

Ces résultats complètent les travaux de Goldberg et Burstone [3] ainsi que ceux de Shastry et col.[126] qui ont étudié le Bêta III en vue d'une application orthodontique.

En conclusion on peut affirmer que tout traitement dans lequel interviennent les phases  $\omega_{\text{isoth}}$  ou  $\alpha$ , ne permet pas d'améliorer l'alliage proposé au praticien.

Nous exploiterons deux résultats obtenus dans ces deux premières parties expérimentales.

Dans la première :

- les cycles charge – décharge réalisés sur les  **fils tréfilés**  montrent que l'**accroissement de la** déformation uniaxiale imposée augmente la déformation recouvrable et diminue le module sécant en décharge.

Dans la seconde :

- les  **fils trempés**  présentent après 2 % de déformation imposée, un module sécant de 37 GPa pour 47 GPa à l'état tréfilé. Cependant, la déformation recouvrable est plus faible que celle du fil tréfilé (1,7% contre 3%).

Dans la suite de notre étude nous exploiterons à la fois l'augmentation de la déformation recouvrable avec l'accroissement de la déformation en traction et les propriétés de la structure trempée depuis le domaine bêta.

**Chapitre - IV-3 ) INFLUENCE DE LA DEFORMATION EN TRACTION UNIAXIALE SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE DU TITANE BETA III**

IV-31) Influence de la déformation sur le module d'élasticité apparent et la déformation recouvrable des alliages NiTi

IV-32) Résultats expérimentaux

IV-321) Influence de la déformation imposée

IV-322) Comparaison avec l'état tréfilé

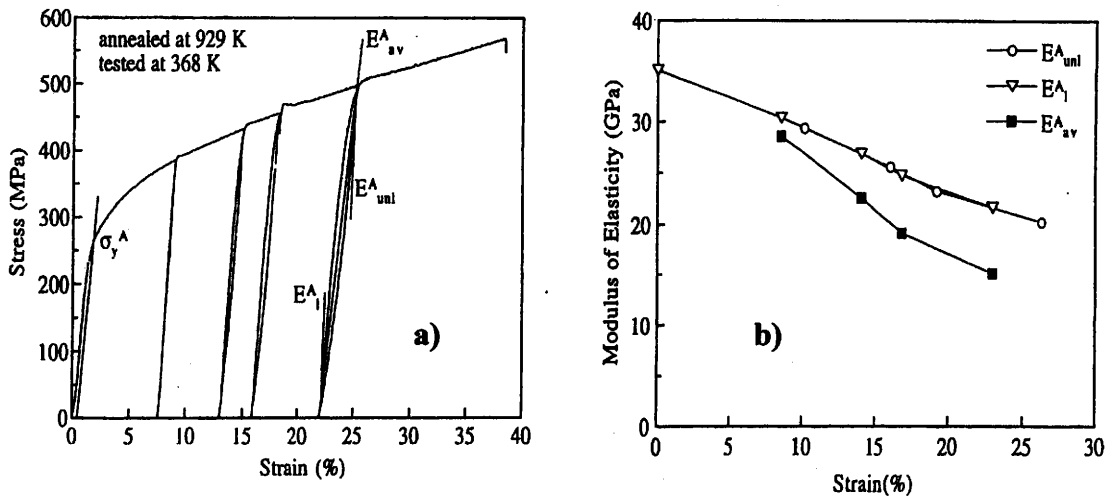
IV-323) Analyse des phases par diffraction des RX

IV-324) Evolution de la fraction de phase  $\alpha''$  suivie par des mesures de résistivité au cours de d'essais de traction

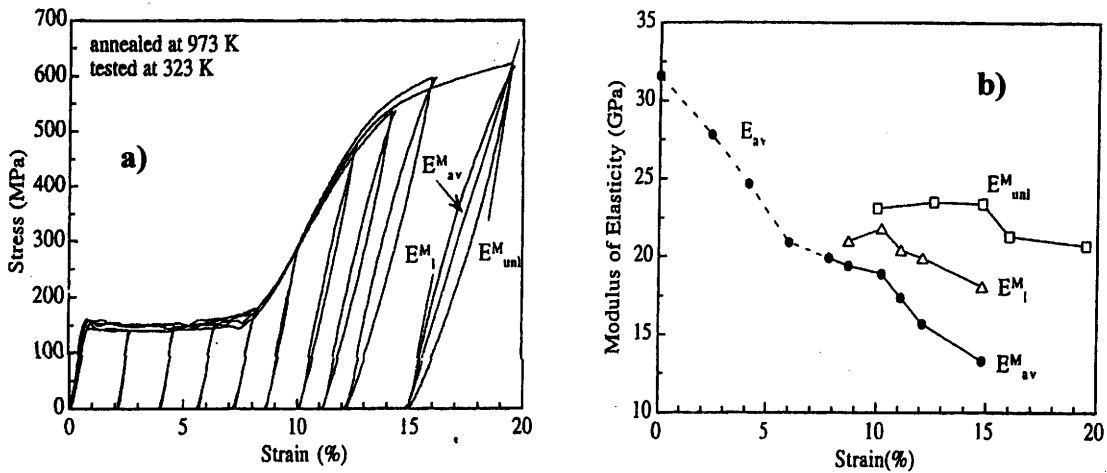
IV-3241) Méthode expérimentale

IV-3242) Variation de résistivité électrique lors des essais de traction

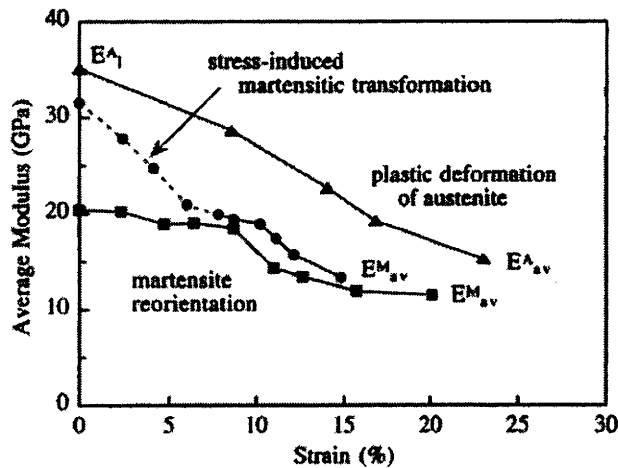
IV-33) Conclusions



**Figure 43.1** a) Courbes  $\sigma$ - $\epsilon$  de l'alliage NiTi en phase austénitique (composition équiatomique)  
 b) Evolution des modules apparents tangents et sécants de l'austénite [127]



**Figure 43.2** a) Courbes  $\sigma$ - $\epsilon$  de l'alliage NiTi via une transformation austénite-martensite  
 b) Evolution des modules apparents tangents et sécants au cours de la transformation [127]



**Figure 43.3** Comparaison des modules apparents de la martensite et de l'austénite dans l'alliage NiTi [127]



### IV-3) INFLUENCE DE LA DEFORMATION EN TRACTION UNIAXIALE SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE DU TITANE BETA III

#### IV-31) Influence de la déformation en traction sur le module d'élasticité apparent et la déformation recouvrable des alliages NiTi.

Le rôle de la déformation imposée en traction sur le module d'élasticité apparent et la déformation recouvrable n'a été étudié que sur des alliages NiTi.

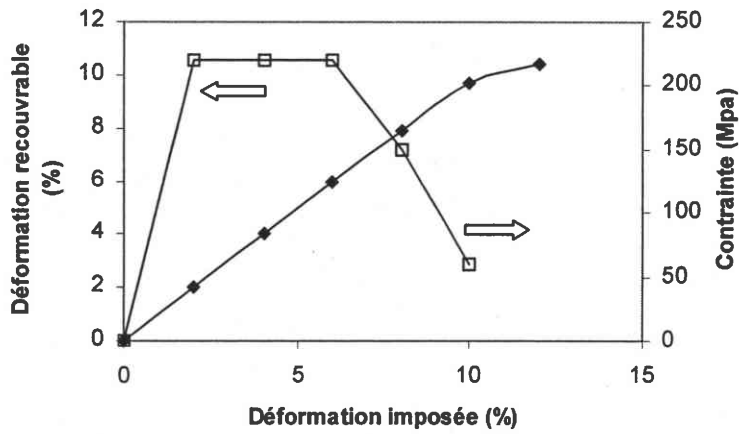
Liu et col.[127] ont montré l'évolution du module d'élasticité apparent du NiTi en fonction de l'état austénitique ou martensitique de la matrice et de la température d'essai. Les températures caractéristiques de cet alliage sont respectivement  $M_s = 35^\circ\text{C}$ ,  $M_f = 22^\circ\text{C}$ ,  $A_s = 54^\circ\text{C}$  et  $A_f = 70^\circ\text{C}$ .

- Déformée en traction à  $100^\circ\text{C}$ , une structure initiale austénitique ne présente pas de transformation martensitique induite sous contrainte. L'allure des courbes est représentée sur la **figure 43.1 a**. L'hystérésis augmente avec la déformation. Le module d'élasticité apparent de l'austénite est mesuré en charge ( $E_{11}^A$ ) et en décharge ( $E_{uni}^A$ ) avec une amplitude de contrainte de 150 MPa. Ces modules sont identiques et décroissent avec la déformation (**figure 43.1b**). La valeur de module moyen ( $E_{av}^A$ ), plus faible, suit la même évolution. La décroissance de ce module est attribuée à la participation d'une transformation induite sous contrainte malgré l'absence du plateau caractéristique de ces alliages. Seule une faible partie d'austénite participe à cette transformation.

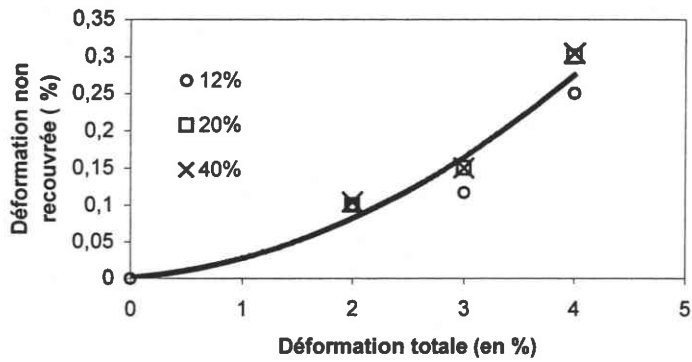
Duerig, dans les mêmes conditions explique l'allure des courbes en phase austénitique par un démaclage pseudoélastique « detwinning »[128].

- Déformée à  $50^\circ\text{C}$ , la structure austénitique, très instable, se transforme en martensite induite sous contrainte. L'hystérésis augmente avec la déformation. Les modules d'élasticité apparents mesurés en charge ou décharge, très voisins, diminuent avec la déformation totale (**figure 43.2a et b**). Cette diminution est attribuée à l'augmentation de la proportion de martensite transformée.
- A  $20^\circ\text{C}$ , la structure est entièrement martensitique. L'hystérésis et la diminution du module d'élasticité apparent de la martensite sont attribués, dans ce cas, à la réorientation des variantes de martensite.

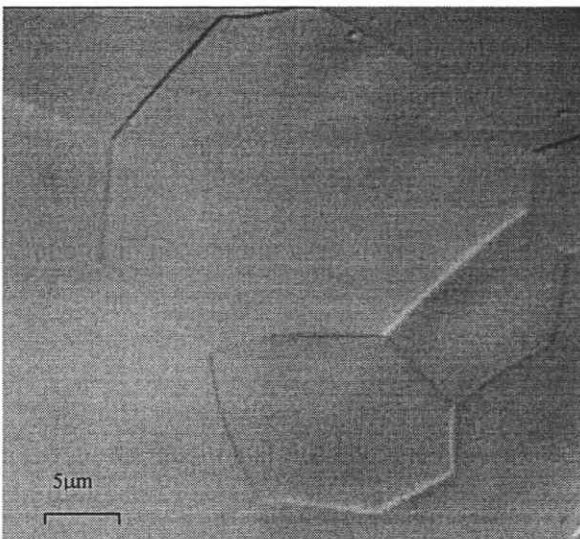
Les résultats regroupés dans la **figure 43.3** indiquent que, quelle que soit la structure initiale, le module d'élasticité apparent diminue lorsque la déformation augmente. Le module apparent de la martensite ( $E_{av}^M$ ) est plus faible que celui de l'austénite ( $E_{av}^A$ ).



**Figure 43.4** Influence de la déformation imposée sur la déformation recouvrable et sur la contrainte du plateau en décharge (NiTi 50,8% Ni déformé à froid de 40% et recuit à 375°C pendant 30min) [23]



**Figure 43.5** Alliage NiTi - Influence de la déformation imposée sur la déformation recouvrée pour différents taux de laminage à froid



**Figure 43.6** Structure monphasée bêta obtenue après mise en solution à 800°C et trempée à l'eau

Duerig et col. [128] ont étudié l'influence de la déformation imposée en traction sur la déformation recouvrable d'un fil en Ni -Ti avec 50,8% Ni.

L'alliage préalablement déformé à froid est recuit à 350°C pendant 30 min pour préserver sa capacité à produire de la martensite induite sous contrainte. La déformation recouvrable est égale à la déformation imposée jusqu'à 8 % , puis elle continue à croître plus lentement au delà de 8% (**figure 43.4**).

La contrainte du plateau correspondant à la transformation inverse martensite → austénite en décharge diminue lorsque la déformation imposée augmente. En conséquence, l'énergie stockée (assimilable à l'aire sous tendue par la courbe de décharge) n'augmente pas nécessairement avec la déformation imposée lorsque la déformation recouvrable augmente.

Ces auteurs ont montré pour l'alliage NiTi laminé à froid un comportement superélastique avec des déformations recouvrables qui augmentent avec la déformation imposée jusqu'à 4% (**figure 43.5**). L'écroûissage initial ne semble pas avoir d'effet sur la déformation recouvrable. Cette courbe contrainte-déformation est indépendante de la température.

Nous avons mis en évidence, au chapitre 4.1, que la déformation plastique par tréfilage du Bêta III faisait intervenir une transformation martensitique. Nous allons appliquer la même démarche au Bêta III.

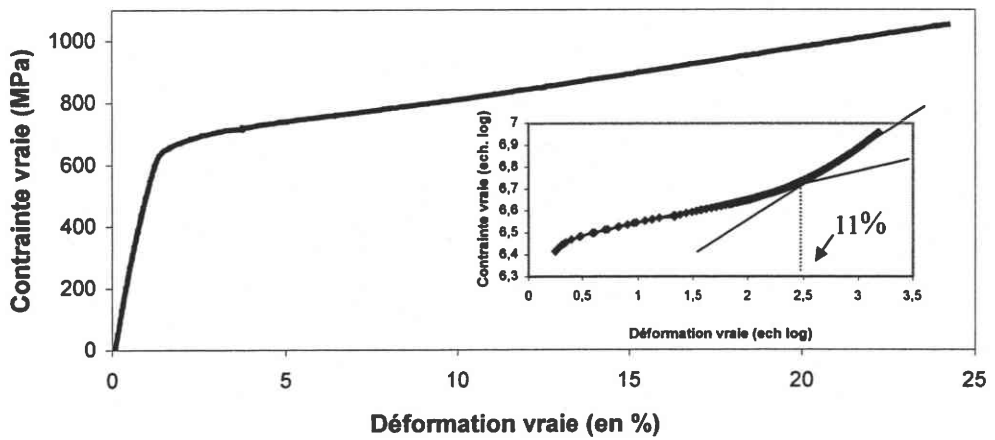
#### IV-32) Résultats expérimentaux

Dans le but d'obtenir une augmentation de la déformation recouvrable et une diminution du module apparent sécant, nous étudierons l'effet de la déformation sur un alliage  $\beta$  métastable susceptible de présenter une transformation martensitique  $\beta \rightarrow \alpha''$ . Pour cela, nous utiliserons des fils tréfilés, traités sous vide à 800°C et trempé qui offrent une bonne ductilité.

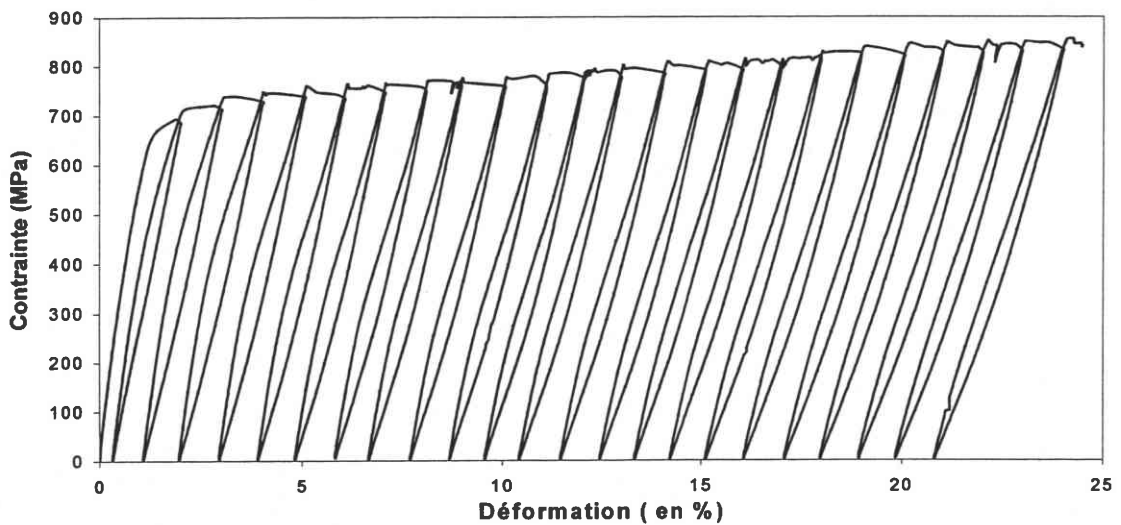
La structure obtenue est constituée de grains bêta recristallisés, équiaxes (taille moyenne de grain 22 microns) **figure 43.6**.

Des essais de traction sont menés jusqu'à rupture et sous forme de cycle charge-décharge avec des déformations imposées croissantes.

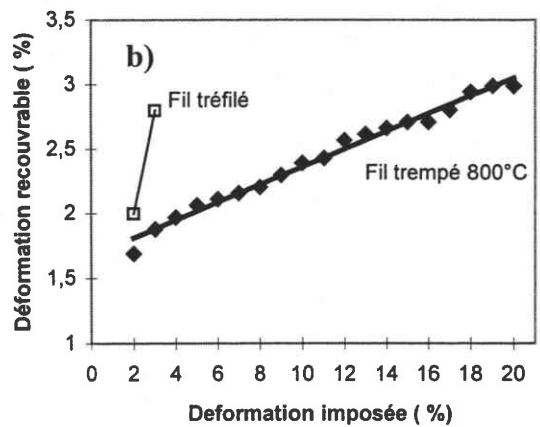
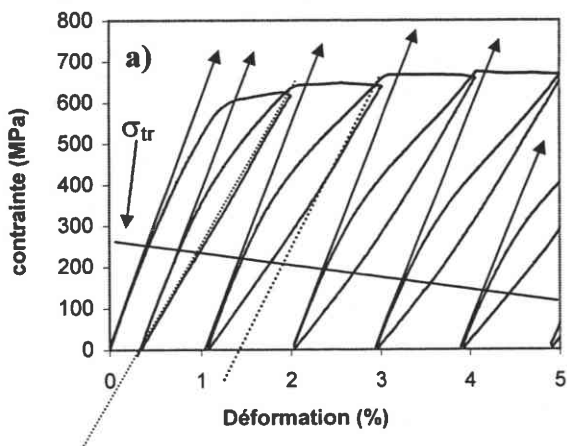
Nous vérifierons, par diffraction des RX, la présence de la phase martensitique. Nous suivrons par résistivité, la variation de la fraction volumique de la phase martensitique.



**Figure 43.7** Courbe rationnelle de traction – fil Bêta III 0,43×0,63 – trempé 800°C



**Figure 43.8** Cycles charge – décharge réalisés sur un fil 0,43×0,36 trempé à l'eau depuis 800°C



**Figure 43.9** a) contrainte nécessaire à l'initiation de la transformation martensitique en fonction de la déformation  
 b) déformation recouvrable en fonction de la déformation imposée

### IV-321) Influence de la déformation imposée

#### Essai à rupture

La courbe de traction rationnelle **figure 43.7** obtenue sur l'alliage de titane Bêta III trempé depuis 800°C présente, après le domaine élastique, un changement de pente peu marqué vers 11% et une faible consolidation jusqu'à la rupture. Cette rupture de pente, plus visible en échelle logarithmique, traduit vraisemblablement un changement des mécanismes de déformation.

La présence de martensite observée dans les échantillons tréfilés de Bêta III (chapitre 4.3), laisse présager qu'une transformation induite par la contrainte accompagne la déformation plastique de cet alliage, et pourrait rendre compte de la rupture de pente observée.

En effet, Duerig et col. [100] ont montré sur le Ti-10V-2Fe-3Al métastable **figure 3.17** la présence d'un « double yielding » attribué à une transformation de phases induite sous contrainte  $\beta \rightarrow \alpha$  correspondant au plateau, suivie d'une déformation plastique de la phase  $\beta$ . On retrouve le même effet dans un alliage Ti-11,5Mo et dans une moindre proportion sur Ti - 13 Mo [129].

Le changement de pente observé est nettement plus faible que celui observé par Duerig et on ne peut pas vraiment parler de palier. Nous montrerons par diffraction des RX, que la rupture de pente est bien associée à une transformation martensitique.

#### Cycles charge-décharge

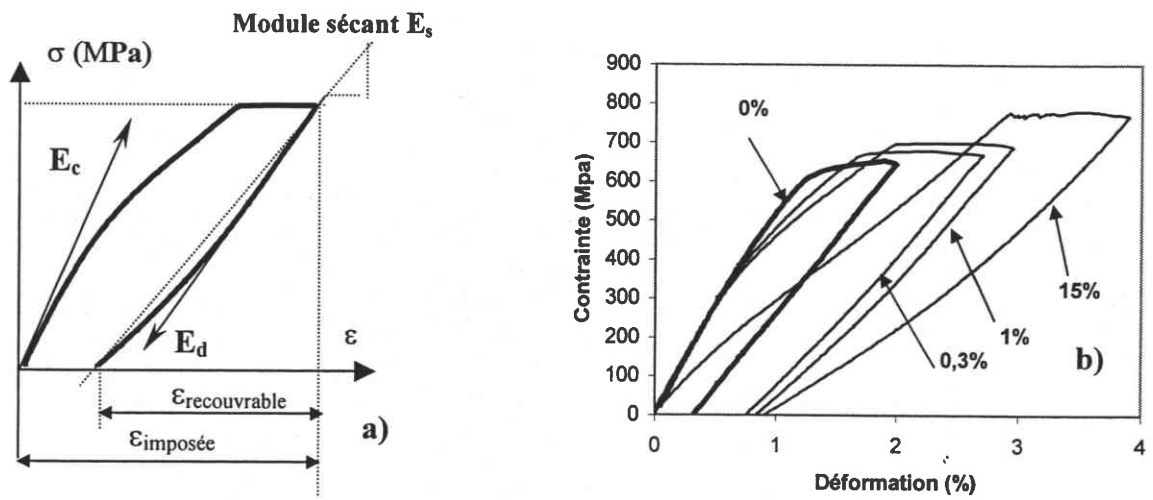
La courbe de traction avec les cycles charge – décharge jusqu'à rupture est représentée sur la **figure 43.8**.

La contrainte seuil  $\sigma_r$  correspondant à la rupture de pente, appelée « triggering stress » par Duerig, est définie par l'intersection des deux tangentes à la courbe (**figure 43.9a**). Elle diminue lorsque la déformation résiduelle totale  $\epsilon_r$  augmente. Le palier qui suit la rupture de pente correspond à la déformation plastique de la matrice  $\beta$ .

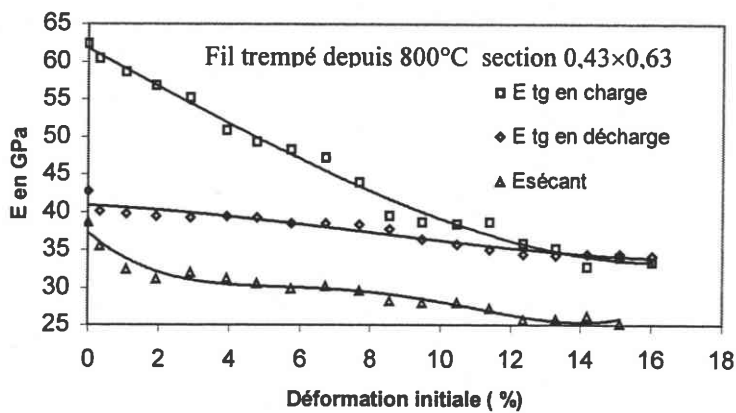
Cette transformation de phase, peu visible en charge, a cependant des effets importants sur la déformation recouvrable et le module apparent en charge et décharge.

La décharge, linéaire au premier cycle, non linéaire pour les cycles suivants, comprend à la fois une déformation élastique et la réversion partielle de la martensite  $\alpha' \rightarrow \beta$  formée au cours de la charge. Nous l'appellerons déformation recouvrable  $\epsilon_{rc}$ . Elle augmente linéairement avec la déformation imposée (**figure 43.9b**).

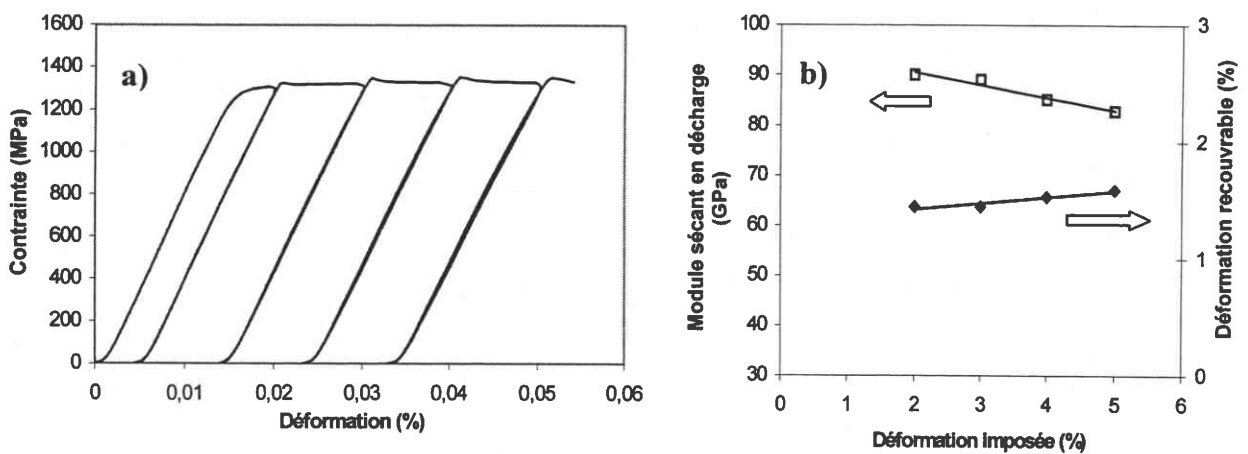
On définit **figure 43.10a** trois modules apparents d'élasticité correspondant à la tangente à l'origine de la courbe de chargement (noté  $E_c$ ), de déchargement ( $E_d$ ) ainsi qu'un module sécant moyen en décharge ( $E_s$ ).



**Figure 43.10** a) Modules apparents d'élasticité  $E_c$ ,  $E_d$ ,  $E_s$   
 b) Cycles charge – décharge pour différentes prédéformation



**Figure 43.11** Evolution du module apparent en fonction de la déformation initiale



**Figure 43.12** a) Cycles charge – décharge réalisés sur un fil vieilli à 500°C-1h,  
 b) Evolution de la déformation recouvrable et du module d'élasticité sécant en décharge en fonction de la déformation (section 0,43x0,63 mm)

Ces trois modules apparents diminuent lorsque la déformation résiduelle totale  $\varepsilon_{rt}$  augmente **figures 43.10b et 43.11**.

Le module  $E_c$  qui, au début de la déformation, correspond au module d'élasticité de l'alliage (62 GPa), diminue fortement pour tendre vers le module en décharge  $E_d$  (35 GPa) lorsque la déformation atteint 16%. La baisse de ce module suggère que la déformation contient une partie non élastique qui peut être attribuée soit à de la transformation martensitique, soit à de la réorientation de variantes de martensite créées précédemment. Le module en décharge contient une partie associée à la déformation élastique de la martensite et une autre partie qui concerne, comme au chargement, un mécanisme attribué à l'évolution de la martensite (transformation ou réorientation).

Au delà de 16%, l'évolution lente résulte d'une interaction plus forte de la martensite avec les dislocations provenant de la déformation plastique. L'effet peut consister en un durcissement de la matrice qui contrarie la formation de nouvelle martensite ou la mobilité des variantes déjà présentes.

Le module sécant apparent  $E_s$  suit une évolution semblable pour passer de 38 GPa à 25GPa. Il faut rappeler que ce module, que l'on cherche à diminuer, caractérise le mieux l'aptitude à restituer les forces nécessaires aux déplacements dentaires.

La ductilité de l'alliage limite l'effet de la déformation sur la baisse du module sécant apparent en décharge. Au-delà de 19 % de déformation résiduelle, c'est-à-dire 23 % de déformation totale, on atteint généralement la rupture.

Pour compléter cette étude, nous avons réalisé des essais identiques sur un fil préalablement vieilli à 500°C pendant 1 heure afin d'obtenir une précipitation de phase  $\alpha$  (**figures 43.12a et b**). La précipitation de phase alpha provoque un enrichissement de la phase bêta en élément bêtagène, augmente sa stabilité chimique et annule toute possibilité de transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

L'alliage se déforme de manière classique par plasticité des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . L'accroissement de la déformation résiduelle n'a pas d'effet significatif sur le module apparent d'élasticité et sur la déformation recouvrable.

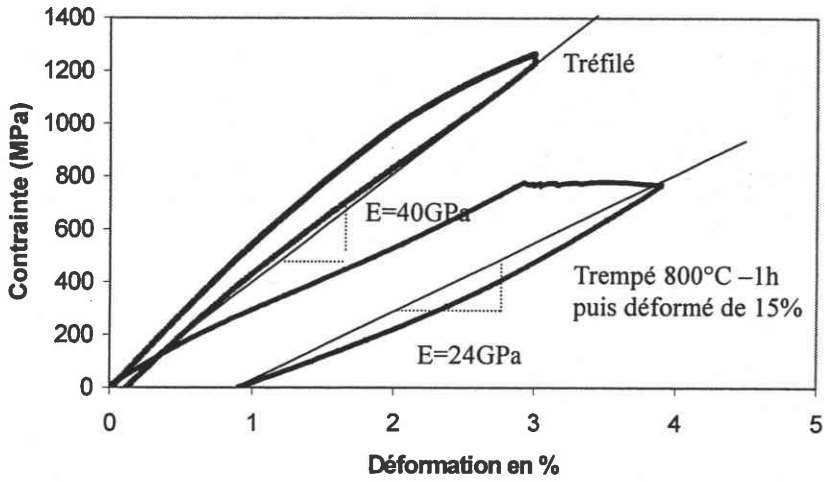


Figure 43.13

Comparaison des caractéristiques mécaniques en traction

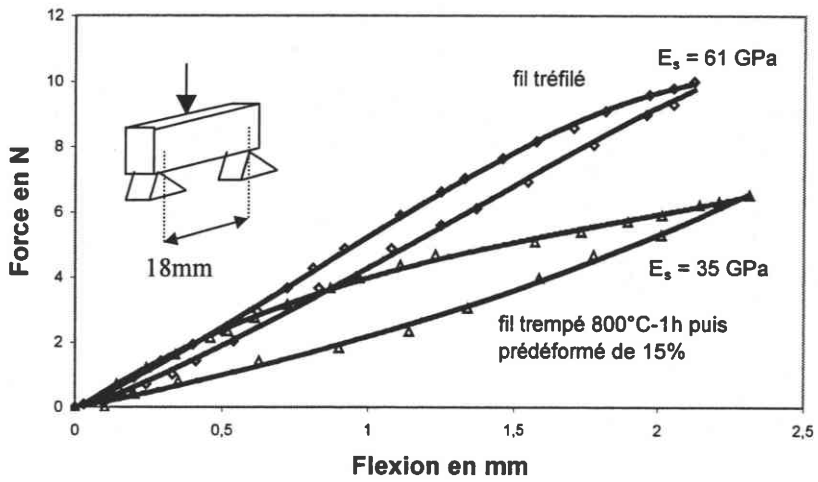


Figure 43.14

Comparaison des caractéristiques mécaniques en flexion 3 points



### IV-322) Comparaison avec l'état tréfilé

Nous allons maintenant comparer le fil tréfilé, tel qu'il est proposé actuellement aux orthodontistes à un fil trempé depuis 800°C-1h, déformé en traction de 15%, c'est-à-dire une déformation qui assure une baisse significative du module sécant, une déformation recouvrable importante, tout en conservant une ductilité suffisante pour une mise en forme ultérieure par pliage. Les figures 43.13 et 43.14 illustrent les différences de comportement en traction et flexion.

#### En traction

Le **module sécant** en décharge du fil trempé- déformé de 15% est de 24 GPa contre 40 GPa pour le fil tréfilé, soit une diminution de 40 %.

La **déformation recouvrable** maximum, sans déformation résiduelle, est légèrement supérieure à celle obtenue à partir du fil tréfilé soit 3% contre 2,8.

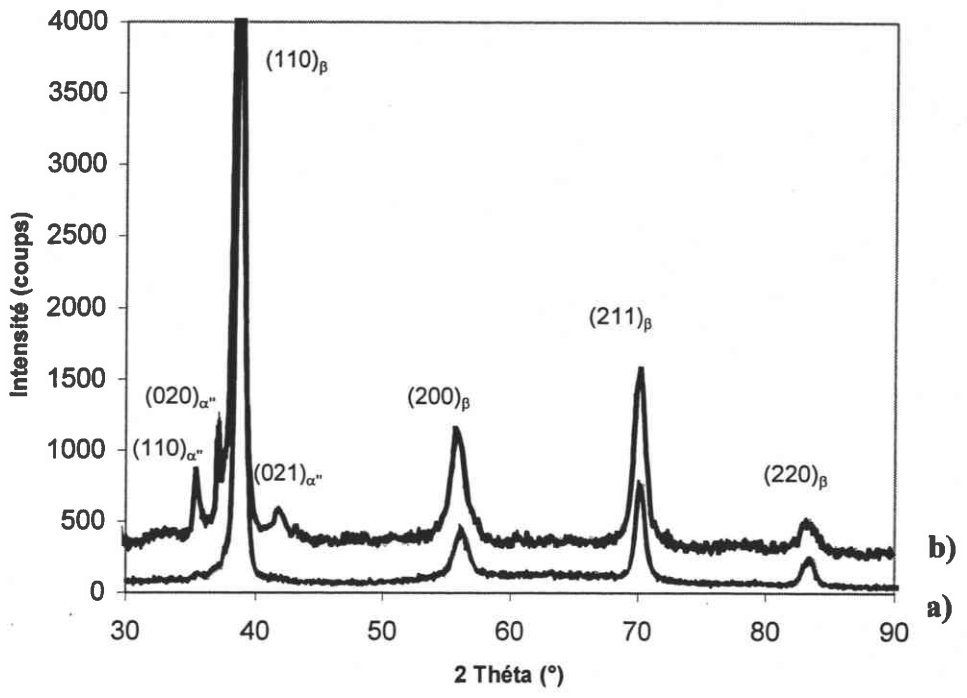
L'**énergie élastique**  $W_{el}$  emmagasinée par unité de volume lors de la déactivation est assimilée à l'aire sous la courbe de décharge contrainte – déformation. L'énergie stockée par unité de volume correspondantes aux courbes de décharge des cycles n° 1-9-18 pour l'état trempé (800°C-1H) sont indiquées **tableau 43.2**. La quantité d'énergie stockée par un fil préalablement déformé en traction de 15% est inférieure à celle d'un fil tréfilé.

Fil 0,43×0,63	Prédéformation en traction (%)	Déformation imposée (%)	*Déformation Recouvrable (%)	Energie stockée (J/cc)
Treppe 800°C-2h	0	2	1,7±0,10	5,75
	6,8	9	2,3±0,14	8,2
	15	19	3±0,17	10,8
Tréfilé	-	3	2,8±0,13	16,8

**Tableau 43.2** Energie stockée sous la courbe de décharge (\*moyenne pour 3 essais - IT pour une probabilité de 90%)

Cette diminution de l'énergie élastique stockée par unité de volume, associée à la baisse du module apparent ne peut être compensée que par une augmentation de la déformation recouvrable. Nous montrerons au chapitre IV-5 que cette déformation recouvrable peut encore être améliorée.

Pour un état prédéformé de 15% en traction « la réserve » de **ductilité** est de 7-8% ; ce qui correspond au double du TMA™ tréfilé. Pour ce dernier, Burstone, préconise « un travail à la pince prudent et progressif pour l'obtention de boucles, excluant tout rayon de courbure serré ».



**Figure 43.15**

Diffractogramme

a) trempé 800°C-1h

b) trempé 800°C-1h + traction 20%

### En flexion 3 points

Le test de flexion trois points confirme les résultats obtenus en traction. Les forces délivrées par le fil trempé puis déformé de 15% sont à la fois plus faibles et plus constantes. On obtient en décharge pour un déplacement compris entre 2mm et 0,5mm une variation de 4 N contre 7 pour le fil tréfilé. Le module d'élasticité sécant en décharge de 23Gpa est inférieur de pratiquement 45% par rapport à l'état de référence tréfilé (41 Gpa).

### **IV-323) Analyse des phases par diffraction des RX**

Le diffractogramme du fil trempé obtenu après des temps de comptage importants (50s/pas de  $0,025^\circ$ ) comporte 4 pics caractéristiques de la phase  $\beta$ . Sur les fils déformés de 20%, trois pics supplémentaires, de faible intensité permettent d'identifier sans ambiguïté la phase martensitique  $\alpha''$  :  $(110)_{\alpha''}$  ;  $(020)_{\alpha''}$  ;  $(021)_{\alpha''}$ . (**figure 43.15** ). Ces résultats sont en accord avec ceux de Oka [90] obtenus sur Ti-11Mo déformé à froid par laminage de 10%

Cette phase, mesurée à contrainte nulle, correspond à la martensite piégée par la déformation plastique. Pour savoir si la déformation recouvrable est due à de la réversion de la martensite ou à la réorientation, il faudrait effectuer une analyse quantitative des phases sur un état contraint et un état non contraint.

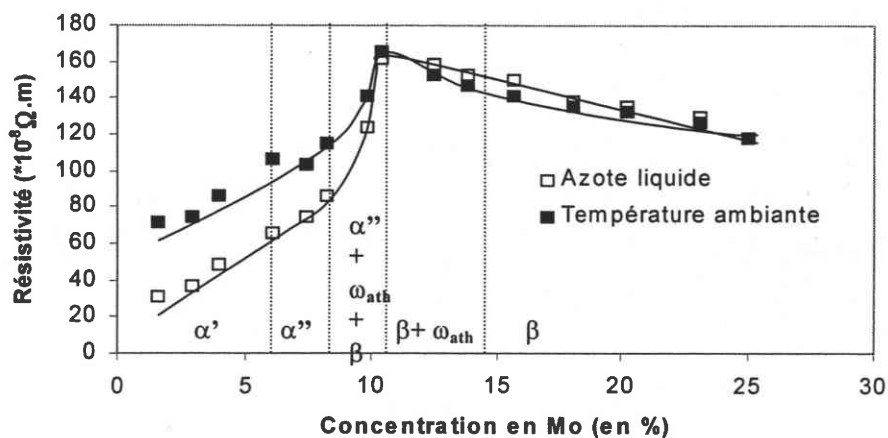
Aussi afin de mieux comprendre les mécanismes permettant d'accommoder la déformation macroscopique, nous avons réalisé des mesures de variation de résistivité sous contrainte.

### **IV-324) Evolution de la fraction de phase $\alpha''$ suivie par des mesures de résistivité au cours de d'essais de traction**

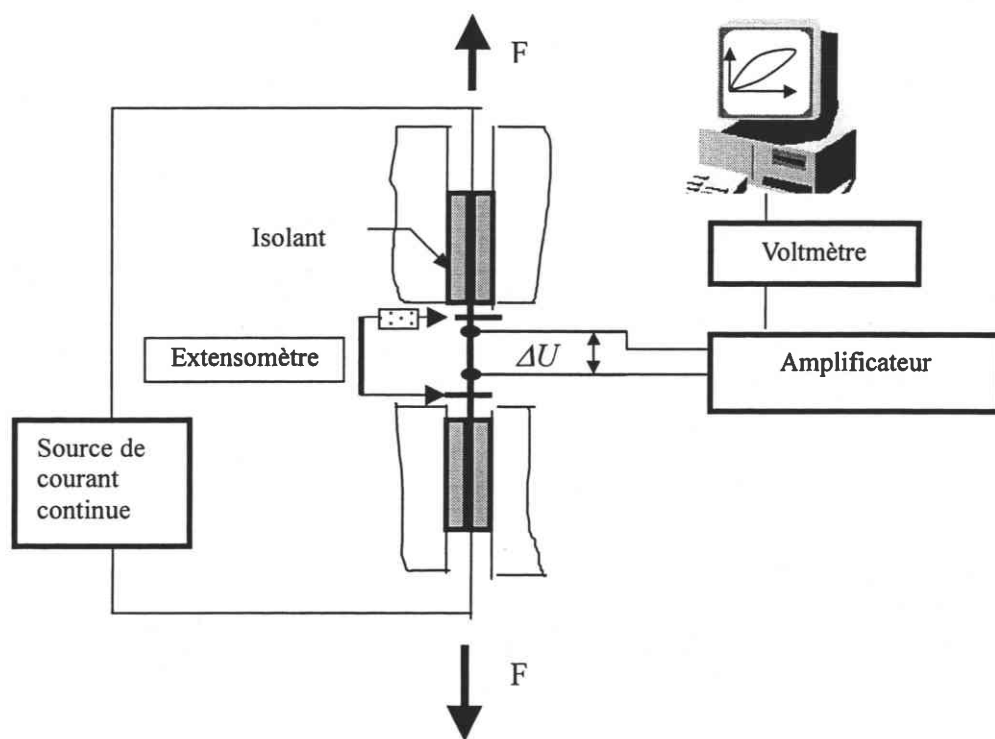
La diffraction des RX [128] mais surtout la résistivité électrique sont employées dans l'étude de la transformation martensitique pour leurs sensibilités aux changements de structures cristallines lors des transformations de phase. On utilise également les mesures de résistivité pour suivre le processus de réorientation des variants et de la stabilisation de la martensite.

Les essais sont généralement réalisés sur des NiTi et sur des alliages AMF à base cuivre [130][131]. Dans les alliages NiTi et à base cuivre, la résistivité de la phase martensitique est toujours supérieure à celle de l'austénite.

IKEDA et col.[132][133] ont étudié pour une série d'alliages bêta métastables Ti-Nb, Ti-Mo la dépendance de la résistivité avec la température en relation avec les phases  $\alpha''$  et  $\omega_{ath}$  formées après trempe à température ambiante et dans l'azote liquide.



**Figure 43.16** Variation de la résistivité pour deux température de trempe en fonction de la concentration en molybdène [133]



**Figure 43.17** Dispositif expérimental des mesures de RE couplées à l'essai de traction

La **figure 43.16** indique l'évolution de la résistivité en fonction de la concentration en Mo. Au-delà de la concentration critique de 10%-11%Mo nécessaire pour retenir la phase bêta à température ambiante, la disparition de la phase  $\alpha''$  s'accompagne d'une baisse de la résistivité.

Pour une composition en Mo supérieure à 11%Mo, la résistivité augmente lorsque la température du milieu de trempe diminue.

Cette « dépendance négative » de la résistivité avec l'augmentation de la température est due à la présence de phase  $\omega_{\text{ath}}$  et sera étudiée, sur le Bêta III, au chapitre IV-5.

A notre connaissance aucune étude n'a été réalisée pour suivre la formation de phase martensitique induite sous contrainte dans les alliages de Ti $_{\beta}$ . Nous avons réalisé des mesures de résistivité, à température ambiante, sur un fil trempé depuis 800°C (structure  $\beta$  + éventuellement  $\omega_{\text{ath}}$ ) déformé par une succession de cycles charge – décharge.

L'objectif de cette partie consiste à :

- identifier les modes de déformation, plasticité, transformation ou réorientation ;
- suivre l'évolution de la fraction de phase  $\alpha''$  formée en fonction de la déformation imposée.

#### IV-3241) Méthode expérimentale

La résistivité est déterminée par la méthode des quatre points **figure 43.17**. Les arrivées de courant sont fixées sur des feuilles de cuivre, isolées des mors, qui assurent le contact avec l'échantillon. L'intensité du courant est suffisamment faible pour ne pas échauffer le fil (0,3A).

La mesure de tension se fait à l'aide d'un voltmètre, par l'intermédiaire de 2 fils soudés par points sur l'éprouvette. Pour limiter les effets de la soudure sur la microstructure, les fils sont de faible diamètre. L'écartement entre les points de mesure est voisin de la distance entre les bras de l'extensomètre. Un des bras de l'extensomètre est en bakélite afin d'éviter une dérivation du courant. La variation de tension est exprimée à partir d'un état de référence correspondant à une déformation nulle.

$$\frac{\Delta U}{U_0} \text{ en } \% = \frac{U_{\varepsilon} - U_0}{U_0} \times 100$$

ou  $U_{\varepsilon}$  est la tension mesurée pour une déformation  $\varepsilon$

##### 1) Correction dans le domaine plastique.

Pendant la déformation, la longueur et la section du fil évoluent. Pour prendre en compte ces modifications de forme, nous négligerons la variation de volume au cours de la transformation austénite – martensite et celle correspondant à la plasticité.

La résistivité électrique est donnée par l'expression :

$$R = \rho \frac{l}{s} \quad (1)$$

avec  $\rho$  la résistivité électrique,  $l$  et  $s$  étant respectivement la longueur et la section du fil qui évoluent avec la déformation.

La variation relative totale de la résistance comprend celle due à la variation de résistivité et celle associée au changement de forme :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta l}{l} - \frac{\Delta s}{s} \quad (2)$$

Le volume  $v = l \times s$  étant constant  $\frac{\Delta v}{v} = 0 \Leftrightarrow \frac{\Delta l}{l} = -\frac{\Delta s}{s} = \varepsilon$

De plus si on effectue les mesures à courant constant la variation relative de résistance est identique à la variation de la tension aux bornes du fil :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta U}{U_0} - 2\varepsilon \quad (3)$$

## 2) Correction dans le domaine élastique

Dans le domaine élastique, il est nécessaire de prendre en compte la variation de volume et l'effet piezorésistif (loi de Bridgman) :

$$\left( \frac{\Delta \rho}{\rho} \right)_{Br} = C \frac{\Delta V}{V}$$

En traction uniaxiale :  $\frac{\Delta V}{V} = (1 - 2\nu)\varepsilon_{elast}$  (4)

où  $\varepsilon_{elast}$  est la déformation élastique dans la direction de traction et  $\nu$  le coefficient de Poisson.

Soit une contribution purement élastique :  $\left( \frac{\Delta \rho}{\rho} \right)_{elas} = \frac{\Delta R}{R} - (1 + 2\nu)\varepsilon_{elast}$ .

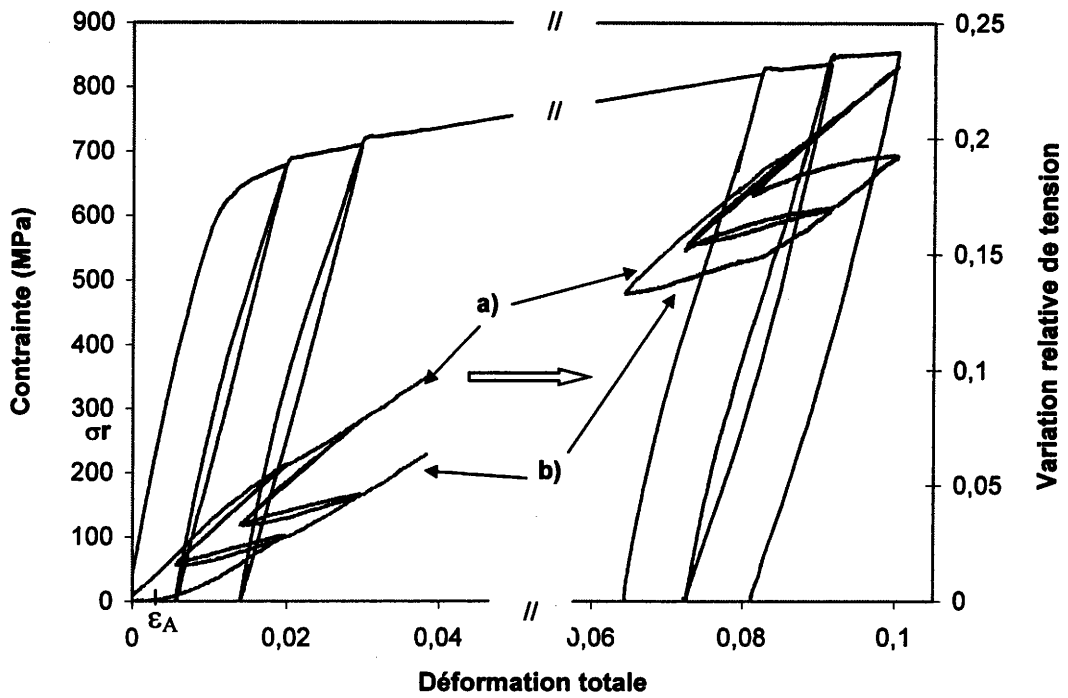
et une contribution due à l'effet piézoélectrique :  $\left( \frac{\Delta \rho}{\rho} \right)_{Br} = C(1 - 2\nu)\varepsilon_{elast}$

$$\text{finalement : } \frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta R}{R} - [(1 + 2\nu) + C(1 - 2\nu)]\varepsilon_{elast} \quad (5)$$

Pratiquement, on effectuera la correction due à la variation de volume élastique en utilisant la relation :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta U}{U} - p \frac{\sigma}{E_0} \quad (6)$$

où  $p$  est la pente à l'origine de la courbe brute  $\frac{\Delta U}{U_0} = f(\varepsilon)$ ,  $E_0$  le module d'élasticité de la phase  $\beta$  et  $\sigma$  la contrainte appliquée.



**Figure 43.18**

Courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  et variations relatives de tension

a) courbe brute

b) courbe corrigée de la variation de volume dans le domaine élastique et de l'effet piezorésistif

Dans le domaine élastique, et pour les contraintes faibles, le matériau ne change pas de phase et

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = 0 \text{ On retrouve alors l'expression utilisée pour les jauges de déformation}$$

$$\frac{\Delta U}{U} = [(1 + 2\nu) + C(1 - 2\nu)] \varepsilon_{elast} = K \varepsilon_{elast}$$

K est le facteur de jauge et prend des valeurs comprises entre 0,5 (manganin) et 3,5 (élinvar), il peut être négatif (-11 pour le nickel, jusqu'à une certaine déformation, puis voisin de 2).

Expérimentalement, cette pente vaut 3,1 et prend en compte tous les effets associés au domaine élastique. Si on ne considère pas l'effet piézorésistif,  $C = 0$ , ce coefficient aurait pour valeur  $1 + 2\nu$ , soit environ 1,7 pour le titane Bêta III ( $\nu = 0,36$ ).

### 3) Correction due à l'élévation de température

Nous avons vérifié, à l'aide d'un thermocouple soudé sur le fil, que la variation de température lors d'un essai à une vitesse de déformation de  $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  est inférieure à  $1^\circ\text{C}$ .

Nous montrerons par la suite que la variation de résistivité pour un fil trempé, est d'environ 18% pour une élévation de température de  $580^\circ\text{C}$  soit 0,03% pour une élévation de  $1^\circ\text{C}$ .

Pour cette vitesse de déformation, nous négligerons l'effet de l'élévation de température au cours de la déformation.

Nous appliquerons la correction élastique à tout le domaine et la correction plastique uniquement au delà du domaine élastique du premier chargement.

### **IV-3242) Variation de résistivité électrique lors des essais de traction**

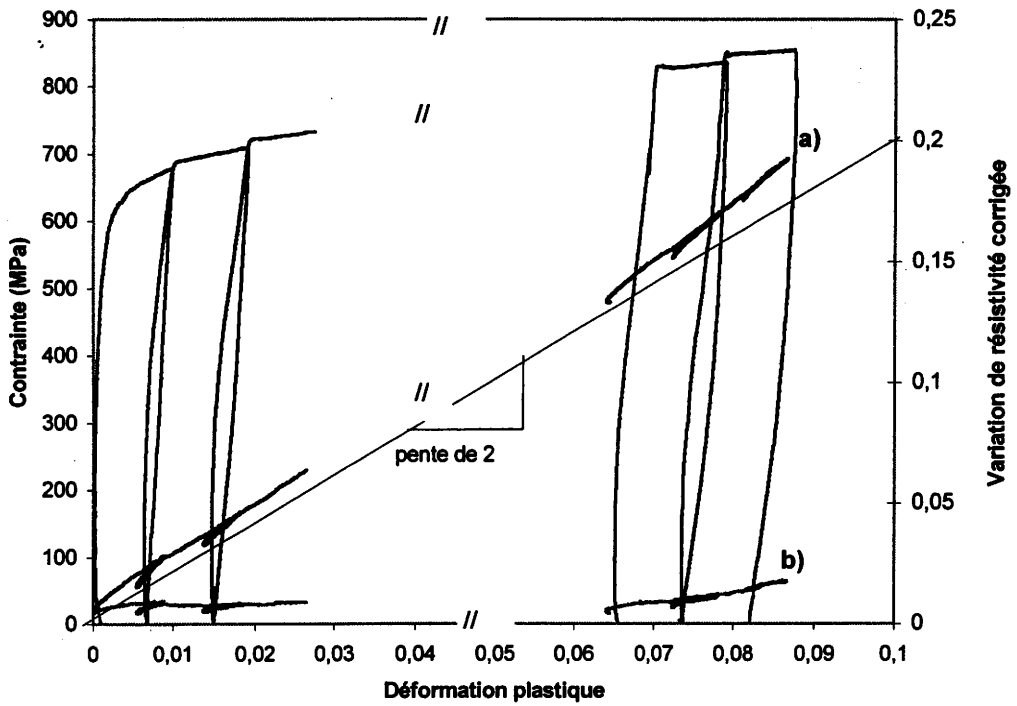
Les courbes contrainte et variations relatives de la tension brute (courbe a) et corrigée de la déformation élastique (courbe b) en fonction de la déformation totale sont représentées sur la **figure 43.18** pour des déformations comprises entre 0 et 4% et pour des déformations imposées plus importantes de 9 à 10%.

La perturbation apportée par la soudure par point des fils destinés aux mesures de la tension limitent la déformation maximum à 12% en provoquant une rupture prématurée.

Afin d'éviter de prendre en compte ces perturbations liées notamment à la striction, les mesures seront limitées à 10% de déformation imposée.

Pour des déformations inférieures à 0,5%, la déformation est purement élastique et la variation de tension corrigée est nulle ( $0 - \varepsilon_A$ ). Pour les boucles suivantes, cet effet diminue





**Figure 43.19**

Variation de résistivité corrigée a) de la déformation élastique

b) puis de la déformation plastique

en fonction de la déformation plastique

rapidement. On peut alors considérer que la formation de martensite ou la réorientation des variantes se produit dès le début du chargement.

Pour pouvoir effectuer la correction plastique, nous représenterons la variation de tension en fonction de la déformation plastique. La variation de tension corrigée de la déformation élastique présente une pente moyenne légèrement supérieure à 2, (**figure 43.19 courbe a**).

Une pente égale à 2 est caractéristique d'une déformation à volume constant.

Appliquons maintenant la correction plastique, ce qui revient à soustraire, à la déformation totale, deux fois la déformation plastique  $\varepsilon_{plast} = \varepsilon_t - \frac{\sigma}{E_0}$

La **figure 43.19 courbe b**) représente après correction élastique et plastique, l'évolution de la résistivité au cours de la déformation plastique. Cette variation ne contient plus qu'un effet attribuable à une transformation de phase, une réorientation des variantes de martensite dans le sens de la contrainte et éventuellement une variation due à l'introduction de défauts liées à la déformation plastique.

En effet, la résistivité des deux phases est différente et l'on peut attribuer cette variation à l'évolution de la fraction volumique de la martensite. Si l'on admet que la résistivité de la martensite est anisotrope, ce qui est vraisemblablement le cas puisque sa structure n'est pas cubique, la variation peut également être le résultat d'une réorientation des variantes de la martensite piégée.

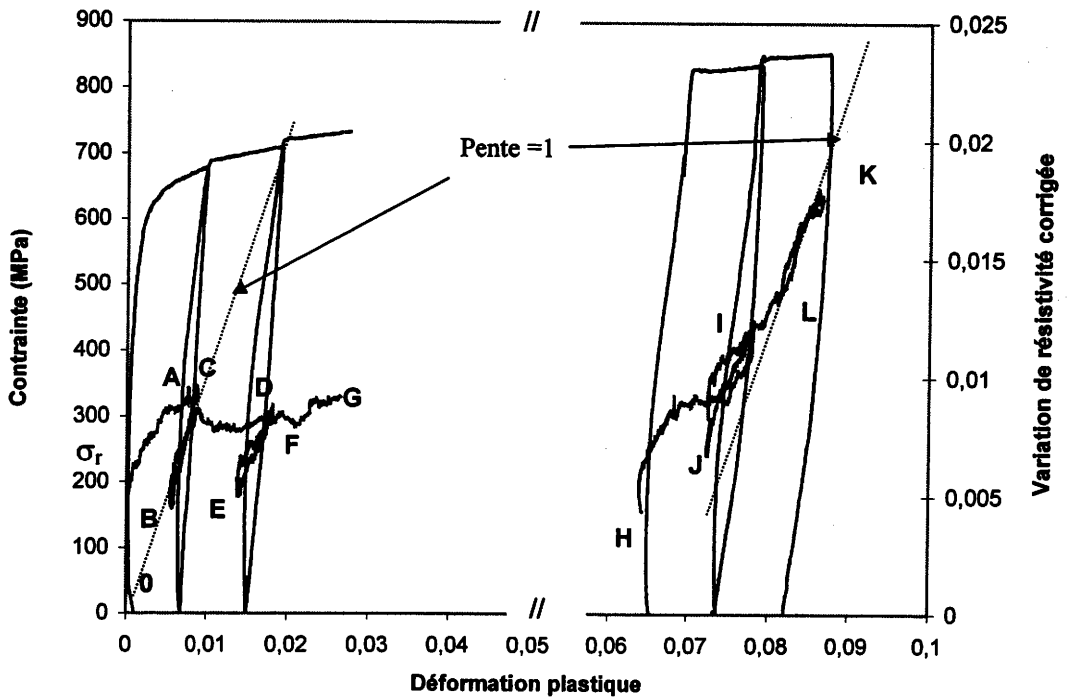
Après correction, la variation de résistivité n'est plus que de 2,5%.

La **figure 43.20** reprend en détail les variations de résistivité pour chaque cycle charge-décharge.

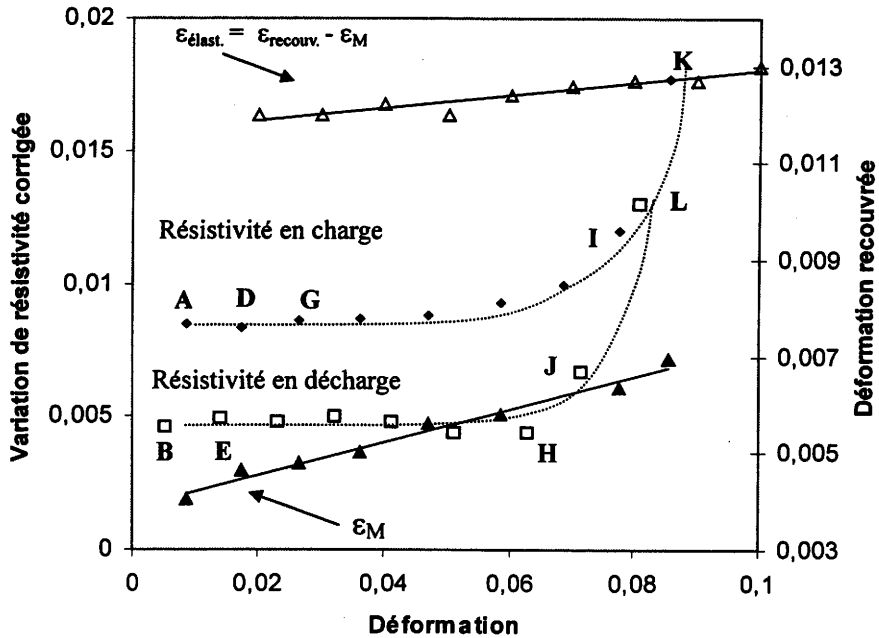
#### Variation de résistivité pour les premier cycles.

Au delà de  $\sigma_{tr}$ , la courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  s'infléchit et correspond à la mise en place progressive d'une déformation plastique par mouvement de dislocations et à une déformation par transformation martensitique  $\beta \rightarrow \alpha''$  jusqu'à  $\varepsilon_A$ . Dans le même temps, la résistivité augmente progressivement (trajet OA). Le trajet de A à B correspond au déchargement. La variation de résistivité au cours du déchargement est le résultat d'une diminution de la fraction volumique de la martensite et éventuellement d'une réorientation.

Après déchargement (point B), il subsiste une résistivité résiduelle qui traduit la présence de martensite piégée. Le rechargement suivant se fait sans hystérésis (BC) et la variation de résistivité est identique à la décharge précédente (AB).



**Figure 43.20** Variation de résistivité corrigée de la déformation élastique et plastique en fonction de la déformation plastique



**Figure 43.21** Influence de la déformation sur la variation de résistivité corrigée de la déformation (élastique + plastique) et sur la déformation recouvrée ( $\epsilon_M$  : déformation recouvrée due à la martensite,  $\epsilon_{\text{élast}}$  : déformation élastique,  $\epsilon_{\text{recouv}}$  : déformation recouvrable totale).

Ceci indique que la quantité de martensite mis en jeu, dans une boucle déchargement – chargement, n'évolue pas. Il n'y a pas de différence significative avec toutes les boucles suivantes.

A partir des points C, F... qui correspondent au début de la déformation plastique, la résistivité reste constante jusqu'à 7% environ. L'augmentation de la densité de dislocations au cours de la déformation plastique provoque généralement une très faible augmentation de la résistivité. Par conséquent on peut considérer que l'on est en présence essentiellement de déformation plastique.

Jusqu'à 6%, la variation de résistivité résiduelle après décharge est sensiblement identique (B, E,..., H) et signifie que la quantité de martensite piégée n'évolue pas.

La résistivité permet de distinguer la déformation plastique par dislocations de la plasticité de transformation.

#### Variation de résistivité pour les derniers cycles

Au delà de 6% de déformation plastique la résistivité augmente à nouveau (GH) traduisant le fait que l'on reforme de la martensite lorsque la contrainte atteint le seuil de plasticité.

En décharge (IJ et KL), la diminution de résistivité est comparable aux premiers cycles. La pente, légèrement inférieure à 1, est identique à celle observée lors des premiers déchargements.

La variation de résistivité résiduelle après décharge augmente également (HJK).

#### Participation de la réorientation à la déformation recouvrable

La fraction volumique de martensite évolue peu de 0 à 6%, alors que la déformation recouvrable augmente. La participation de la martensite à la déformation recouvrable, différence entre la résistivité en charge et en décharge, évolue peu en fonction de la déformation **figure 43.21**. Cependant, dans le même temps, l'amplitude de la déformation recouvrable due à la martensite augmente.

Cette augmentation ne peut être attribuée qu'à la réorientation des variantes de martensite dont la contribution est croissante avec la déformation.

La déformation recouvrable est la somme d'une contribution élastique qui évolue peu pendant la déformation plastique (la contrainte varie de 18%) et d'une contribution de transformation qui, elle, augmente avec cette même déformation (de 75%). Ceci a pour conséquence une diminution du module sécant en décharge au fur et à mesure que la déformation augmente.

#### En résumé :

La fraction volumique de martensite qui participe à la déformation recouvrable se stabilise dès le début de la déformation plastique (environ 2%) pour augmenter ensuite au delà de 6% de déformation plastique.

La résistivité permet de suivre l'évolution de la formation de martensite et de sa réorientation, sans pouvoir les discerner directement. Comme la résistivité et l'anisotropie de la martensite  $\alpha''$  ne sont pas connues, il n'est pas possible d'estimer la quantité de martensite formée ou réorientée. En observant en même temps la déformation recouvrable, on a pu cependant, séparer les deux effets.

Pour accentuer ces effets il faut former plus de martensite dans les tous premiers stades de la déformation ce qui revient à rendre la phase mère plus instable mécaniquement. De même, la réorientation sera plus efficace si elle se produit dans une matrice qui contient peu de dislocations.

#### IV-33) Conclusion

La microstructure  $\beta_m$  obtenue par trempe rapide depuis le domaine monophasé  $\beta$  permet d'obtenir lors d'une déformation en traction un comportement pseudoélastique fondé sur une transformation de phase martensitique induite sous contrainte .

Cette transformation, réversible après décharge, est fortement influencée par la déformation imposée. Peu marquée comparativement à l'alliage Ti-10V2Fe-3Al , elle permet néanmoins lorsque la déformation imposée augmente de modifier de manière très significative les propriétés dans le sens souhaité. Ainsi pour un fil déformé de 15% on observe par rapport à un fil tréfilé :

- une baisse de 40% du module d'élasticité sécant en décharge
- une déformation recouvrable, identique, de 3%.
- une réserve de ductilité pour la formation de boucles, de 7 - 8%, alors qu'elle est seulement de 3-4% pour le fil tréfilé.
- des forces restituées par le fil fléchi plus faibles et plus constantes.

L'analyse par diffraction des RX confirme la présence d'une faible quantité de phase  $\alpha''$  lorsque les fils ont été déformés de 20%.

Les mesures de la variation de résistivité sous contrainte n'ont pas pu être menées jusqu'à des déformations aussi importantes et sont limitées à 10% d'allongement.

Les variations relatives de résistivité après correction des effets de la déformation plastique et élastique permettent d'attribuer l'augmentation de la déformation recouvrable et la diminution du module sécant en décharge à la formation de martensite et à sa réorientation.

A faible déformation plastique, la fraction volumique de martensite formée n'évolue pas. L'évolution du module sécant en décharge et de la déformation recouvrable est due à la réorientation des variantes au sein d'une matrice qui se plastifie progressivement.

Pour des déformations proches de 8-10%, la fraction volumique de martensite augmente en charge comme en décharge, mais celle qui conduit à une déformation recouvrable reste inchangée.

Ces observations suggèrent que les tractions appliquées au matériau engendrent des variantes orientées et fortement sélectionnées permettant l'accommodation des déformations macroscopiques imposées.

L'étude a été réalisée en traction mais les fils sont obtenus par tréfilage : une étude en fonction du taux de réduction serait nécessaire pour optimiser le process.

Les résultats montrent que l'instabilité mécanique obtenue à partir d'un état bêta trempé au dessus du transus bêta permet de diminuer le module sécant en ajoutant à la déformation élastique une participation provenant de la phase martensitique.

Nous chercherons maintenant à optimiser cette microstructure pour la rendre plus instable mécaniquement en agissant sur la taille de grain.

## **Chapitre IV-4 - ETUDE DE LA CROISSANCE DE GRAIN - OPTIMISATION DE LA MICROSTRUCTURE**

IV-41) Introduction

IV-42) Recristallisation et croissance du grain bêta après déformation à froid

IV-43) Méthodes expérimentales

IV-431) Etude de la croissance du grain par plan d'expérience

IV-432) Préparation des échantillons et mesure de la taille moyenne de grains

IV-44) Croissance du grain recristallisé dans le domaine bêta

IV-441) Résultats du plan d'expérience – Distribution des tailles de grains

IV-442) Effets des paramètres et interactions entre paramètres - Modélisation

IV-443) Constantes de croissance du grain recristallisé en condition isotherme

IV-444) Tailles de grains dans les fils

IV-45) Conclusion

## IV-4) ETUDE DE LA CROISSANCE DE GRAINS - OPTIMISATION DE LA MICROSTRUCTURE

### IV-41) Introduction

Les mécanismes de déformation du titane Bêta III sont, en plus du glissement plastique, le maclage de type  $\{332\}\langle 113 \rangle$  accompagné ou non d'une transformation de phase induite sous contrainte  $\alpha''$ .

#### Taille de grains et maclage

Dans certains alliages se déformant par maclage, tels que les alliages de zinc [134], il existe une relation entre la taille des grains et la fraction volumique maclée au sein des grains. En dessous d'une taille critique de grains, le maclage n'est plus observé.

Nous avons montré sur l'alliage de titane bêta Ti-20V [135], dont le mode de déformation principale est le maclage, qu'il est possible d'augmenter la fraction volumique maclée, en augmentant la taille de grain.

Ramesh et Ankem[136] [137] ont étudié dans un alliage TI-14,8V l'influence de la taille de grains sur la formation de macles induites par la contrainte et sont arrivés aux mêmes conclusions..

#### Taille de grains et transformation de phase.

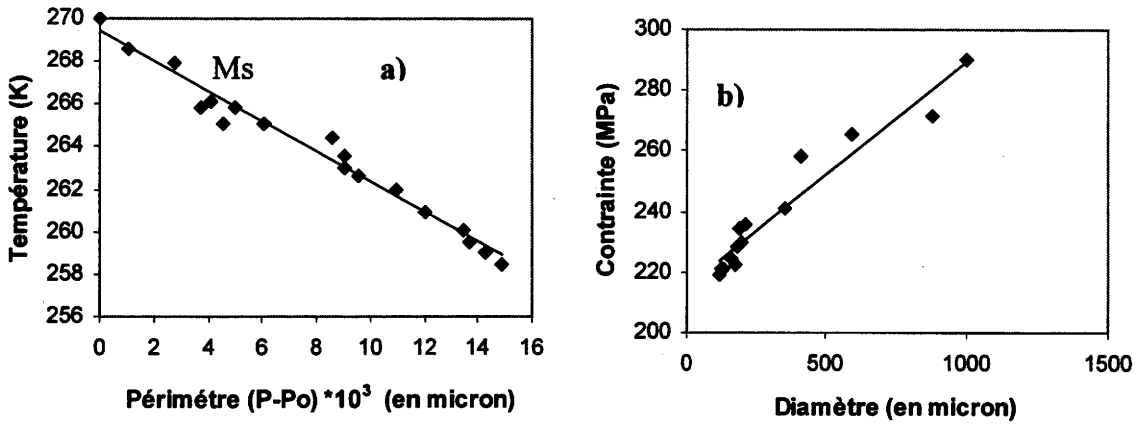
Grosdidier et col[102] ont mis en évidence l'influence de la taille de grain bêta de l'alliage de titane bêta CEZ sur la formation de martensite induite sous contrainte lors d'un essai de traction (figure 3.18).

Deux traitements thermiques réalisés à 920°C (au dessus du transus) ont été réalisés pendant 15 et 60 minutes et conduisent à des tailles moyennes de grains respectivement de 130 et 220 microns. L'échantillon mis en solution à 920°C pendant 15 min suivi d'une trempe à l'eau présente une courbe contrainte-déformation « classique », alors que celle de l'échantillons mis en solution pendant une durée de 60 minutes et comportant de gros grains présente un « double yielding » associé à la transformation martensitique.

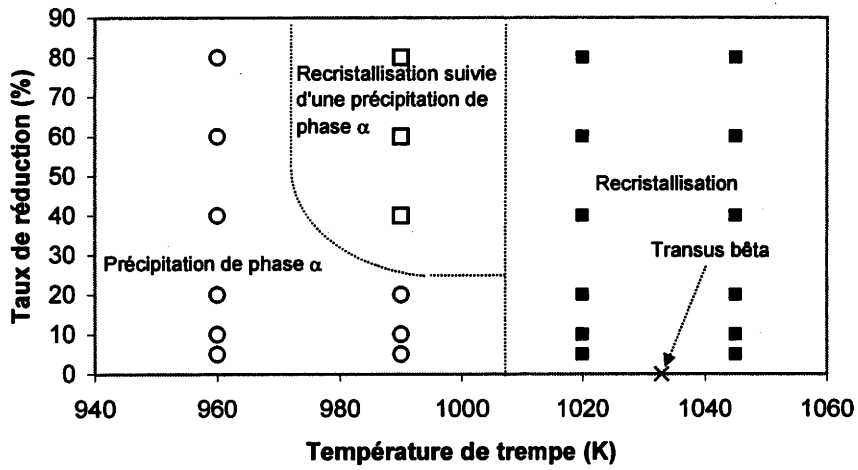
Kajiwara[138] montre sur des alliages Fe-Ni que la température de début de transformation martensitique est d'autant plus faible que la taille de grains est petite. Cette diminution de  $M_s$  consécutive à la diminution de la taille de grain rend également la formation de martensite induite sous contrainte plus difficile. Des niveaux de contrainte plus élevés seraient nécessaires pour obtenir une force motrice suffisante pour autoriser la transformation martensitique.

Ces résultats sont en contradiction avec ceux de Gil et col[139] et ceux de Mur[140]. D'après Gil, la température de début de transformation martensitique sur un alliage NiTi AMF est d'autant plus





**Figure 44.1** Influence de la taille de grain sur a) la température Ms et b) la contrainte pour initier la transformation martensitique dans un alliage NiTi AMF [139]



**Figure 44.2** Diagramme température – déformation indiquant les régions où se produisent une transformation de phase et/ou une recristallisation pour l'alliage Bêta III [141]

élevée que la taille de grains est faible (**figure 44.1a**) . Lors de la déformation les interactions entre les variantes de martensite et les joints de grains produisent localement une augmentation de l'énergie élastique qui facilite la nucléation de nouveaux platelets. Les auteurs ont étudié l'effet de la taille de grains sur la contrainte nécessaire (appelée « trigerring stress » ou contrainte seuil) pour initier la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ .

Celle ci est d'autant plus élevée que la taille de grains est importante et donc que la température  $M_s$  décroît (**figure 44.1b**).

Compte tenu de ces observations, l'étude de la croissance du grain dans le domaine bêta est devenu un aspect incontournable de notre étude afin de mettre en évidence l'influence de la taille de grains sur le comportement pseudoélastique de l'alliage.

Cet aspect n'a pas, à notre connaissance, fait l'objet d'une étude dans les alliages Ti $\beta$ .

#### IV-42) Recristallisation et croissance du grain bêta après déformation à froid

##### Généralités

La recristallisation est définie par l'apparition de nouveaux grains sans défaut, à partir de germes provenant d'une matrice écrouie. Parmi tous les paramètres qui entrent en jeu dans la recristallisation d'un même alliage on rencontre principalement la déformation et la taille de grain initiale, la température et le temps de recuit.

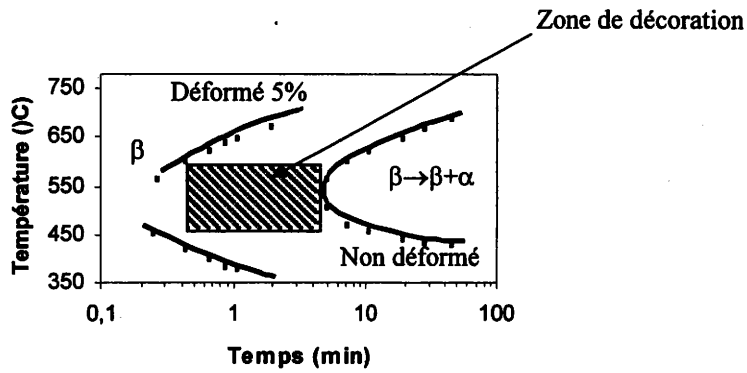
Il existe une déformation minimum critique pour initier la recristallisation. Elle correspond à la densité minimale de défauts nécessaire à la formation des germes de la recristallisation. Si le taux de déformation critique est à peine dépassé, seuls quelques grains se développent. La taille de grains est alors importante. Au contraire, pour des déformations importantes le nombre de sites augmente, la taille des grains peut être inférieure à la taille initiale avant déformation. Plus la déformation est faible, plus la température de recuit devra être élevée ou le temps de maintien important.

##### Recristallisation de l'alliage Bêta III

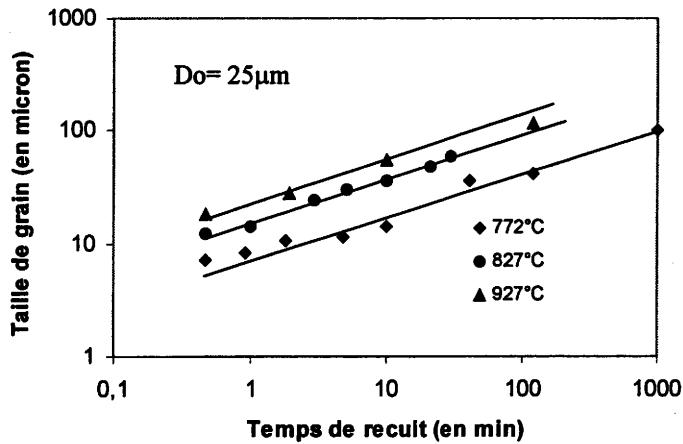
Rath et col [141] ont étudié la recristallisation de l'alliage Bêta III, pour des taux de laminage de 20 à 80%. Les recuits isothermes entre 990 K et 1200 K sont suivis d'une trempe à l'eau.

Suivant le taux de déformation et la température de recuit on distingue trois zones **figure 44.2**.

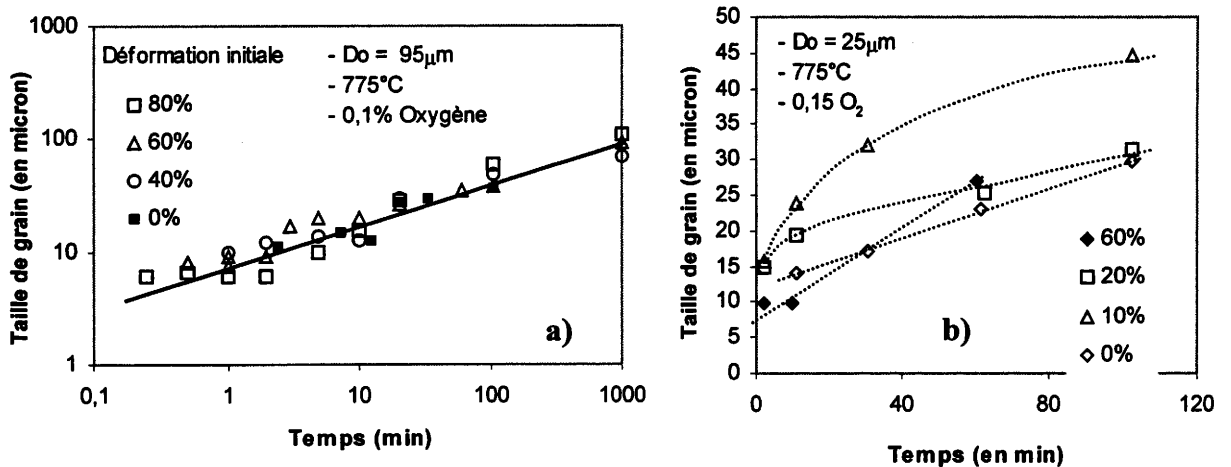
- à 1020K (747°C) au voisinage du transus bêta (750-760°C), la recristallisation est indépendante du taux de déformation ;
- à 990 K (717°C) une déformation de 40% est nécessaire pour obtenir une recristallisation. Cette recristallisation est suivie de la précipitation de la phase alpha ;



**Figure 44.3** Diagramme TTT du Bêta III – Influence de la déformation (5%) sur la cinétique de précipitation de la phase  $\alpha$  [142]



**Figure 44.4** Effet du temps de maintien isotherme sur la croissance du grain bêta pour différentes température de recuit [143]



**Figure 44.5** Croissance du grain bêta de l'alliage Bêta III pour différentes déformations initiales pour une taille initiale de a) 95 microns et b) 14 microns [143]

- pour des déformations inférieures à 40%, ou pour des températures plus basses, la phase  $\alpha$  précipite sans recristallisation de la phase  $\beta$ .

Pour distinguer plus facilement les zones non recristallisées, des zones déjà recristallisée Froes et col.[142] utilisent un traitement dit « de décoration », fondée sur la différence de cinétique de précipitation de la phase  $\alpha$  entre un état déformé et non déformé.

Le diagramme TTT **figure 44.3** illustre les différences de temps d'incubation nécessaires à la précipitation de la phase alpha pour un état non déformé et un état déformé de 5%. Un traitement à 500°C pendant 2 minutes, réalisé sur un échantillon partiellement recristallisé, permet d'obtenir une précipitation de phase alpha dans les zone encore écrouies. Cette « décoration » facilite la détermination des zones recristallisées obtenues lors des différents traitement thermiques.

### Croissance du grain du titane Bêta III

Froes et col. [143] ont étudié après recristallisation, la croissance du grain dans le domaine bêta de l'alliage Bêta III en fonction de différents paramètres : écrouissage à froid, température et temps de recuit, taille de grain initiale et composition en oxygène.

La croissance du grain recristallisé après déformation de 20% et 80%, en fonction du temps de maintien isotherme pour différentes températures de recuit, **figure 44.4** est bien décrite par une loi empirique :

$$D = kt^n \quad \text{où } D \text{ est le diamètre moyen du grain, } t \text{ le temps de recuit, } n \text{ et } k \text{ des constantes indépendantes du temps.}$$

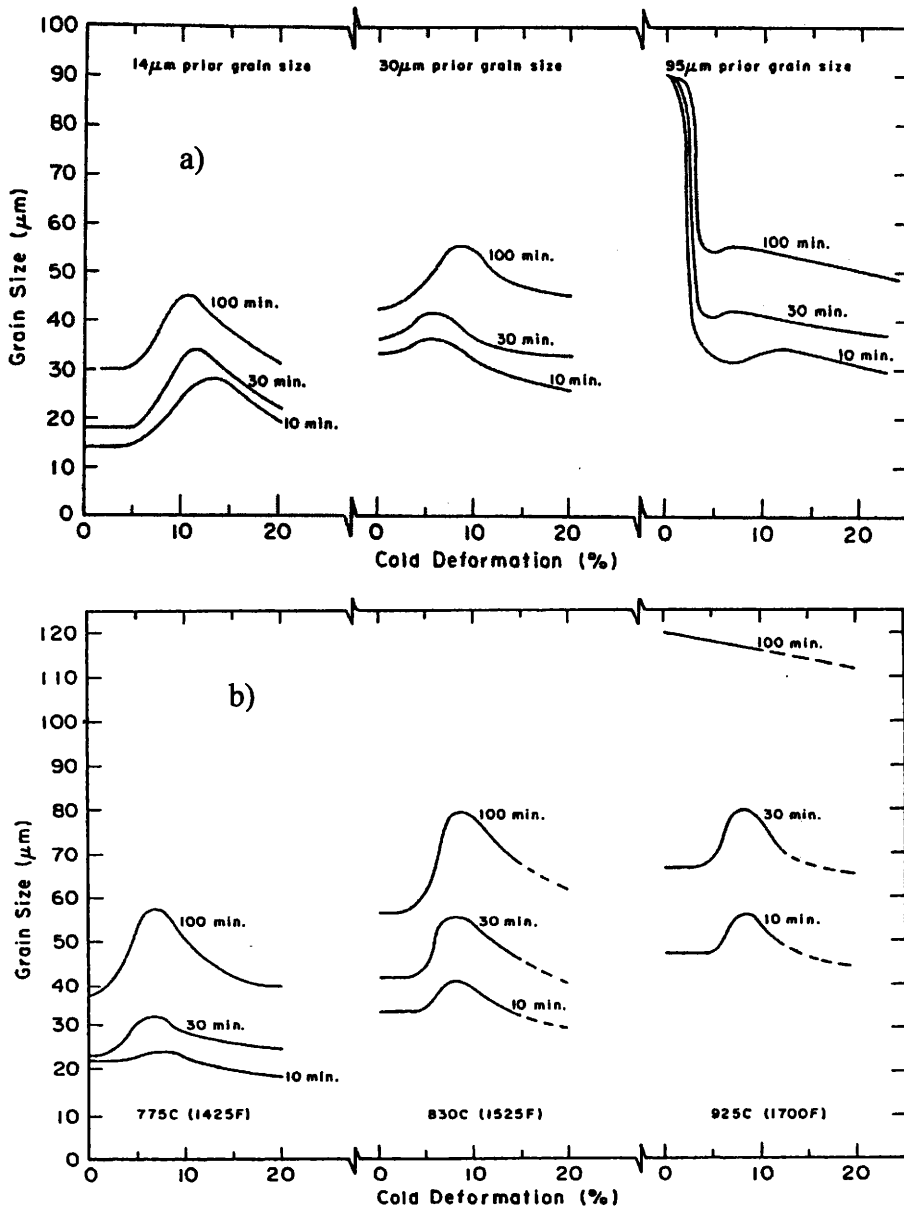
Pour une température de recuit légèrement supérieure à  $T_\beta$ , la taille de grains est de 6  $\mu\text{m}$ , bien inférieure à la taille de grains initiale de 25  $\mu\text{m}$ . A 925°C, la croissance du grain est importante et atteint 100  $\mu\text{m}$  après 100 min.

L'effet de la déformation initiale sur la croissance du grain recristallisé en fonction de temps est indiquée **figure 44.5 a et b**.

Pour une taille de grain initiale importante de 95  $\mu\text{m}$  et une température de recristallisation de 775 °C **figure 44.5a**, la déformation initiale n'a pas d'influence sur la taille de grains recristallisés. La possibilité de croissance du grain est donc limitée à la taille initiale du grain.

Pour une taille de grain initiale de 14  $\mu\text{m}$  **figure 44.5b** on observe ::

- une croissance du grain pour un échantillon non déformé ;
- une croissance du grain plus importante à 10% de déformation, due à la proximité de l'écrouissage critique ;
- une taille du grain légèrement inférieure à la taille initiale pour 60% de déformation.



**Figure 44.6**

Croissance du grain au voisinage de l'écroutissage critique [143]

a) pour différentes tailles de grain

b) à différentes températures

### Croissance du grain au voisinage de l'écroutissage critique

La taille de grain initiale joue un rôle sur la croissance du grain au voisinage de l'écroutissage critique compris entre 5-10%, (**figure 44.6a**). Pour les gros grains, on observe une diminution continue de la taille de grain en fonction de la déformation.

La croissance du grain au voisinage de l'écroutissage critique est également influencée par la température **figure 44.6b**. A basse température (775°C) cet effet est relativement limité pour des temps courts alors qu'il n'est plus observé à température élevée (925°C) pour un temps de 100 min.

Ohyama et col.[144] ont proposé un modèle pour estimer la croissance de grains recristallisés d'un alliage bêta Ti-15V3Cr3Sn3Al laminé à froid à 80%, en fonction de la température  $T$  et du temps de recuit  $t$ . Le diamètre  $D$  du grain recristallisé s'écrit :

$$D(T, t) - D_0(T) = Ct^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

$C = 0,8 \times 10^4$  ;  $n = 0,24$  ;  $Q = 1,5 \times 10^4$  cal/mol et  $R$  = la constante des gaz parfaits.

D'après les auteurs, une recristallisation complète et une croissance de grains ne se produisent pas sous le transus bêta. Au dessus du transus bêta, la recristallisation est complète, sauf pour des temps très courts où certaines plages non recristallisées peuvent subsister quel que soit le taux de réduction.

## **IV-43) Méthodes expérimentales**

### **IV-431) Etude de la croissance du grain par plan d'expérience**

Le plan d'expérience repose sur la méthodologie de G. Taguchi [145]. Il permet d'estimer les effets de différents facteurs (paramètres) sur un phénomène, ici la taille de grains, en limitant le nombre des essais.

Les effets des paramètres, qui sont les coefficients du modèle, sont déterminés par régression multilinéaire. Les niveaux bas et haut des paramètres sont exprimés en variables centrées réduites dans un intervalle [-1 1], ce qui permet de donner à chaque paramètre la même amplitude de variation et de calculer facilement les coefficients du modèle linéaire. Nous montrerons que les effets des paramètres sont intrinsèquement linéarisables.

Le modèle doit permettre de définir la valeur à donner aux paramètres influents pour obtenir une taille moyenne de grains donnée. La pratique des plans d'expériences s'appuie sur deux idées essentielles :

- On fait varier les niveaux de tous les paramètres, de manière raisonnée, à chaque expérience.

niveaux	Facteurs étudiés			
	Taux de réduction en %	Température de recuit en °C	Temps de maintien isotherme (en min)	taille de grain initiale (en $\mu\text{m}$ )
<b>Bas (-1)</b>	10	800	10	22
<b>Haut (+1)</b>	70	900	120	98

**Tableau 44.1**

**Paramètres étudiés et niveaux retenus**

- Les valeurs des paramètres sont choisis aux bornes du domaine d'étude pour améliorer la précision

Ce qui conduit à :

- une meilleure précision sur l'effet de chaque facteur ;
- détecter les interactions entre facteurs ;
- une modélisation ;

### Paramètres et leurs niveaux

Les quatre paramètres retenus pour l'étude de la taille de grains sont :

- le taux de réduction (obtenu par laminage) ;
- la température de recuit ;
- le temps de maintien ;
- la taille de grains initiale.

Les paramètres et leurs niveaux bas et haut sont résumés dans le **tableau 44.1**

Ce plan complet à 4 facteurs et deux niveaux demande  $2^4$  essais. Un plan incomplet introduit des incertitudes ou "effets d'alias", qui diminuent la précision sur les effets des facteurs et des interactions entre facteurs.

Un cinquième paramètre, lié à la composition chimique, aurait pu être pris en compte pour estimer l'influence des éléments interstitiels tels que l'oxygène. Dans les différents lots, la teneur en oxygène par exemple, varie relativement peu, de 980 ppm à 1380 ppm (voir tableau 41.6) et les incertitudes sont importantes.

### **Valeurs limites des paramètres**

#### Déformation initiale

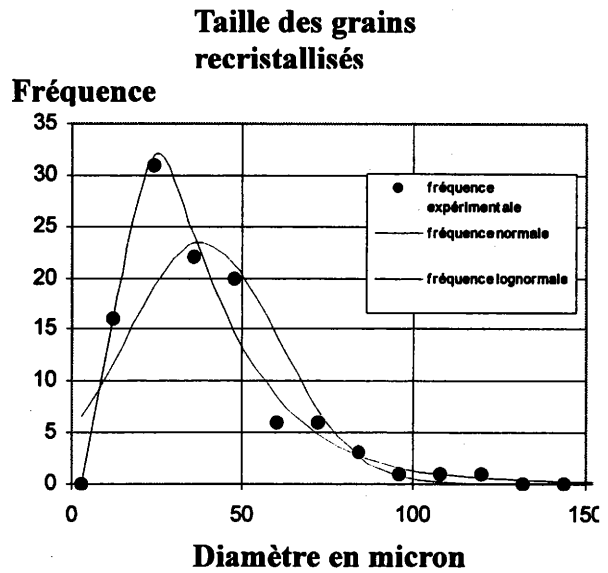
La déformation minimale est choisie à 10%. Elle est légèrement supérieure à l'écroutissement critique indiqué par Rath et col.[141]. Ce choix permet de se situer dans la partie continûment décroissante de la taille de grains en fonction de la déformation initiale (cf figure 44.6 a et b) et d'éviter ainsi la présence d'un maximum qui fausse le calcul de l'effet de ce facteur. La déformation maximum de 70% est définie par des conditions de laminage.

#### Température de recuit

La valeur minimum de 800°C est choisie afin d'obtenir une recristallisation complète quelque soient le taux de déformation initial et le temps de maintien lors du recuit (Rath et col.[141]). Cette valeur est supérieure au transus bêta (760°C). La valeur maximum de 900°C correspond à une valeur couramment admise pour la mise en solution. Une température supérieure augmente le risque d'oxydation et de pertes d'éléments.



Taille minimale	6,53
Taille maximale	125,8
Nombre de valeurs	421
Nombre d'intervalles	10,34
Largeur d'intervalle	11,54
A ajuster	12
Moyenne	38,2
Ecart type	21,9
Moyenne ln	3,43
Ecart type ln	0,57
« Moyenne recalculée »	30,87
R <sup>2</sup> loi normale	0,949
R <sup>2</sup> loi lognormale	0,996



**Figure 44.7** Répartition de la taille de grain (essai 1) – Distribution normale et lognormale

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4	Moyenne	
	Taux de réduction	Température	Temps	D initial	Distribution normale	Distribution lognormale
1	-1	-1	-1	-1	38	31
2	1	-1	-1	-1	10	8
3	-1	1	-1	-1	49	45
4	1	1	-1	-1	27	24
5	-1	-1	1	-1	63	59
6	1	-1	1	-1	21	26
7	-1	1	1	-1	101	94
8	1	1	1	-1	78	58
9	-1	-1	-1	1	43	36
10	1	-1	-1	1	17	15
11	-1	1	-1	1	57	52
12	1	1	-1	1	35	31
13	-1	-1	1	1	69	63
14	1	-1	1	1	38	33
15	-1	1	1	1	112	102
16	1	1	1	1	89	83

**Tableau 44.2** Matrice d'expérience et tailles moyennes de grain obtenues pour une distribution normale et lognormale de la taille de grain

### Temps de maintien isotherme

Un temps minimum de 10 min permet d'assurer, compte tenu de la masse des échantillons une homogénéisation suffisante de la température. Un temps maximum de 2 heures permet de limiter les modifications de composition.

### Taille de grains initiale

Nous nous limiterons à deux tailles moyennes de grains, 22 $\mu$ m et 98 $\mu$ m, obtenues par traitements thermiques à 800°C -10min et 900°C-2h .

## **IV-432) Préparation des échantillons et mesure de la taille moyenne de grain**

### Echantillon

Afin de disposer d'une surface d'observation plus importante que celle offerte par les fils, nous avons utilisé des échantillons prélevés dans une feuille de Bêta III (Goodfellow) à l'état recuit. L'épaisseur de la feuille est la même que celle des fils (0,42 mm).

Les traitements thermiques sont réalisés, sous un vide secondaire de 2.10<sup>-5</sup> mbar, dans un dilatomètre de trempe (ADAMEL - DT 1000). La trempe se fait par jet d'hélium.

### Mesure de la taille de grain

Pour obtenir une distribution représentative de la taille de grains, plusieurs micrographies d'un même échantillon sont nécessaires. Chaque distribution est déterminée avec un nombre de grains compris entre 300 et 900. Après traitement, les images numériques sont exploitées à l'aide du logiciel Digital Micrograph qui fournit les diamètres équivalents des grains :

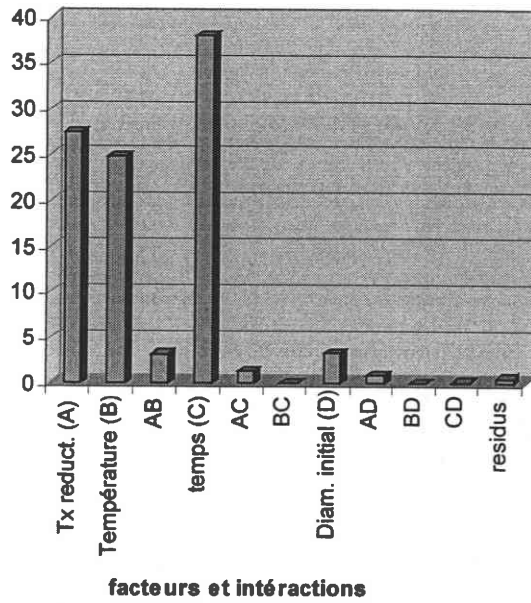
$$D = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad \text{où } A \text{ est la surface des grains.}$$

## **IV-44) Croissance du grain recristallisé dans le domaine bêta**

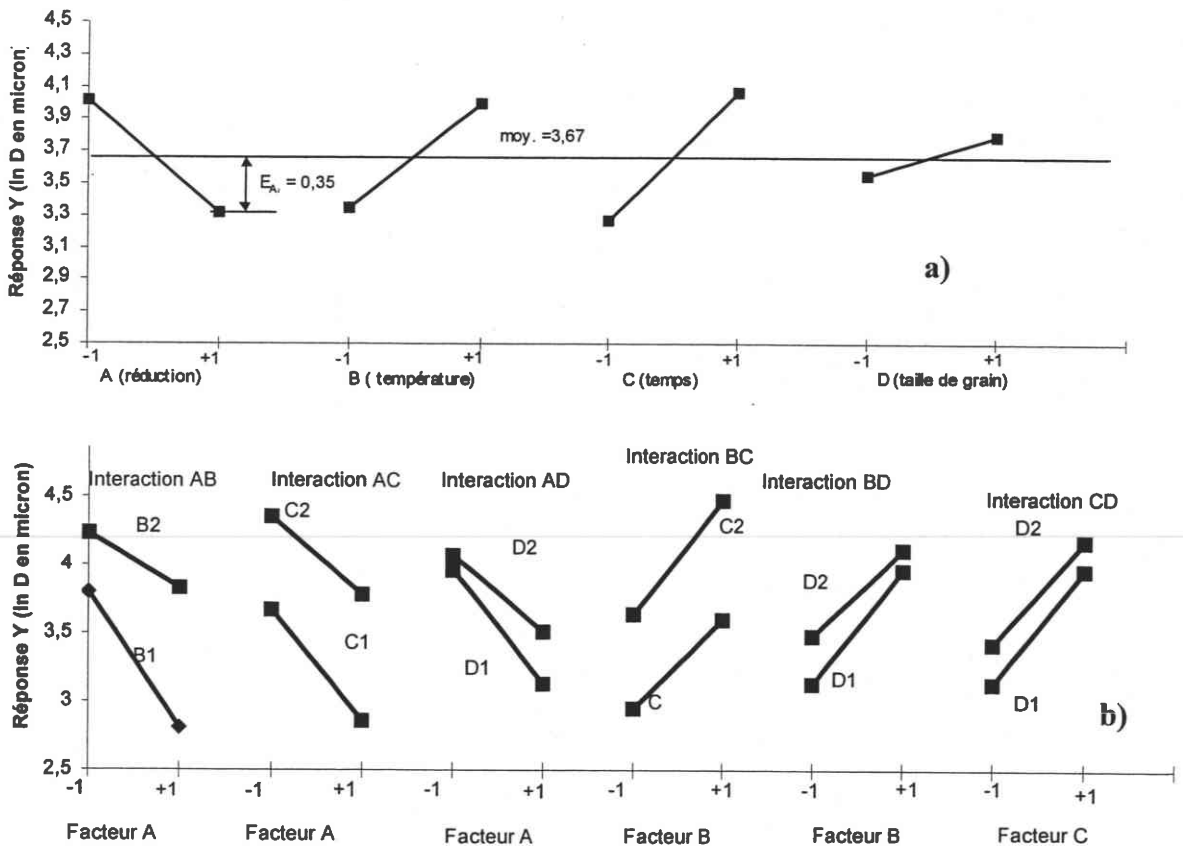
### **IV-441) Résultats du plan d'expérience - Distribution des tailles de grains**

L'histogramme des fréquences est ajusté à une distribution normale et log-normale pour les 16 échantillons du plan d'expérience **figure 44.7** et **tableau 44.2**. Dans tous les cas la loi log-normale donne le meilleur ajustement. Nous utiliserons la moyenne de la loi log-normale pour caractériser la taille de grains.

### Contribution relative des différents facteurs (%)



**Figure 44.8** Contributions des paramètres et des interactions à la croissance du grain



**Figure 44.9** Représentation graphique a) de l'effet des paramètres b) de l'effets des interactions entre paramètres

La réponse estimée par le modèle est égale à la moyenne de toutes les réponses  $\bar{Y}$  auquel on ajoute la somme des effets et des interactions :

$$\hat{Y} = \bar{Y} + [E_{A1} \ E_{A2}][A] + [E_{B1} \ E_{B2}][B] + \dots + ' [A] \begin{bmatrix} I_{A1B1} & I_{A1B2} \\ I_{A2B1} & I_{A2B2} \end{bmatrix} [B] + \dots + ' [C] \begin{bmatrix} I_{C1D1} & I_{C1D2} \\ I_{C2D1} & I_{C2D2} \end{bmatrix} [D]$$

avec  $E_{A1}$ : effet moyen de A au niveau bas, [A] : taux de réduction, [B] : température, [C] : temps, [D] : diamètre de grain initial

Après analyse de la variance, le modèle permettant d'estimer la taille moyenne de grain, est :

$$\hat{Y} = 3,67 + [0,34 \ -0,34][A] + [-0,33 \ 0,33][B] + [-0,4 \ 0,4][C] + [-0,12 \ 0,12][D] + [A]' \begin{bmatrix} 0,12 & -0,12 \\ -0,12 & 0,12 \end{bmatrix} [B]$$

#### Changement de variable et validation de l'hypothèse de linéarité

Pour pouvoir valider le modèle et estimer la taille moyenne de grain à l'intérieur du domaine d'étude, il faut passer des variables centrée réduite [-1, 1] aux unités d'origine (% réduction, °C, secondes,  $\mu\text{m}$ ).

Cette transformation suggère l'hypothèse de la linéarité des effets entre le niveau haut et bas de chacun des facteurs :

$$\frac{X - (-1)}{1 - (-1)} = \frac{V - V_1}{V_2 - V_1}$$

avec  $X$  : variable centrée réduite et  $V$  : variable d'origine

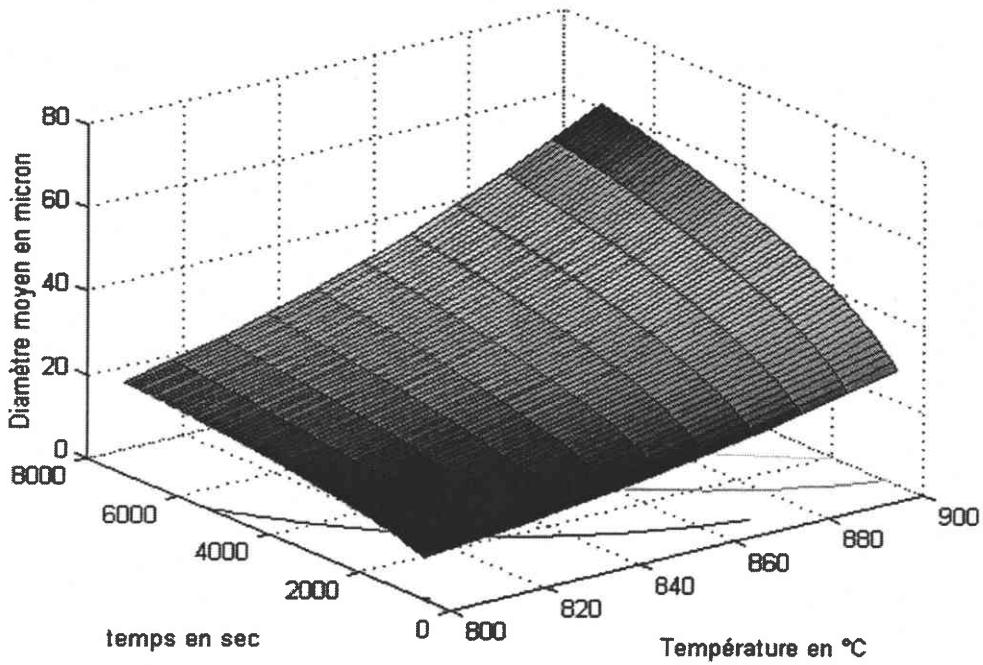
Pour effectuer ce changement de variable nous utiliserons la loi couramment admise pour décrire la croissance du grain :

$$D - D_0 = At^n \Rightarrow \ln(D - D_0) = \ln A + n \ln t$$

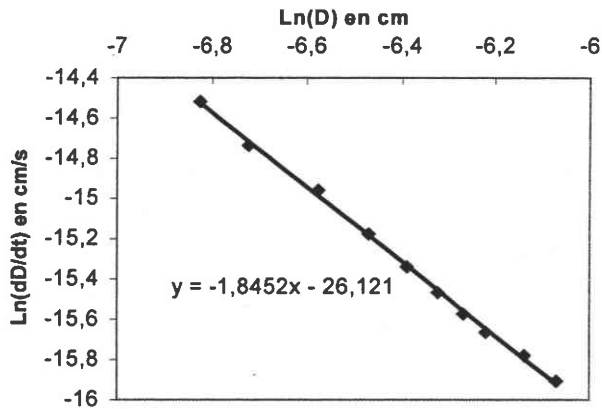
soit pour le temps  $X_t = \frac{2 \times (\ln t - \ln t_1)}{\ln t_2 - \ln t_1} - 1 :$

Nous adopterons pour les autres variables le même type de changement de variable.

La validation du modèle est réalisée par une expérience au centre du domaine d'étude (taux de réduction = 26%, température = 850°C, temps = 35 min, taille de grain initiale 45 $\mu\text{m}$ ). La valeur donnée par le modèle est de 40 $\mu\text{m}$ . Pour réaliser cet essai de validation, nous avons utilisé un échantillon issu de



**Figure 44.10** Croissance du grain bêta en fonction de la température et du temps ( Taux de réduction initial 70%, diamètre initial 22 microns)



**Figure 44.11** Ln (dD/dt) en fonction de ln(D) pour une taille initiale de 22µm et une déformation initiale de 70% recuit à 810°C entre 600s et 7200 s

Température de recuit (°C)	Nos valeurs		D'après Froes et col. [112]	
	n	A (cm/s)	n	A (cm/s)
775	-	-	0,34	$1,77 \times 10^{-11}$
800	0,349	$1,25 \times 10^{-11}$	-	-
810	0,350	$1,75 \times 10^{-11}$	-	-
820	0,352	$2,55 \times 10^{-11}$	-	--
830	0,357	$1,78 \times 10^{-11}$	0,34	$6,32 \times 10^{-10}$
840	0,362	$4,05 \times 10^{-11}$	-	-
850	0,377	$6,1 \times 10^{-11}$	-	-
900	0,380	$3,67 \times 10^{-10}$	-	-
925	-	-	0,40	$1,79 \times 10^{-9}$

**Tableau 44.3** Constantes de croissance n et A du Bêta III – Comparaison avec les données de Froes et col. pour un diamètre de grain initial identique (environ 22 µm)

l'essai n°3 présentant une taille de grain recristallisé de 45 µm. La taille moyenne obtenue expérimentalement est de 37µm ; le modèle est jugé satisfaisant.

L'évolution de la taille de grain en fonction de la température et du temps pour une taille de grain et une déformation initiales respectivement de 22µm et 70% est illustrée **figure 44.10**.

#### IV-443) Constantes de croissance du grain recristallisé en condition isotherme

Nous avons utilisé les résultats de ce modèle empirique pour déterminer les coefficients d'une loi de croissance de grain au cours d'un recuit :

$$D^{1/n} - D_0^{1/n} = At \quad (4.41)$$

où  $D_0$  est la taille de grain à l'instant  $t = 0$  ;  $A$  et  $n$  sont des constantes indépendantes du temps.  $A$  contient la dépendance en température et s'exprime par une loi d'Arrhenius,  $t$  est le temps de recuit isotherme.

Quand  $D_0$  est très petit devant  $D$  (Mistler et Coble) on adopte souvent une loi réduite :

$$D = kt^n \quad (4.42)$$

La croissance normale du grain dans l'alliage Bêta III a été analysée en utilisant l'équation (1). car elle ne nécessite pas d'hypothèse sur la taille de grain  $D_0$  pour déterminer les coefficients  $n$  et  $A$ .

En effet d'après (1):

$$\begin{aligned} D &= (At + D_0^{1/n})^n \\ \frac{dD}{dt} &= nA(At + D_0^{1/n})^{n-1} \\ \frac{dD}{dt} &= nAD^{1/n(n-1)} = nAD^{-(1/n-1)} \\ \ln \frac{dD}{dt} &= \ln(nA) - (1/n - 1) \ln D \end{aligned} \quad (4.43)$$

On utilise le modèle du plan d'expériences pour calculer des valeurs de  $D$  en fonction du temps pour différentes températures  $T$  (la déformation initiale ainsi que la taille de grain étant fixées).

A partir de l'expression (3), on détermine  $A$  et  $n$ . (**figure 44.11 et tableau 44.3**)

La constante  $A$  peut s'exprimer sous la forme d'une loi d'Arrhenius :

$$A = A_0 \exp(-Q/RT) \quad (4.44)$$

avec  $R$  : 8,32 J/K.mol,  $T$  : température absolue

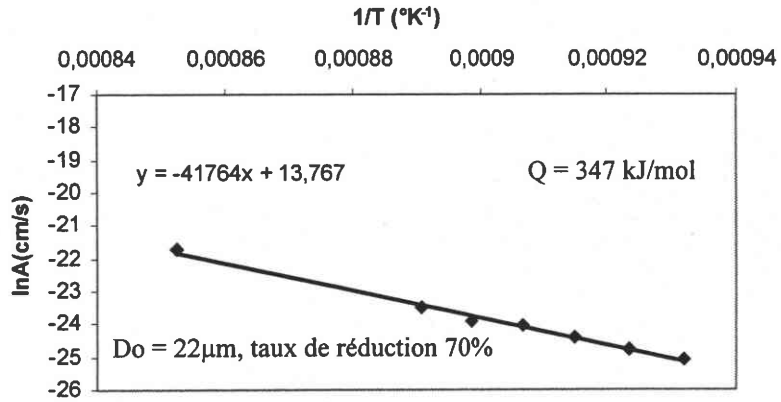


Figure 44.12 Constante de croissance A en fonction de l'inverse de la température absolue

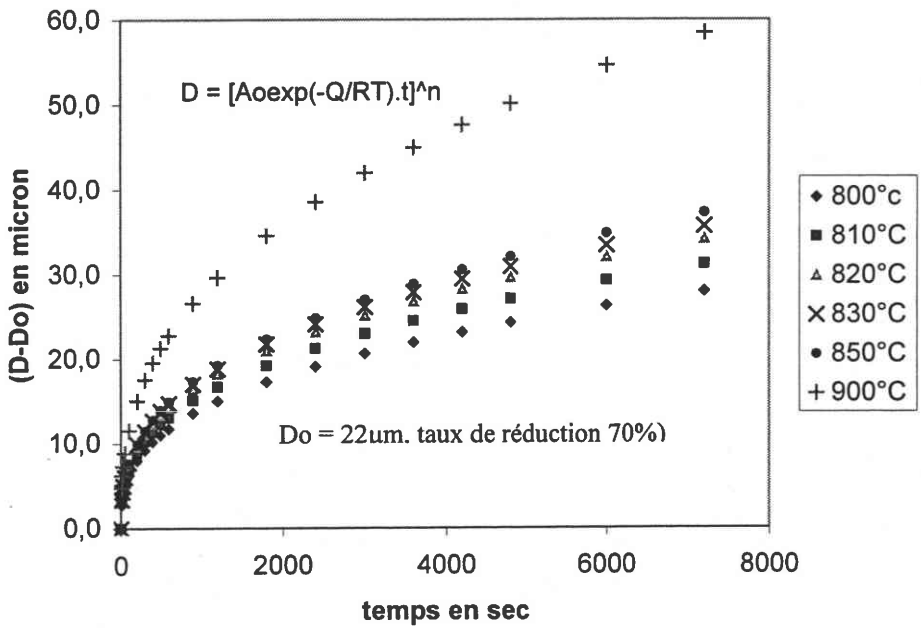


Figure 44.13 Croissance du grain bêta en condition isotherme

Echantillons	Traitements thermiques			
	800°C-10min	800°C-2h	900°C-10min	900°C-2h
Fil tréfilé (0,43*0,63)	6 ( 8 )*	23 ( 26 )	27 ( 24 )	63 ( 58 )
Fil tréfilé (0,48*0,63) / recuit 800°C-1h / trempé/laminé 10%		53 ( 60 )		107 ( 100 )

Tableau 44.4 Taille de grain en μm obtenue dans les fils après différents traitements thermo-mécaniques - \* ( ) : taille moyenne d'après le modèle.

Cette répartition log-normale est souvent observée dans la distribution de la taille des particules [146]. La fonction n'est pas symétrique et la plus grande partie de la probabilité se trouve concentrée vers les petites valeurs. Plus généralement, on observe cette distribution pour tous les mécanismes qui font intervenir une croissance à partir d'une même limite inférieure. Cette moyenne est toujours inférieure à la moyenne géométrique de la loi normale.

La valeur moyenne de la taille de grains pour chaque essai est également caractérisée par une variance que nous admettrons constante dans tout le domaine expérimental. (cf **annexe 3-** Plan d'expériences).

La taille moyenne des grains, déduite de la loi log-normale, pour les 16 échantillons du plan d'expérience, est comprise entre 8 et 102  $\mu\text{m}$ .. Ces valeurs sont en accord avec celles de Froes et col.

#### **IV-442) Effets des paramètres et des interactions entre paramètres - Modélisation**

La méthode de calcul de l'effets des paramètres et des interactions ainsi que la technique de l'analyse de la variance permettant de distinguer les effets significatives sont présentées en **annexe 3**. Nous nous limiterons à l'étude des interactions entre deux paramètres au plus ; les autres interactions étant souvent négligeables.

L'analyse de la variance montre que tous les facteurs sont significatifs. La contribution de la taille de grain initiale est cependant peu importante **figure 44.8**.

Les effets des paramètres et interactions sont représentés graphiquement sur la **figure 44.9**. Il existe une interaction significative entre le taux de réduction et la température ( l'effet du taux de réduction sur la taille moyenne de grain est plus important à 800°C qu'à 900°C). Les effets des interactions entre d'une part, le taux de réduction et le temps et, d'autre part entre le taux de réduction et le diamètre de grain initial, bien que statistiquement significatif, ne seront pas pris en compte car ils sont jugés trop faibles.

Les effets des facteurs et des interactions donnent une image de la variation de la taille de grain mais ne peuvent en aucun cas fournir une explication sur les mécanismes d'action de ces facteurs. On dispose en revanche d'une relation fiable qui traduit l'effet des facteurs sur la taille de grain.

#### **Modélisation des résultats**

Nous utilisons l'écriture matricielle proposée par Vigier [145]et Goupy [147].

La réponse théorique sera notée  $\hat{Y}$ . Le niveau d'un facteur sera indiqué par un vecteur noté  $[A]$ .

Par convention : si A est au niveau bas,  $[A]$  sera égal à :  $\begin{bmatrix} 1 \\ 0 \end{bmatrix}$



Les constantes  $A_0$  et  $Q$  valent respectivement  $9,53 \times 10^5$  cm/sec et 347 kJ/mol (**figure 44.12**). Cette valeur de  $Q$  est en bon accord avec celle indiquée par Froes et col.[143] de 330 kJ/mol obtenue à partir de différentes conditions initiales ( taille de grain et teneur en éléments d'oxygène). Ce résultat constitue une autre forme de validation des résultats du plan d'expériences.

L'équation (1) peut alors s'écrire et pour des conditions initiales données (taux de réduction et taille moyenne de grain initiale) :

$$D - D_0 = [A_0 \exp(-Q/RT)t]^n \quad (5)$$

La **figure 44.13** indique l'évolution de la taille de grain calculée avec la relation (5) en fonction du temps pour différentes températures.

#### IV-444) Tailles de grains dans les fils

L'étude précédente a été réalisée sur des feuilles déformées par laminage (jusqu'à 70%) et recuites.

Le taux de tréfilage de fil n'est pas connu. Néanmoins, nous appliquerons le modèle de croissance des grains aux fils à l'état tréfilé pour les petites tailles de grains bien que le mode de déformation ne soit pas sans un effet sur la recristallisation et la croissance normale des grains.

L'état fortement écroui de départ des fils lié au tréfilage permet d'obtenir une taille de grain d'environ 60  $\mu\text{m}$  en deux heures à 900°C. Pour faire croître la taille de grain au delà de cette valeur, il faut augmenter considérablement la durée du traitement, qui nous le verrons n'est pas sans incidence sur la modification de la composition chimique.

Pour contourner cette difficulté, nous nous rapprocherons des conditions d'écrouissage critique sur un fil préalablement recristallisé à une température plus basse, fixée à 800°C. L'écrouissage est obtenu par laminage des fils avec un taux de réduction de 10%. Pour conserver une même section on utilise un fil de 0,48x0,63 ramené à 0,43x0,63.

Cette démarche a sa limite. En effet, on pourrait envisager d'atteindre une structure à un seul grain dans la section (structure bambou). Cependant, plus on augmente la taille de grain, plus l'hétérogénéité de la déformation et l'anisotropie augmentent. Cet effet n'est pas souhaitable pour l'utilisation en orthodontie, nous nous limiterons donc à une taille de grains de 100  $\mu\text{m}$  qui correspond à environ 20 grains dans la section.

Le **tableau 44.4** regroupe les résultats sur les fils tréfilés et les fils recuits-laminés, pour deux températures de mise en solution et deux temps de maintien. La comparaison entre les valeurs expérimentales et celles déduites du modèle sont satisfaisantes.

#### **IV-45) Conclusions**

La méthodologie du plan d'expériences permet d'estimer avec une précision satisfaisante les effets du taux de réduction et de la taille de grain initiale, de la température et du temps de recuit, sur la taille moyenne des grains recristallisés. Nous avons pu déterminer les constantes de croissance  $A$ ,  $n$  ainsi que l'énergie d'activation  $Q$  d'un modèle de croissance de la taille du grain bêta en fonction du temps et de la température du recuit pour des conditions initiales fixées (taux de réduction et taille moyenne de grain). Les valeurs de ces constantes sont en accord avec celles de la littérature.

En réglant les paramètres influents, nous avons obtenu dans les fils tréfilés ou tréfilés-recuit des tailles moyennes de grain de 6 à 107  $\mu\text{m}$ .

Nous étudierons maintenant l'influence de la taille de grain sur le module sécant et la déformation recouvrable.

## **Chapitre IV-5 - INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE LA TEMPERATURE DE MISE EN SOLUTION SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE EN TRACTION**

IV-51) Conséquences d'une température de mise en solution élevée

IV-511) Sur le comportement mécanique

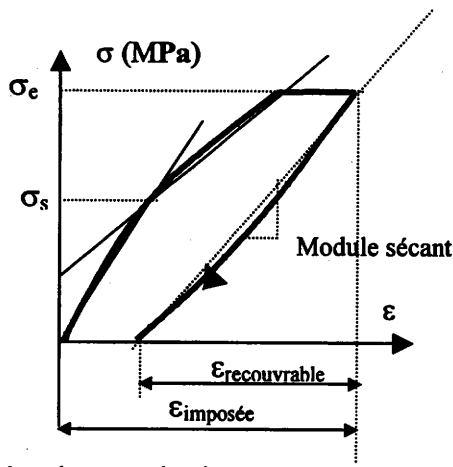
IV-512) Sur la composition chimique

IV-513) Sur la présence de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  après trempe

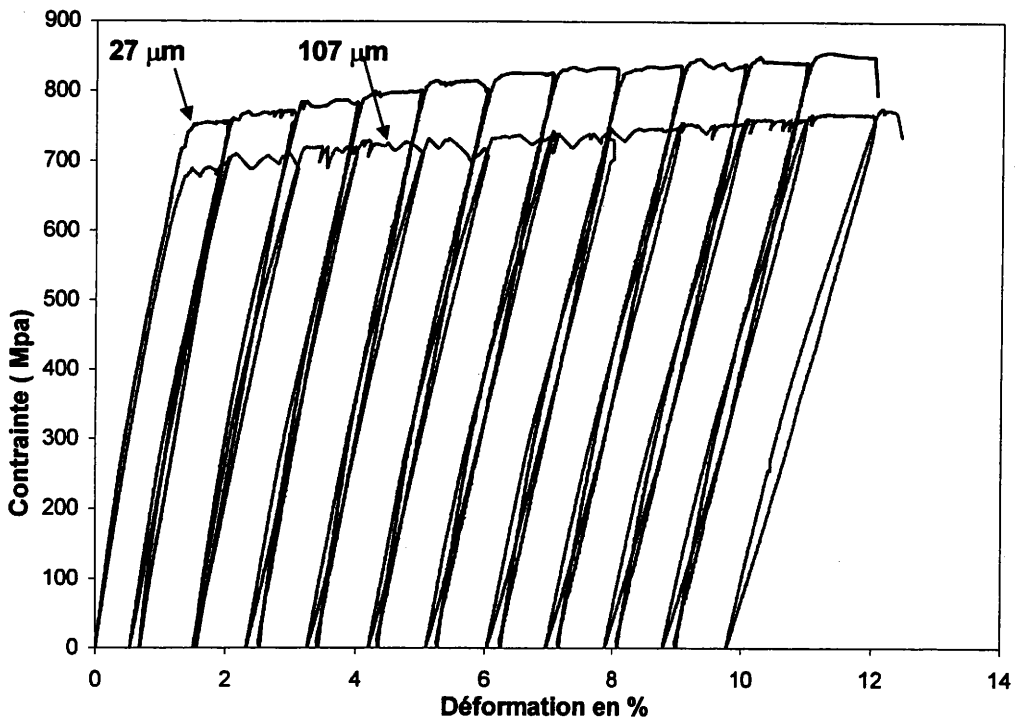
IV-514) Rôle de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  sur le comportement pseudoélastique

IV-52) Effet de la taille de grains après traitement à 800°C, sur le comportement pseudoélastique

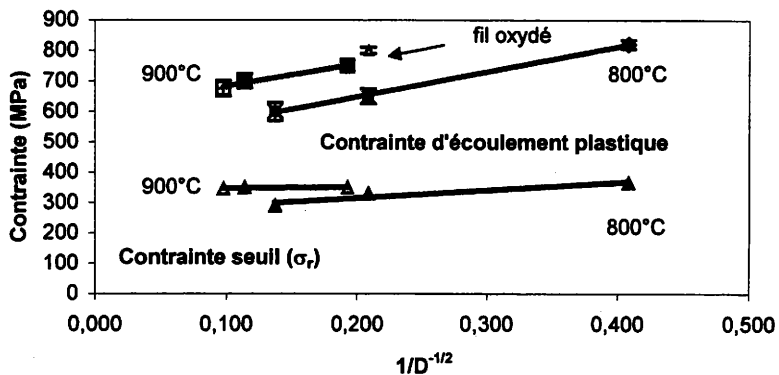
IV-53) Conclusion



**Figure 45.1** Limite d'écoulement plastique  $\sigma_e$ , contrainte seuil  $\sigma_s$ , module sécant en décharge et déformation recouvrable



**Figure 45.2** Cycles charge – décharge pour deux tailles de grains obtenues après une mise en solution à 900°C suivie d'une trempe à l'eau



**Figure 45.3**  $\sigma_e$  et  $\sigma_s$  en fonction de la taille moyenne de grain pour deux températures de mise en solution ( intervalle de confiance déterminé à partir 3 essais )

#### IV-5) INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE LA TEMPERATURE DE MISE EN SOLUTION SUR LE COMPORTEMENT PSEUDOELASTIQUE EN TRACTION

Nous ferons la distinction entre la taille de grains obtenue après une mise en solution à 900° C et à 800°C. Cela peut paraître paradoxal dans la mesure où ces deux températures étant situées au dessus du transus Bêta, seule la taille de grains doit agir sur les propriétés mécaniques.

Une température de mise en solution à 900°C affecte la composition de l'alliage ; l'effet de la taille de grains à 800°C sera donc examiné au paragraphe suivant.

Nous suivons, pour différentes tailles de grain :

- l'évolution de la déformation recouvrable et du module sécant en décharge en fonction de la déformation plastique
- la contrainte seuil pour initier la transformation martensitique et la limite d'écoulement plastique définie suivant les indications de la **figure 45.1**
- la ductilité

#### IV –51) Conséquences d'une température de mise en solution à 900°C

##### IV-511) Sur le comportement mécanique

Les courbes contrainte – déformation décrivant les cycles charge-décharge, pour 2 tailles de grains obtenues à 900°C sont regroupées **figures 45.2**

Pour une taille de grains identique, la contrainte d'écoulement est toujours supérieure à celle de l'alliage traité à 800°C (**figure 45.3**). La contrainte seuil est peu affectée par la taille de grains.

Le comportement pseudoélastique, caractérisé par la déformation recouvrable (**figure 45.4**) est moins marqué, et le module sécant est plus grand (**figure 45.5**). La ductilité, peu sensible à la taille de grains, est également réduite de moitié. Ces trois effets vont à l'encontre des caractéristiques recherchées.

La différence entre la contrainte d'écoulement à 800 et 900°C pour une même taille de grains ne peut s'expliquer que par une modification de la composition chimique.

Hamada et col [148] proposent une autre explication pour justifier les différences de comportement en fonction de la température de trempe. Ils ont observé, pour un alliage AMF Ti-12Mo-

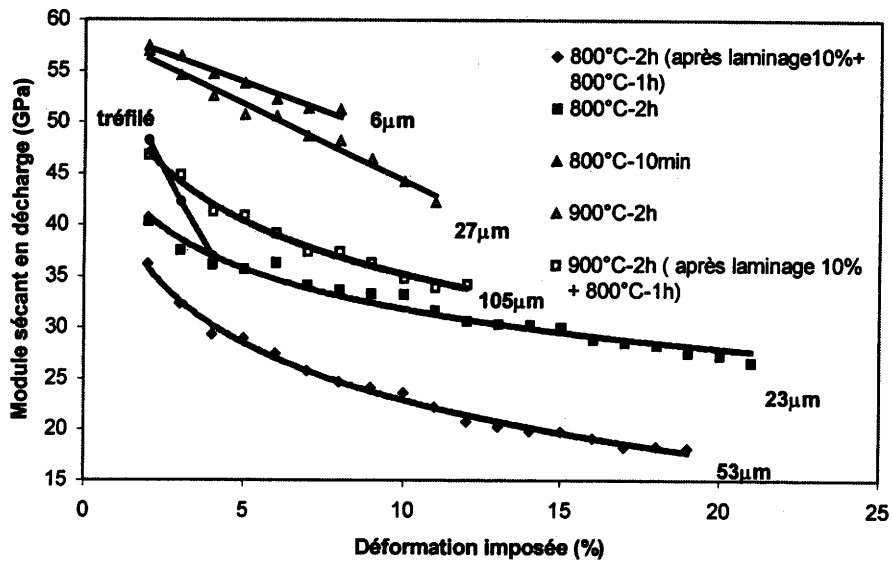


Figure 45.4

$E_s$  en décharge en fonction de la déformation totale pour différentes tailles de grain obtenues après mise en solution à 800°C (symboles pleins) et 900°C (symboles clairs)

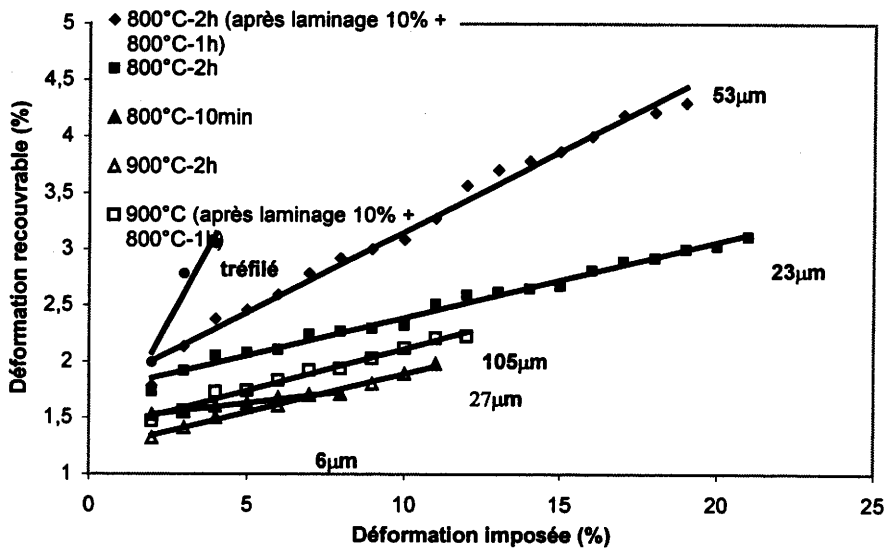


Figure 45.5

Déformation recouvrable en fonction de la déformation totale pour différentes tailles de grain obtenue après mise en solution à 800°C (symboles pleins) et 900°C (symboles clairs)

3Al trempé depuis différentes températures au dessus du transus bêta puis déformé en traction, une différence de déformation recouvrable après réchauffage (réversion  $\alpha'' \rightarrow \beta$ ).

Les auteurs montrent que les paramètres de maille de la martensite  $\alpha''$  induite sous contrainte varient en fonction de la température de trempé. Il en résulte des variations de déformation de la maille orthorhombique calculée à l'aide des relations :

$$\varepsilon_1 = \frac{a_{\alpha''}}{a_{\beta}} - 1 \quad \varepsilon_2 = \frac{b_{\alpha''}}{\sqrt{2a_{\beta}}} - 1 \quad \varepsilon_3 = \frac{c_{\alpha''}}{\sqrt{2a_{\beta}}} - 1$$

D'après les auteurs, lorsque le rapport  $V_{\alpha''}/V_{\beta}$  (volumes des mailles des phases  $\alpha''$  et  $\beta$ ) est supérieur à 1,005, la déformation recouvrable est moins importante.

#### IV-512) Sur la composition chimique

##### Oxydation

La perte de ductilité et le durcissement de l'alliage peuvent être attribués à l'oxydation lors des traitements thermiques.

La contamination de l'alliage par l'oxygène résiduel contenu dans l'ampoule de quartz ne peut être exclue, même si aucune coloration n'a été observée à la surface des fils.

Les effets de l'oxygène sur les propriétés de ces alliages sont connus et se manifestent par une baisse sensible de la ductilité et une augmentation de la limite d'élasticité. Cette dégradation du comportement pseudoélastique due à l'oxydation a été observée par Schetky et col[149] dans l'alliages de titane bêta Ti-11,4Mo-2,95Al-1,9V-4Nb.

Un essai effectué sur un fil de Bêta III oxydé met en évidence l'augmentation de la contrainte d'écoulement et confirme les observations précédentes (cf figure 45.3).

##### Modification de la composition nominale de l'alliage

Un dépôt métallique sur les parois internes des ampoules de quartz utilisées pour les traitements sous vide primaire suggère une possible modification de la composition chimique de l'alliage. L'effet est beaucoup plus marqué à 900°C qu'à 800°C.

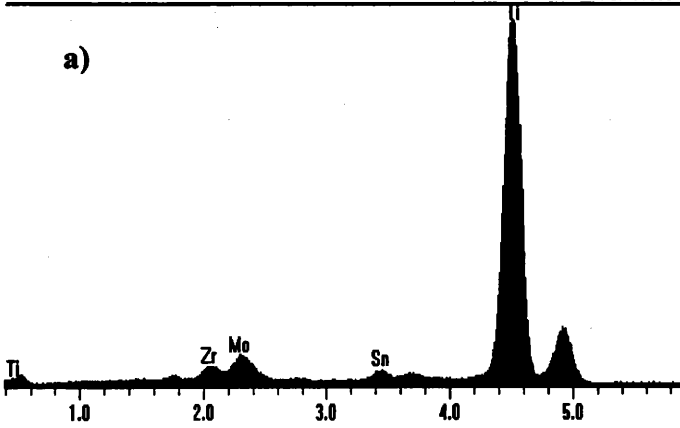
Une modification de la composition chimique est susceptible de faire varier la stabilité de la phase bêta après trempé et par voie de conséquence influencer le comportement mécanique.

Nous avons réalisé une analyse chimique, par spectrométrie des rayons X (analyse à sélection d'énergie EDS), du dépôt sur la paroi de l'ampoule et des fils avant et après traitement thermique figure 45.6 b.

L'analyse de dépôt métallique sur le substrat en silice comporte tous les éléments de l'alliage avec majoritairement du zirconium, du titane et de l'étain.

Sample\_140\_S081.pgt

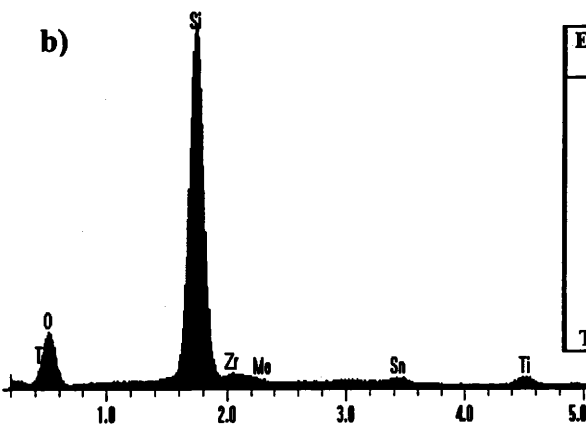
FS: 11000



Element	Line	Wt%	At%
Ti	KA1	71.70	82.86
Zr	LA1	9.91	6.10
Mo	LA1	16.67	9.75
Sn	LA1	1.72	1.28
Total		100.00	100.00

quartz1.pgt

FS: 12000



Element	Line	Wt%	At%	Compound	Compound Wt%
Ti	KA1	1.82	0.82		1.82
Zr	LA1	4.58	1.09		4.58
Mo	LA1	0.71	0.16		0.71
Sn	LA1	2.57	0.47		2.57
Si	KA1	42.22	32.49	SiO2	90.32
O	KA1	48.10	64.98		0.00
Total		100.00	100.00	Total	100.00

Figure 45.6

Spectre d'analyse chimique a) surface du fil après traitement à 900°C -2h - b) dépôt sur l'ampoule de quartz

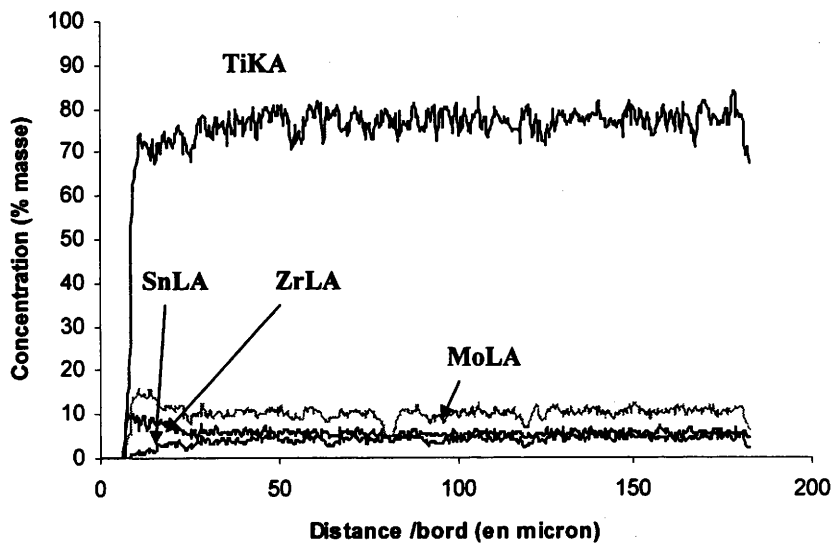


Figure 45.7

Profil de concentration des éléments Ti, Mo, Zr, Sn



La comparaison du fil avant et après traitement thermiquement à 900°C permet de constater une évolution de la composition chimique (Tableau 45.1- figure 45.6a).

Elément	% masse			
	Avant TTh	900°C-2h-	900°C-2h- cœur	800°C-2h-
Ti	78,36 <sup>±0,38</sup>	73,17 <sup>±1,1</sup>	78,86 <sup>±0,56</sup>	78,15 <sup>±0,77</sup>
Mo	11,18 <sup>±0,14</sup>	15,31 <sup>±1,4</sup>	10,84 <sup>±0,43</sup>	11,12 <sup>±0,59</sup>
Zr	6,12 <sup>±0,19</sup>	9,70 <sup>±0,83</sup>	6,28 <sup>±0,28</sup>	6,32 <sup>±0,43</sup>
Sn	4,34 <sup>±0,16</sup>	1,82 <sup>±0,67</sup>	4,02 <sup>±0,18</sup>	4,21 <sup>±0,34</sup>

**Tableau 45.1** Evolution de la composition chimique avant et après traitement thermique (moyenne de 3 mesures<sup>± écart type</sup>).

- La composition de l'état brut est proche de la composition nominale de l'alliage (Ti-11,5Mo-6 Zr-4,5Sn). Il n'y a pas de différence significative entre le cœur et la surface.
- Après traitement thermique à 900°C pendant deux heures, on observe à cœur une légère diminution des éléments d'alliage par rapport au fil brut.
- En surface, on constate une diminution significative de Sn et Ti et une augmentation de Zr et Mo.
- Les mesures en surface présentent des écarts plus importants par rapport à celles effectuées à cœur.

La **figure 45.7** représente l'évolution de la concentration pour chacun des éléments le long d'une direction perpendiculaire à l'axe du fil.

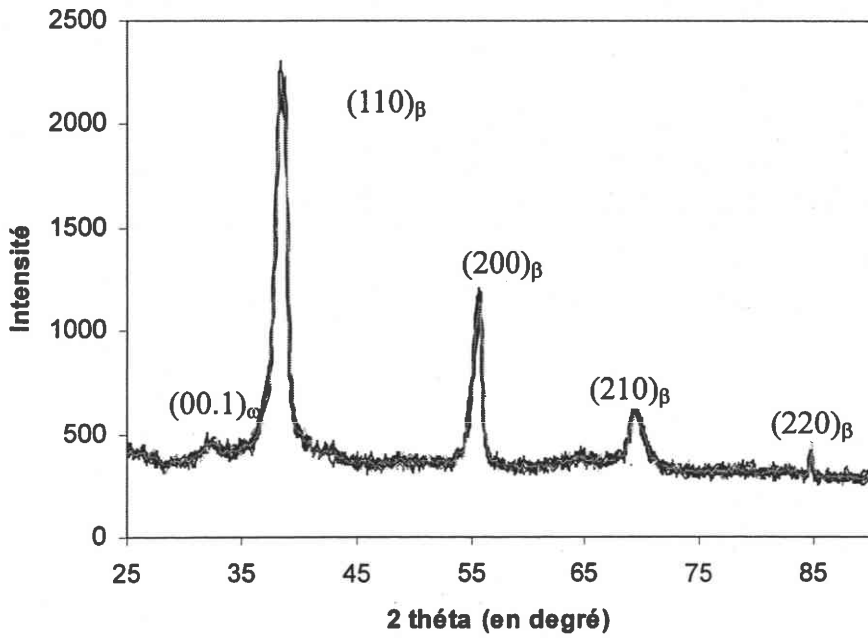
A partir de la surface, et sur une profondeur de 50 microns, on constate une croissance de la concentration en Sn et Ti et une concentration en surface importante de Mo et Zr qui diminue, sensiblement sur la même profondeur. On retrouve ensuite la concentration de chaque élément correspondant à la composition à cœur.

Pour pouvoir attribuer les différences de comportement mécanique à ces variations locales de composition, il est nécessaire de comparer le fil traité à 900°C avec celui à 800°C et plus particulièrement en analysant sa surface **Tableau 45.1**.

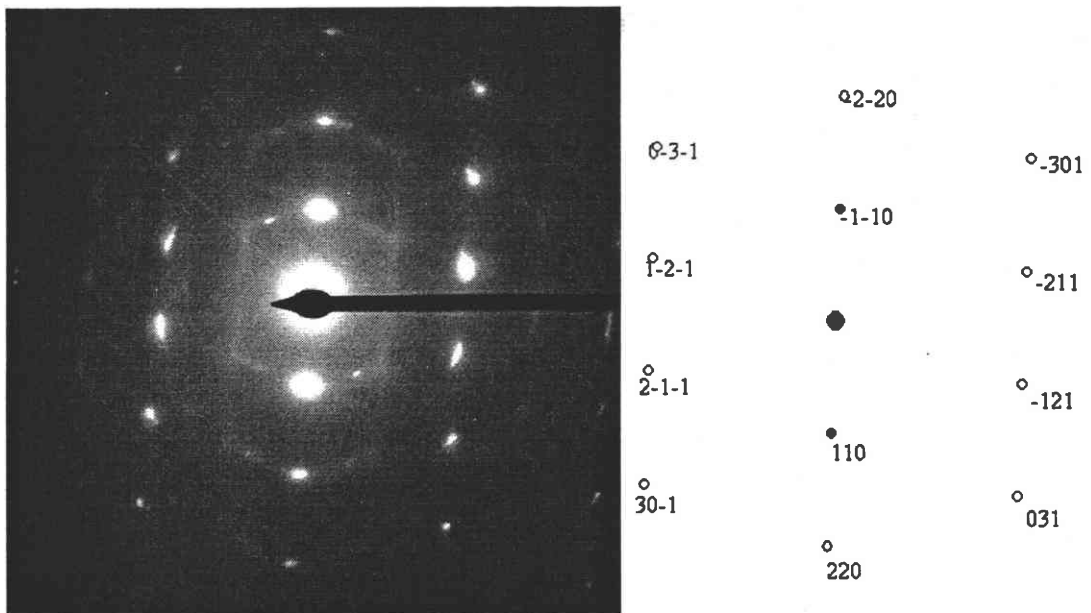
Par rapport à l'état brut de référence, les variations de composition, après traitement thermique à 800°C, sont nettement plus faibles que celles obtenues à 900°C. Le dépôt observé sur l'ampoule après traitement thermique à 800°C est quasi inexistant.

En plus de la variation de la composition des éléments d'addition, il serait nécessaire de réaliser une analyse des éléments interstitiels et notamment de l'oxygène.

L'origine de ces modifications de composition ne fait pas l'objet de ce travail, cependant on peut envisager au moins deux hypothèses :



**Figure 45.8**                      Diffractogramme du fil trempé depuis 900°C (rayonnement  $K\alpha Cu$ )



**Figure 45.9**                      Axe de zone  $[113]$  –Bêta III trempé 900°C 1H- phases  $\beta$  et  $\omega_{ath}$  (lignes diffuses)

- le titane, le zirconium très réactifs réagissent avec l'oxygène de la silice de l'ampoule (réduction de  $\text{SiO}_2$ )
- la faible tension de vapeur du titane ( $10^{-9}$  torr à  $900^\circ\text{C}$ ) exclut d'attribuer sa diminution à une vaporisation sous vide primaire. En revanche, la tension de vapeur de l'étain qui n'est que de  $10^{-3}$  torr à  $900^\circ\text{C}$ , peut contribuer à la perte de cet élément pendant le traitement thermique.

#### IV-513) Sur la présence de la phase $\omega_{\text{ath}}$

La présence de phase  $\omega_{\text{ath}}$  peut servir de critère pour estimer l'instabilité de la phase bêta obtenue après trempe depuis la température de  $900^\circ\text{C}$ . Nous avons recherché cette phase par diffraction X et électronique.

Le diffractogramme (figure 45.8) réalisé sur les fils trempés à  $900^\circ\text{C}$  présente un pic (00.1) attribué à la phase  $\omega_{\text{ath}}$ . Ce pic n'a pas été décelé sur les fils trempés depuis  $800^\circ\text{C}$ .

Une confirmation de la présence de cette phase à  $900^\circ\text{C}$  est apporté par le cliché de diffraction électronique figure 45.9. L'examen au MET révèle également des lignes d'intensité diffuses qui suggèrent la présence de phase  $\omega_{\text{ath}}$  après trempe à  $900^\circ\text{C}$ . Ces lignes sont observées dans les alliages Ti-(14-16)Mo par Morniroli [70] et associées à la taille des particules de phase  $\omega_{\text{ath}}$ .

La présence de cette phase, comme le montre l'étude sur le Ti-16V-Sn [95](cf chapitre III-61) pourrait être liée à une diminution de Sn. D'après les auteurs, cette phase  $\omega_{\text{ath}}$  limite la transformation martensitique induite sous contrainte.

Au chapitre III-63, nous avons évoqué que le rôle de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$ , n'est pas bien établi. Soit elle favorise la transformation [79], soit elle s'y oppose [103].

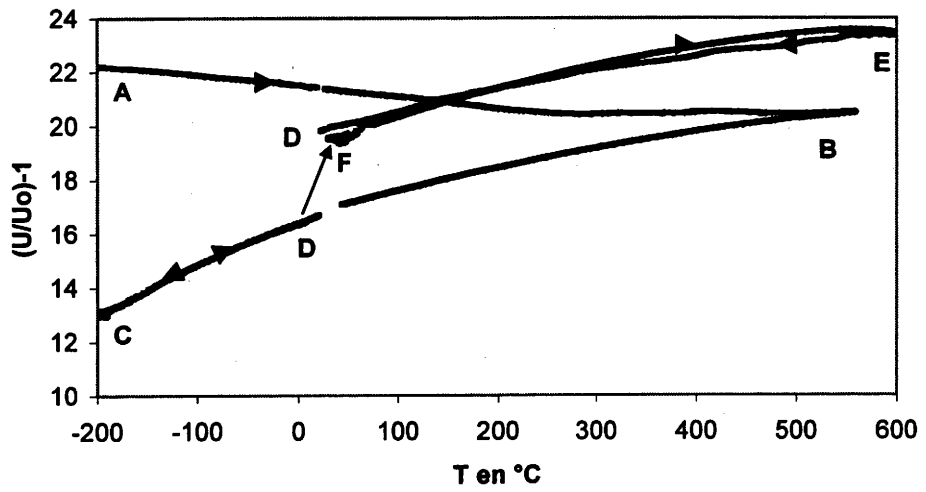
Pour pouvoir étudier le rôle de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  sur la transformation, nous comparerons le comportement mécanique de l'alliage traité à  $900^\circ\text{C}$ , en présence de  $\omega_{\text{ath}}$ , avec celui d'un alliage ayant subi une réversion de cette phase.

#### IV-514) Rôle de la phase $\omega_{\text{ath}}$ sur le comportement pseudoélastique

##### Réversion de la phase $\omega_{\text{ath}}$ - mesures de la résistivité en fonction de la température

Pour suivre l'évolution de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  au cours du traitement de réversion des fils de Bêta III trempés, nous utiliserons la grande sensibilité de la résistivité à la précipitation de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  [132][133][150].

La résistance est mesurée par la méthode des quatre points. Le variation relative de la résistance est rapportée à la tension de référence  $U_0$  à  $20^\circ\text{C}$  correspondant au fil dans un état trempé :



**Figure 45.10**

Variation de résistivité en fonction de la température d'un échantillon trempé à l'eau depuis  $900^{\circ}\text{C}$

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{U - U_0}{U_0} \times 100 \quad \text{avec } U: \text{ la tension à la température } T$$

La température est donnée par un thermocouple Chromel-Alumel, soudé par point sur le fil. La vitesse de chauffage et de refroidissement entre 20°C et 550°C est approximativement de 5°C/sec soit une durée totale inférieure à 2 min pour cette partie du cycle.

### Résultats

De -200°C à 550°C, la résistance décroît continûment (AB **figure 45.10**). Pendant le refroidissement qui suit immédiatement (BC), la résistance continue à décroître. La différence de résistance à -200°C avant et après passage par 550°C est attribuée à la dissolution de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  formée pendant la trempe. Ces résultats sont en accord avec ceux de Ikeda et col. obtenus sur une série d'alliages Ti-(12-15)Mo [133] [150] et TiNb [132].

Après cette réversion de la phase  $\omega_{\text{ath}}$  à 550°C, un nouveau cycle à -220 °C , 550°C , 20°C (trajet CDEF volontairement décalé en ordonnées) n'indique aucune nouvelle transformation de phase. Le temps passé au voisinage de cette température de 550°C est encore insuffisant pour observer la précipitation des phases  $\omega_{\text{isoth}}$  ou  $\alpha$ .

### Effet sur les propriétés mécaniques

Nous n'avons pas observé de différence de comportement mécanique entre l'état trempé ( $\beta + \omega_{\text{ath}}$ ) et l'état réverti  $\beta$  (3min à 550°C). Pour autant, cela ne signifie pas que la phase  $\omega_{\text{ath}}$  ne joue aucun rôle sur les mécanismes de déformation activés.

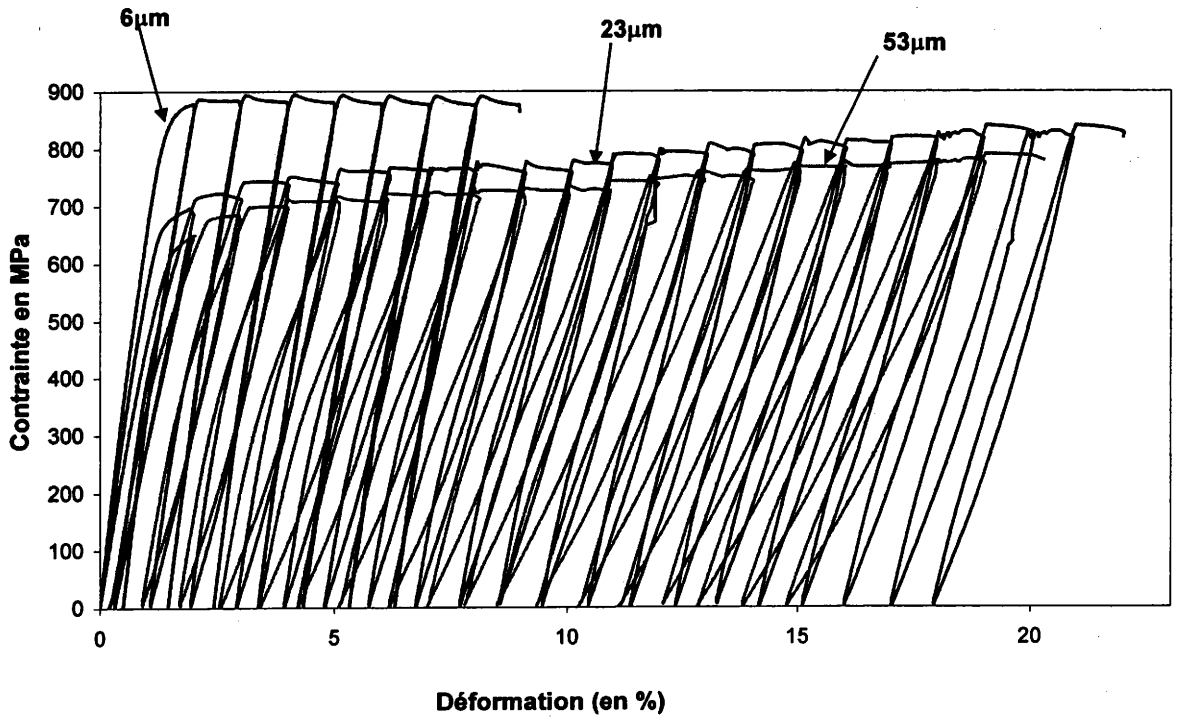
Le matériau a subi à 900°C, une modification chimique dont les effets sur le comportement masquent probablement celui de la réversion de la phase  $\omega_{\text{ath}}$ .

Pour compléter notre étude il serait nécessaire d'étudier un alliage de composition Ti-11Mo-6Zr-XSn avec un pourcentage de Sn compris entre 0 et 6% environ. Ceci permettrait de séparer le rôle de cet élément sur la transformation de phase de celui dû à l'oxydation.

### **IV-52) Effet de la taille de grains après mise en solution à 800°C sur le comportement pseudoélastique**

Les mêmes essais mécaniques ont été réalisés sur les fils après un traitement thermique à 800°C. Les courbes contrainte – déformation décrivant les cycles charge-décharge, pour 3 tailles de grains sont regroupées **figures 45.11**

→ limite d'écoulement plastique et contrainte seuil (cf. figure 45.3)



**Figure 45.11**

Cycles charge – décharge pour différentes tailles de grain obtenues après traitements à 800°C suivis d’une trempe

La contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains suit une loi de Hall-Petch :

$$\sigma = \sigma_0 + kD^{-1/2} \quad \text{où } \sigma_0, k \text{ sont des constantes et } D \text{ la taille moyenne des grains}$$

La contrainte seuil nécessaire à la transformation martensitique est moins sensible à la taille de grains et suit la même évolution.

→ module d'élasticité sécant en décharge (cf. figure 45. 4 )

Le module sécant en décharge diminue continûment avec la déformation. Pour une déformation donnée, il est inversement proportionnel à la taille de grains. La baisse du module intervient surtout au début de la déformation ; elle est pour 6 % de déformation imposée, respectivement de 15% pour une taille de 6  $\mu\text{m}$  et de 35 % pour les plus gros grains de 53  $\mu\text{m}$ .

→ ductilité

Les essais, qui ont été menés jusqu'à rupture, montrent que la ductilité est plus élevée dans les alliages à gros grains. Pour les petits grains, la faible ductilité est comparable à celle obtenue par Shastry et col[26] sur des fils traités juste au dessus de  $T_\beta$  pendant 10 min et trempés.

Ces résultats suggèrent que les mécanismes de déformation activés en fonction de la taille de grains sont différents:

- glissement plastique (et maclage) pour les petits grains
- glissement plastique, maclage et transformation martensitique pour les gros grains

Hanada et Izumi [87] ont étudié les effets du mode de déformation sur les caractéristiques mécaniques des alliages Ti-V, Ti-Mo. Leurs travaux montrent qu'une faible limite élastique et un allongement important sont obtenus pour des alliages instables se déformant principalement par maclage ou transformation de phase martensitique. Inversement lorsque la composition en éléments bêtagènes est importante et que la phase bêta est stable, l'alliage se déforme par glissement. Il s'ensuit une limite élastique élevée et une ductilité plus faible.

→ déformation recouvrable (cf. figure 45.5)

Pour une déformation donnée, la déformation recouvrable augmente avec la taille de grains. L'hystérésis de la boucle de décharge, bien visible pour les gros grains, est quasiment inexistante pour les petits grains et indique que la déformation recouvrable est essentiellement une déformation élastique.

Pour le fil tréfilé, l'évolution du module sécant et de la déformation recouvrable en fonction de la déformation est plus marquée que pour les fils trempés. Cependant la faible ductilité de l'alliage dans cet état fortement écroui, limite cette évolution.

Une déformation en traction associée à une taille de grains relativement importante permet d'améliorer les propriétés dans le sens souhaité.

#### IV-53) Conclusion

Nous avons constaté qu'un grossissement du grain effectué à 900°C induit une différence significative de comportement de l'alliage attribuée à une modification de la composition chimique. Une diminution de la concentration d'étain en surface et peut être une oxydation de l'alliage entraînent un comportement pseudoélastique moins intéressant.

Ohyama et col [95] ont montré que l'étain ( autour de 4%) était dans les alliages binaire Ti-16V un élément favorisant une transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha''$  sous contrainte.

Pour les fils traités à 900°C le comportement pseudoélastique moins marqué en fonction de la déformation et l'absence d'effet de la taille de grain sur la déformation recouvrable et le module sécant, pourraient s'expliquer par une transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha''$  induite sous contrainte plus limitée.

Dans le même temps, la formation de phase  $\omega_{ath}$  lors de la trempe est d'autant plus importante que la concentration en Sn diminue.

Ce résultat nous a incité à nous intéresser à la présence de la phase  $\omega_{ath}$  et à son rôle dans les mécanismes de déformation mis en jeu.

La présence de la phase  $\omega_{ath}$  est confirmée par RX et MET. Les mesures de variation de résistivité, mieux adaptée à son étude en fonction de la température, ont permis de confirmer l'efficacité du traitement de réversion de la phase  $\omega_{ath}$ .

La comparaison des deux états : trempé 900°C contenant  $\beta + \omega_{ath}$  et trempé 900°C - réverti 550°C - 3min en fonction de la déformation imposée n'a pas permis de mettre en évidence le rôle joué par la phase  $\omega_{ath}$ . Il semble exister une grande sensibilité de la transformation à  $\beta \rightarrow \alpha''$  en fonction de la composition chimique qui peut expliquer les désaccords entre certains auteurs sur sa présence.

Nous avons observé après mise en solution à 800°C, une influence significative de la taille moyenne de grains sur le comportement pseudoélastique de l'alliage.

Le traitement thermique pendant un temps suffisamment long permet de faire grossir le grain bêta sans pour autant affecter de manière significative la composition chimique. La déformation recouvrable augmente, le module sécant en décharge diminue de façon très significative et la ductilité reste supérieure à 20%.

Ces propriétés évoluent dans le sens souhaité. Ainsi une déformation plastique préalable de 12% combinée à une taille de grains d'environ 50 microns, permet d'observer par rapport au fil tréfilé :

- une déformation recouvrable amélioré de 30% (on passe de 3% au mieux pour le fil tréfilé à 4%) ;
- une baisse du module de 50% (de 40 à 19 GPa) ;
- une réserve de ductilité de 6-7% pour la formation de boucles.



## V) CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

Le fil directeur de ce travail réside dans l'étude du rôle de la microstructure sur l'effet pseudoélastique dans l'alliage de titane Bêta III en vue d'augmenter cet effet pour obtenir une déformation recouvrable aussi grande que possible, un module sécant aussi petit que possible tout en conservant à l'alliage une ductilité suffisante.

On peut induire cette pseudoélasticité dans certains alliages de titane bêta par durcissement de la phase austénitique par écrouissage, en agissant sur la composition et accessoirement sur le traitement thermique ou la température de mise en solution.

Nous avons montré que le Bêta III possède de par sa composition chimique un module d'élasticité apparent parmi les plus bas des alliages de titane bêta commerciaux.

L'optimisation du comportement pseudoélastique est donc recherchée à partir des paramètres de la microstructure : présence d'une seconde phase  $\alpha$  ou  $\omega_{\text{isoth}}$  obtenue par vieillissement de l'état trempé, prédéformation, taille de grains.

La comparaison des propriétés des fils de Bêta III disponibles sur le marché a montré des différences significatives de comportement mécanique. Certains exploitent la pseudoélasticité, d'autres non. La différence de comportement ne peut pas être attribuée aux variations de la composition chimique. La pseudoélasticité est associée à la présence d'une faible quantité de phase  $\alpha''$ . Des essais charge/décharge à déformation croissante permettent de suivre la diminution du module sécant en décharge. Cette évolution est cependant limitée par la ductilité réduite de l'état tréfilé. La comparaison des figures de pôles expérimentales de la phase  $\alpha''$  avec les figures de pôles théoriques sans sélection de variantes montre des différences importantes et suggèrent que la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  est réalisée avec sélection de variantes.

L'étude de l'effet de la précipitation des phases  $\alpha$  et  $\omega_{\text{isoth}}$  sur le module d'élasticité apparent et sur la déformation recouvrable a permis de dégager plusieurs points importants. La précipitation des deux phases augmente la limite d'élasticité et le module d'élasticité apparent. Elle diminue la ductilité et la déformation recouvrable. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux rencontrés dans la littérature. L'état monophasé, obtenu par trempé au dessus du transus bêta, est donc le mieux adapté à l'objectif recherché.

Ces résultats justifient le choix de l'état trempé au dessus du transus bêta pour étudier le rôle de la déformation plastique. L'amplitude de la déformation recouvrable augmente avec la prédéformation plastique. Dans le même temps, le module sécant en décharge diminue d'au moins 40% par rapport au

fil tréfilé. Pour une prédéformation de 15%, la réserve de ductilité pour la mise en forme est de 8%, alors qu'elle n'est que de 3-4% pour le fil tréfilé. La présence en faible quantité de la phase martensitique  $\alpha''$  de structure orthorhombique a été détectée par diffraction des RX sur un échantillon déformé en traction de 20%. La mesure de la variation de résistivité au cours des essais de traction confirme que la déformation recouvrable est le résultat d'une transformation martensitique accompagnée d'une réorientation des variantes de martensite.

Nous avons pu obtenir différentes tailles moyennes de grains recristallisés dans les fils afin d'étudier l'effet de ce paramètre microstructural sur le comportement pseudoélastique.

Il a été montré que, sous réserve que la température de mise en solution soit légèrement supérieure au transus bêta, la déformation recouvrable augmente et que le module sécant diminue lorsque la taille grain augmente.

Finalement, en cumulant les effets de la prédéformation et ceux de la taille de grain, le gain par rapport à l'état tréfilé disponible sur le marché, est de 50% pour le module sécant en décharge et de 30% pour la déformation recouvrable tout en conservant une réserve de ductilité de 7%, qui correspond au double de celle disponible sur le fil de base tréfilé.

## PERSPECTIVES.

Dans ce travail, le mode de déformation utilisé pour la prédéformation est la traction uniaxiale. Le tréfilage est une alternative qui offre des avantages industriels évidents. De plus, c'est un mode de déformation hétérogène qui peut jouer un rôle dans des modes de sollicitation, flexion et torsion qui sont eux aussi hétérogènes. On peut alors envisager d'étudier le rôle de cette hétérogénéité dans l'optimisation des propriétés, en le reliant aux gradients de texture.

La contamination de l'alliage après traitement à 900°C, en particulier par l'oxygène et la silice, joue un rôle déterminant sur les propriétés mécaniques et il apparaît nécessaire de mieux maîtriser les conditions de cette contamination de la surface pendant le traitement thermique.

La déformation de cet alliage met en jeu trois mécanismes de déformation, le maclage, le glissement plastique et la transformation de phase martensitique. Chacun de ces mécanismes apporte sa contribution à la fonctionnalité recherchée : la transformation de phase (et peut-être le maclage-démaclage) pour la déformation recouvrable, le glissement plastique et le maclage pour la mise en forme.

L'interaction mutuelle entre ces mécanismes demande une étude plus approfondie utilisant des techniques in situ telles que EBSD, diffraction des RX sous contrainte.

Enfin, cette démarche d'optimisation du comportement pseudoélastique peut être appliquée à d'autres alliages de titane  $\beta_m$  tel que le Bêta CEZ, qui a montré une aptitude certaine à la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  sous contrainte [154].

**ANNEXE 1**

**MESURE DU MODULE D'ELASTICITE (E) PAR VIBRATION**

Considérons notre fil comme une poutre. Celui-ci est de section constante  $S$  dont la ligne moyenne (fibre neutre) à l'état de repos est rectiligne et située dans un plan de symétrie de la poutre  $xOy$ .

Il s'agit d'étudier la déformée dynamique de la poutre dans le plan  $xOy$ .

On suppose que le frottement intérieur de celle-ci est négligeable et que la poutre n'est soumise à aucune force extérieure variable dans le temps (oscillations libres).

On se place dans le cas des oscillations de faibles amplitudes ; en désignant respectivement par  $Mf$  et  $T$  le moment de flexion et l'effort tranchant à une distance  $x$  de l'origine ;  $q$  est  $\mu$  sont le poids et la masse linéiques de la barre,  $E$  le module d'Young,  $I$  le moment quadratique d'une section droite de la poutre par rapport à son axe de flexion.

Les lois classique de la résistance des matériaux fournissent l'équation de la déformée statique :

$$\frac{\partial^2 y}{\partial x^2} = \frac{Mf}{EI} \quad \text{avec} \quad q = \frac{\partial T}{\partial x} \quad \text{et} \quad T = \frac{\partial Mf}{\partial x}$$

$$\text{D'où} \quad q = \frac{\partial^2 Mf}{\partial x^2} = EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4}$$

L'équation de la déformée dynamique est :

$$EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + \mu \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} = 0$$

L'équation différentielle du mouvement possède des solutions particulières de la forme :

$$y_i = Y_i(x) \exp(j\omega_i t)$$

connues à une constante d'intégration près.

A partir d'un lâcher quelconque, le mouvement libre obtenu est une superposition linéaire de tous les modes propres intervenant, chacun avec une amplitude et une phase dépendant des conditions initiales.

Pour un mode propre, on a donc :

$$\frac{\partial^4 Y_i}{\partial x^4} = a_i^4 Y_i \quad \text{avec} \quad a_i^4 = \frac{\mu \omega_i^2}{EI}$$

Si  $Y_i = u_i \exp(\beta_i x)$  est solution particulière de l'équation différentielle linéaire en  $Y_i(x)$

$$\frac{\partial^4 Y_i}{\partial x^4} = \beta_i^4 u_i \exp(\beta_i x) = a_i^4 u_i \exp(\beta_i x)$$

entraînant  $\beta_i^4 = a_i^4$  c'est à dire

$$\beta_i = \pm a_i$$

$$\beta_i = \pm ja_i$$

La solution de l'équation d'un mode propre s'écrit donc

$$Y_i(x) = M \exp(a_i x) + N \exp(-a_i x) + P \exp(j a_i x) + Q \exp(-j a_i x)$$

Avec  $M, N, P, Q$  constantes déterminées, pour chaque cas de poutre, par les conditions imposées à ses extrémités.

En remarquant que :

$$\begin{aligned} M \exp(a_i x) + N \exp(-a_i x) &= A \operatorname{ch} a_i x + B \operatorname{sh} a_i x \\ P \exp(j a_i x) + Q \exp(-j a_i x) &= C \cos a_i x + D \sin a_i x \end{aligned}$$

La solution peut encore s'écrire :

$$Y_i(x) = A \operatorname{ch} a_i x + B \operatorname{sh} a_i x + C \cos a_i x + D \sin a_i x$$

Les constantes  $A, B, C, D$  dépendent des conditions aux extrémités. Il reste à déterminer les  $a_i$ , c'est à dire les pulsations propres  $\omega_i$ .

**Dans notre cas, la poutre est encastree à une extrémité et libre à l'autre.**

Résolution du problème dans ce cas :

$$\begin{aligned} \text{En } 0 \quad x=0 & \begin{cases} Y_i(0) = A + C = 0 \\ \left( \frac{\partial Y_i}{\partial x_i} \right)_0 = B + D = 0 \end{cases} \\ \text{En } l \quad x=l & \begin{cases} \left( \frac{\partial^2 Y_i}{\partial x_i^2} \right)_l = A a_i^2 (\operatorname{ch} a_i l + \cos a_i l) + B a_i^2 (\operatorname{sh} a_i l + \sin a_i l) = 0 \\ \left( \frac{\partial^3 Y_i}{\partial x_i^3} \right)_l = A a_i^3 (\operatorname{sh} a_i l - \sin a_i l) + B a_i^3 (\operatorname{ch} a_i l + \cos a_i l) = 0 \end{cases} \end{aligned}$$

Pour que ces deux équations homogènes en  $A$  et  $B$  soient simultanément satisfaites, il faut que le déterminant formé avec les coefficients de  $A$  et  $B$  soit nul :

$$\begin{vmatrix} \operatorname{ch} a_i l + \cos a_i l & \operatorname{sh} a_i l + \sin a_i l \\ \operatorname{sh} a_i l - \sin a_i l & \operatorname{ch} a_i l + \cos a_i l \end{vmatrix} = 0$$

Il détermine l'équation caractéristique des pulsations propres du système étudié :

$$\cos a_i l \operatorname{ch} a_i l = -1$$

C'est une équation transcendante admettant un nombre infini de racines dont les premières sont :

$$a_1 l = 1,875 \quad a_2 l = 4,964 \quad a_3 l = 7,855 \quad a_4 l = 10,996 \quad a_5 l = 14,137$$

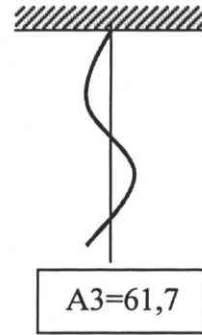
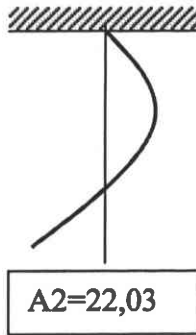
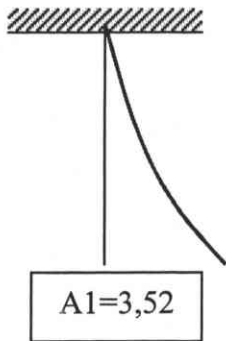
Les modes propres successifs ont les pulsations

$$\omega_i = a_i^2 l^2 \sqrt{\frac{EI}{\mu l^4}}$$

D'une manière générale, les pulsations propres peuvent se mettre sous la forme générale

$$\omega_i = A_i \sqrt{\frac{EI}{\mu l^4}}$$

Les valeurs de  $A$  et les positions relatives des nœuds sont indiquées :



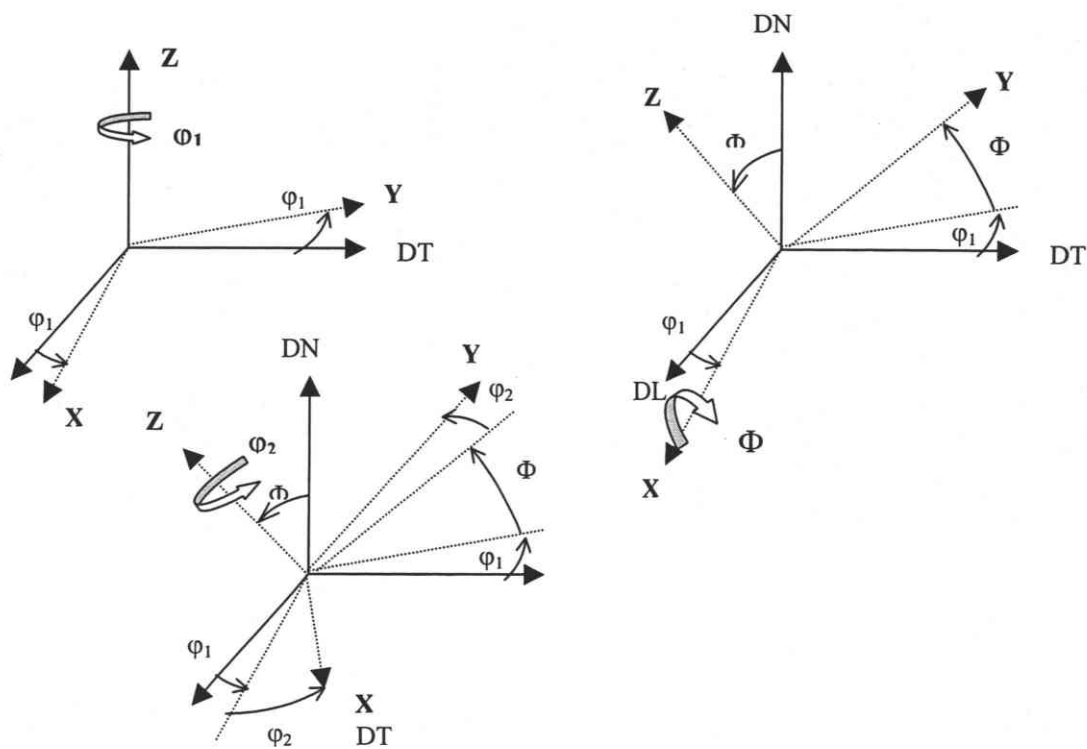


Figure a2.1 Décomposition de la rotation  $g$  en trois rotations élémentaire  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$

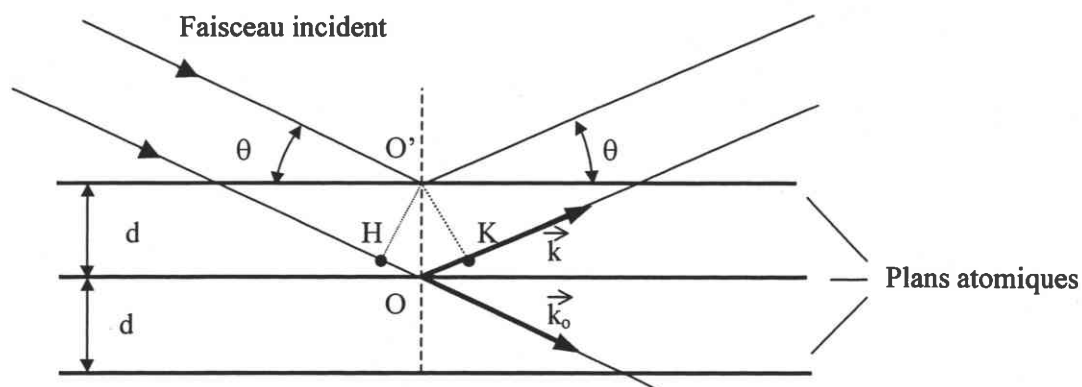


Figure a2.2 Loi de bragg

**ANNEXE 2****TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE**

La statistique d'orientation des grains d'un matériau polycristallin que l'on appelle texture cristallographique est une caractéristique essentielle pour la compréhension de ses propriétés. Au cours des traitements thermomécanique, la déformation des grains est accompagnée d'une rotation de leur réseau cristallin suivant un certain nombre d'orientations caractéristiques. La distribution de ces orientations n'est pas, en général, aléatoire et l'on se trouve alors en présence d'une texture. La détermination de la texture cristallographique est souvent obtenue à partir de figures de pôles expérimentales.

**Orientation d'un cristal**

Pour décrire l'orientation d'un cristal dans l'échantillon il est nécessaire de définir deux repères orthonormés :

Le repère macroscopique KA, lié à l'échantillon où les axes XA, YA, ZA sont pris respectivement parallèles à la direction de laminage (DL), à la direction transverse (DT) et à la direction normale au plan de la tôle (DN)

Le repère KB, lié au grain (repère cristallin) dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie du réseau. Pour un cristal cubique, les axes du repère KB sont parallèles aux directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ .

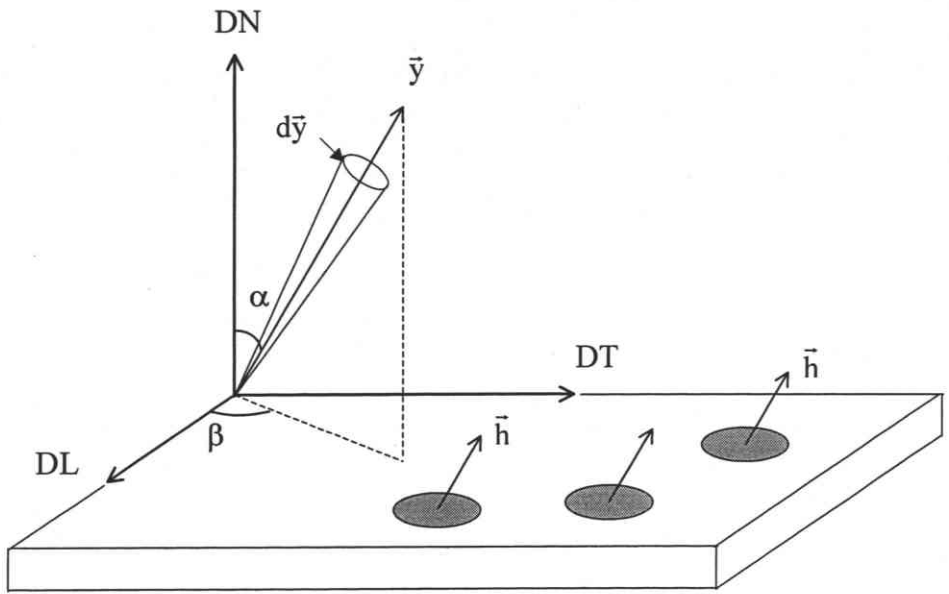
L'orientation d'un cristal est caractérisée par la rotation  $g$  qui permet d'amener le repère macroscopique KA en coïncidence avec le repère KB, abstraction faites de toute translation. Cette rotation peut être paramétrée par les angles d'Euler  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$  avec  $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$  ;  $0 \leq \phi \leq \pi$  ;  $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$  (**figure a2.1**).

L'orientation préférentielle du polycristal est l'orientation  $g$  ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) que l'on retrouve le plus souvent parmi l'ensemble des grains. La détermination de ces orientations préférentielles passe par la mesure de figures de pôles (FDP) expérimentales et le calcul de la fonction de distribution des orientations à partir des FDP.

**Acquisition des figures de pôles**

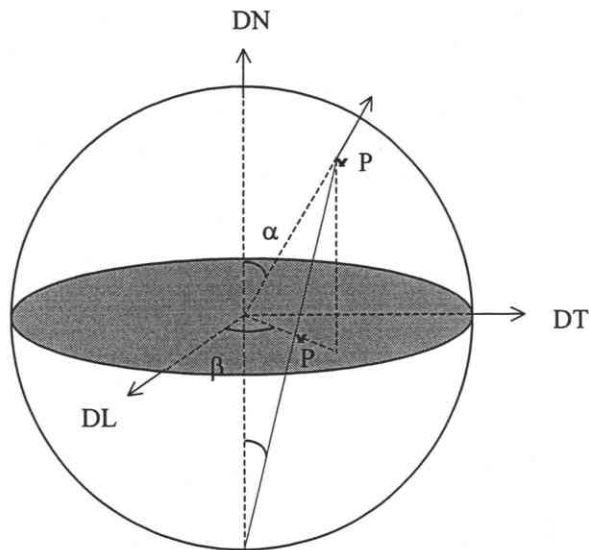
Lorsqu'un faisceau parallèle de RX est dirigé vers la surface de l'échantillon, les faisceaux incidents et réfléchis forment un angle  $2\theta$  dépendant de la longueur d'onde de l'anticathode et de la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  de la famille de plans  $\{hkl\}$  sélectionnée (**figure a2.2**):

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (\text{relation de Bragg})$$



**Figure a2.3**

Représentation schématique de la fonction de densité de pôles



**Figure a2.4**

Sphère des pôles et projection stéréographique



avec  $\lambda$  : longueur d'onde du rayonnement,  $\theta$  : angle d'incidence du faisceau par rapport au plan cristallographique,  $d$  : distance interréticulaire,  $n$  : nombre entier.

Dans les conditions de Bragg, la bissectrice de l'angle formé par les faisceaux incident et réfléchi coïncide avec la normale au plan  $\{hkl\}$ . Une intensité proportionnelle à la densité de pôles  $\{hkl\}$  parallèle à la direction  $\vec{y}$  est détectée lorsque la direction  $\vec{y}$  coïncide avec la bissectrice de l'angle  $(\pi-2\theta)$  formé par les faisceaux incidents et réfléchis. En effet, l'intensité diffractée dans un petit angle solide  $d\vec{y}$  est lié au volume cristallin correspondant aux pôles  $hkl$  contenus dans cet angle solide, c'est à dire à la densité moyenne  $P_{hkl}(\vec{y})$ . **Figure a2.3.**

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hkl}(\vec{y}) d\vec{y}$$

On appelle figure de pôle la représentation stéréographique de la densité des normales à une famille donnée de plans réticulaires  $\{hkl\}$ . Elle est rapportée, lors de la détermination expérimentale, au repère macroscopique de l'échantillon. La projection stéréographique permet de représenter sur un plan des points situés sur un hémisphère en conservant les angles après projection **figure a2.4**. La projection stéréographique de l'ensemble des normales aux plans  $(hkl)$  considérés représente la figure de pôles  $\{hkl\}$ .

Pour mesurer la densité de pôles dans différentes directions  $y$  on utilise un goniomètre de texture

Il permet de fixer le couple  $\theta-2\theta$  qui permet la diffraction du plan réticulaire  $(hkl)$  et de réaliser les mouvements de déclinaison (rotation d'angle  $\alpha$ ) et d'azimut (rotation d'angle  $\beta$ ).

Initialement, l'échantillon est placé en position verticale, un faisceau de RX incident, contenu dans le plan horizontal est dirigé sur l'échantillon avec un angle incident  $\theta$ . Le compteur, placé dans une direction faisant un angle  $2\theta$  par rapport au faisceau de RX incident recueille le faisceau RX diffracté par les plans réticulaire en position de Bragg. Pour chaque couple  $(\alpha,\beta)$ , le compteur détecte une intensité  $I_{hi}(\vec{y})$ , soit un nombre de coups par unité de temps, proportionnelle à la densité de pôles  $P_{hi}(\vec{y})$ . Les intensités diffractées correspondant aux pôles  $(hkl)$  peuvent être représentées par des lignes d'isodensité sur la sphère des pôles ou par la projection stéréographique dans le plan équatorial.

Sur la figure de pôles, chaque direction est alors décrite par les angles  $\alpha$  et  $\beta$ . Dans la pratique, les figures de pôles sont discrétisées en secteurs limités par des intervalles  $\Delta\alpha$  pour la déclinaison et  $\Delta\beta$  pour l'azimut en accord avec les incréments de rotations imposés du goniomètre.

Lors de la mesure des figures de pôles, l'intensité des rayons X diffractés, mesurée par le détecteur est altérée par différents phénomènes. La détermination de la texture cristallographique à partir des mesures de figures de pôles est précédée d'une correction des données.

L'intensité recueillie par le détecteur peut s'écrire de la façon suivante

$$I_{mes}(\alpha, \beta) = I_{hkl}(\alpha, \beta) + I_{bdf}(\alpha, \beta) \quad \text{avec } I_{hkl}(\alpha, \beta) = k(\alpha, \beta) \cdot I_o \cdot r_{hkl} \cdot P_{hkl}(\alpha, \beta)$$

Avec  $k(\alpha, \beta)$  : fonction liée à la géométrie de l'installation et aux caractéristiques du faisceau incident,  $I_o$  : intensité du faisceau incident,  $r_{hkl}$  : coefficient de réflexion des plans (hkl),  $I_{bdf}(\alpha, \beta)$  : composante du bruit de fond,  $v$  : le volume diffractant et  $P_{hkl}(\alpha, \beta)$  : la densité de pôles

Les figures de pôles expérimentales corrigées sont alors proportionnelles aux densités de pôles  $P_{hi}(\alpha, \beta)$  qui servent de base de calcul de la fonction de texture.

### Fonction de texture

La FDP donne la répartition dans l'espace des plans cristallographiques {hkl} mais n'indique pas directement comment sont orientés les cristaux individuels, d'où l'intérêt de la fonction de densité des orientations (FDO).

La fonction de texture ou fonction de densité des orientations (FDO), notée  $f(g)$ , est une fonction statistique qui décrit la fraction volumique de cristallites ayant une orientation  $g$  à  $dg$  près. Elle est décrite par la relation

$$\frac{\Delta V(g)}{V} = f(g)dg$$

Par définition, c'est une fonction toujours positive normée à l'unité sur l'ensemble des orientations :

$$\oint f(g)dg = 1 \quad \text{avec } dg = \frac{\sin \Phi}{8\pi^2} d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad \text{et } f(g) \geq 0$$

Lorsque tous les grains sont orientés de manière aléatoire la texture est isotrope et  $f(g) = 1$

La fonction de texture n'est pas directement déterminable à partir des figures de pôles en raison de la centro - symétrie de la diffraction (loi de Friedel) qui ne permet pas de distinguer les plans  $hkl$  des plans  $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$  par diffraction.

La FDO peut alors se décomposer en partie paire  $\tilde{f}(g)$  déterminée à partir des figures de pôles et en partie impaire  $\tilde{\tilde{f}}(g)$  estimée indirectement à partir de la relation :

$$f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g) \geq 0$$

Pour chacun des couples  $(\alpha, \beta)$ , les figures de pôles expérimentales fournissent la grandeur  $I_i(y)$  à partir de laquelle on calcule la densité de pôles  $P_{hi}(y)$  :

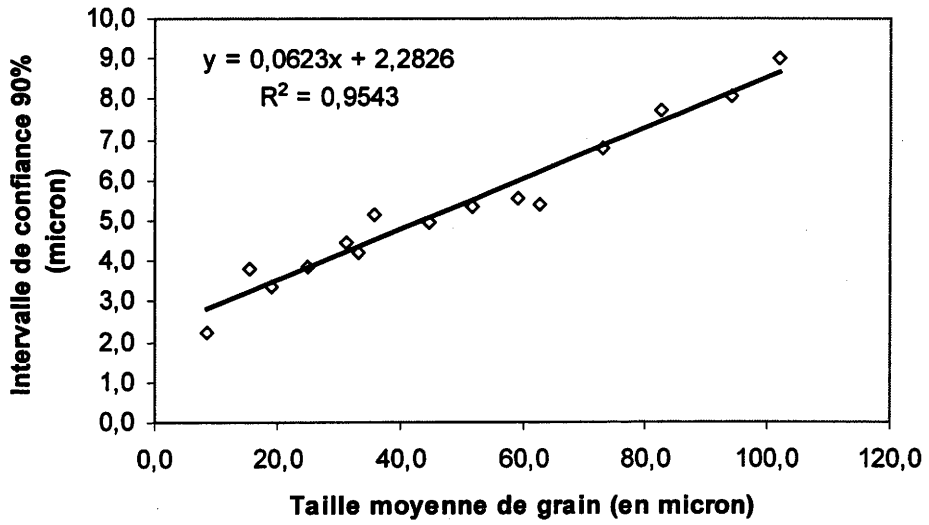
$$P_{hi}(\alpha, \beta) = N_i I_{hi}(\alpha, \beta) \text{ avec } N_i : \text{coefficient de normalisation}$$

L'indice  $hi$  représente la figure de pôles mesurée ; le calcul de la FDO nécessitant la mesure de plusieurs figure de pôles.

La détermination de la fonction de texture  $f(g)$  nécessite la résolution de la relation qui lie les fonctions de densité des pôles  $P_{hi}$  et la fonction de densité des orientations  $\tilde{f}(g)$  :

$$P_{hi}(\alpha, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{hi//y} \tilde{f}(g) dg$$

L'analyse de texture consiste à résoudre cette relation en utilisant une méthode appropriée. La méthode retenue au LETAM réside dans le développement d'harmoniques sphériques proposé initialement par Bunge[156] et Roe[157].



**Figure a3.1**

Intervalle de confiance estimé en fonction de la taille de grain

**ANNEXE 3****PLAN D'EXPERIENCES**Estimation de la variance des mesures de taille moyenne de grains

La valeur moyenne de la taille de grains pour chaque essai est caractérisée par une variance qui augmente linéairement avec l'accroissement de la taille moyenne de grains. L'incertitude sur la mesure de la taille moyenne de grain est d'environ  $\pm 0,06$  fois la taille moyenne de grain (**figure a3.1**).

En effectuant la transformation  $y = \ln(D)$ , l'incertitude sur  $y$  est constante et égale à  $\pm 0,06$  ( $y$  et  $D$  sont respectivement la réponse du plan d'expérience et  $D$  le diamètre moyen du grain pour chaque essai). Cette transformation permet de stabiliser la variance dans tout le domaine d'étude (NF ISO 5725).

Matrice d'expérience

La matrice du plan complet  $2^4$  (4 facteurs à 2 niveaux) comporte 16 essais. Cette matrice vérifie la relation

$$X'X = nI \quad \text{où } X \text{ est la matrice d'expérience, } 'X \text{ sa matrice transposée, } I \text{ la matrice unité et } n = 2 \text{ et multiple de } 4$$

Les matrices qui vérifient ce critère sont des matrices d'Hadamard. Les estimations des effets des paramètres, des interactions entre paramètres et de la moyenne sont obtenues avec la variance minimale de Gauchy-Schartz soit :

$$Var_{\text{effet}} = \frac{Var(y)}{16} \quad (\text{Var } (y) \text{ désigne la variance sur les mesures de la taille moyenne de grains}).$$

Calcul des effets des paramètres et des interactions entre paramètres

Si  $y_1$  est la réponse à l'essai n°1,  $y_2$ , la réponse à l'essai n°2 etc..., l'effet global du facteur est la différence entre la moyenne des réponses au niveau haut de ce facteur et la moyenne des réponses au niveau bas de ce facteur. L'effet moyen de A au niveau i noté  $E_{Ai}$  peut alors s'écrire :

$$E_{Ai} = \frac{\sum y_{Ai}}{n_{Ai}} - \frac{\sum y}{n}$$

avec  $n_{Ai}$  et  $n$  respectivement le nombre de réponses  $y_{Ai}$  et le nombre de réponses total  $y$ .

N° essai	Moy	Tx. déf. A	θ°C B	AB	Temps C	AC	BC	∅ Initial D	AD	BD	CD	Répon -se Ln D
1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	1	3,43
2	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	2,07
3	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	3,79
4	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	3,21
5	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	4,07
6	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	2,94
7	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	4,54
8	1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	4,28
9	1	-1	-1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	3,58
10	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	2,70
11	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	3,94
12	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	3,43
13	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	4,14
14	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	3,49
15	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	4,62
16	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	4,42
<b>Effet</b>	<b>3,675</b>	<b>-0,344</b>	<b>0,327</b>	<b>0,118</b>	<b>0,405</b>	<b>0,076</b>	<b>0,009</b>	<b>0,123</b>	<b>0,064</b>	<b>-0,051</b>	<b>-0,019</b>	

**Tableau a3.1** Matrice de calcul des effets des paramètres et interaction entre paramètres

	A	B	AB	C	AC	BC	D	AD	BD	CD	résidus
ddl	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	5
Variance	1,897	1,714	0,221	2,625	0,091	0,001	0,230	0,066	0,003	0,012	0,008
F <sub>exp</sub>	224,6	202,9	26,2	310,8	10,8	0,1	27,3	7,9	0,4	1,4	
F <sub>theo</sub>	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	6,61	
F <sub>exp</sub> > F <sub>theo</sub>	oui	oui	oui	oui	oui	non	oui	oui	non	non	
Contrib %	0,274	0,248	0,032	0,38	0,013	0,0002	0,0334	0,0097	0,0005	0,0017	0,006

**Tableau a3.2** Analyse de la variance et signification des effets et interactions.  
(A : taux de réduction, B : température, C : temps, D : diamètre initial)

L'interaction  $I_{AiBj}$  sera recherchée à partir des résultats moyens des essais réalisés lorsque le facteur A se trouve au niveau  $i$  et B au niveau  $j$ . Mais les effets principaux interviennent également. Nous pouvons donc écrire :

$$EI_{AiBj} = \frac{\sum y_{AiBj}}{n_{AiBj}} - \frac{\sum y}{n} - E_{Ai} - E_{Bj}$$

Seules les interactions entre deux paramètres sont étudiées afin de disposer d'un nombre de degrés de liberté suffisant pour apprécier le résidu (écart entre la réponse du modèle et la valeur observée)

L'ensemble des résultats est représenté dans la matrice des effets et interactions **tableau a3.1**

### Signification des effets (Analyse de la variance ) et modélisation

La méthode d'analyse de la variance permet de tester statistiquement l'influence de chaque facteur et interaction sur la taille moyenne de grains.

Cette méthode permet de scinder la dispersion de la caractéristique à laquelle on s'intéresse en deux parts :

- celle qui est imputable aux facteurs contrôlés
- celle qui est imputable aux variables perturbatrices regroupées sous la dénomination « erreurs expérimentales ».

et à distinguer les variations significatives de celles qui ne le sont pas.

Pour cela, on compare la variance qu'induit le passage d'un niveau bas à un niveau haut (variance de l'effet) et la variance de la résiduelle due à tout ce qui n'est pas implicitement pris en compte dans le modèle (qui entraîne une variabilité des réponses aux niveaux de chaque facteur étudié).

Les résultats sont rassemblés dans le **tableau a3.2**

Notion de degré de liberté (ddl) d'une action ou nombre de mesure(s) nécessaire(s) à l'étude de son effet

- le nombre de degrés de liberté d'un facteur est égal au nombre de niveaux du facteur moins 1.
- le nombre de degrés de liberté d'une interaction est le produit des ddl de chaque facteur
- le nombre de ddl total est le nombre d'expériences moins 1
- le ddl du bruit (ou erreur) est égal au ddl total moins la somme des ddl des facteurs et interactions.

Le nombre minimal d'expériences à réaliser est égal au nombre de ddl du modèle étudié (On parle alors de plan saturé). Mais pour réaliser l'analyse de la variance afin de détecter les effets significatifs il est prudent de conserver un nombre de ddl suffisant pour pouvoir déterminer la contribution des résidus

**Résultats - Calcul des différents termes du tableau :**

**Résultat 1**

Si par hypothèse, les effets réels moyens d'un facteur A sont nuls, alors :

$$\hat{V}(A) = \frac{\frac{N}{n_A} \sum_{i=1}^{i=n_A} (E_{Ai})^2 \rightarrow SCE_A}{(n_A - 1) \rightarrow ddl(A)}$$

N : nombre total d'essais dans le plan d'expérience  
 n<sub>A</sub> : nombre de niveaux du facteur A  
 E<sub>Ai</sub> : Effet de A au niveau i  
 SCE<sub>A</sub> : somme des carrés des écarts

est une estimation de la variance σ<sup>2</sup> de la loi de variabilité naturelle de la réponse y (variance de répétition).

**Résultat 2**

Si par hypothèse, les effets réels d'une interaction AB sont nuls, alors :

$$\hat{V}(AB) = \frac{\frac{N}{n_A n_B} \sum_{i,j=1}^{i=n_A; j=n_B} (I_{A_i B_j})^2 \rightarrow SCE_{AB}}{(n_A - 1)(n_B - 1) \rightarrow ddl(AB)}$$

avec : I<sub>A<sub>i</sub>B<sub>j</sub></sub> effet de l'interaction AB avec A au niveau i et B au niveau j

est une estimation de la variance σ<sup>2</sup> de la loi de variabilité naturelle (supposée normale) de la réponse y.

**Résultat 3**

Une estimation (de référence) de σ<sup>2</sup>, indépendante des précédentes est donnée par :

$$\hat{V} = \frac{[SCE(Y) - \sum SCE(actions)]}{ddl(r)} \quad \text{avec : } SCE(Y) = ddl(Y) \cdot \hat{V}(Y) = (n - 1) \cdot \sigma_{n-1}^2(Y) \quad \text{et}$$

ddl (r) : nombre de degrés de liberté pour apprécier le résidu.

**Le test de Fischer-Snedecor :**

On compare les variances des actions (A, B...AB, AC etc) avec la variance de la résiduelle. Pour ce faire, on forme le rapport de Fischer-Snedecor suivant :



$$F_{\text{expérimental}} = \frac{\text{Variance action}}{\text{Variance résiduelle}}$$

Pour que l'action (facteur ou interaction) soit significative, il est nécessaire que le rapport  $F_{\text{expérimental}}$  soit supérieur au nombre de Fischer théorique tabulé. Ce dernier correspond aux ddl des numérateurs et dénominateurs de chacun des rapports de Fischer-Snédecor et ce pour un risque donné (généralement 5%).

$$F_A = \frac{V_A}{V_r} \geq F_{\text{théorique}}(ddl_A; ddl_r)$$

Si la valeur du F calculée est supérieure à la valeur critique du seuil choisi, le test est jugé statistiquement significatif, l'effet du facteur correspondant est alors mis en évidence. D'après le tableau d'ANAVAR final, pour un risque accepté de 5%, tous les facteurs sont significatifs même si la contribution de la taille de grains initiale est peu importante. Il existe une forte interaction entre le taux de réduction et la température.

**BIBLIOGRAPHIE**

- [1] **Directive 94/27/CE du parlement européen et du Conseil du 30 juin 1994 relative à la limitation de la mise sur le marché et de l'emploi de certaines substances et préparations dangereuses**, Journal officiel n° L188 du 22/07/94-annexe 28, Nickel et ses composés.
- [2] **H.F. Hildebrand, C. Veron, P. Martin** *Les alliages dentaires en métaux non précieux et l'allergie*, J. Biol. Buccale, 1989, 17, p 227
- [3] **J. Goldberg and C.J. Burstone** *An Evaluation of Beta Titanium Alloys for Use in Orthodontic Appliances*, J Dent Res, 1979, 58 n°2, p 593-599
- [4] **C.J. Burstone** *Variable Modulus orthodontics*, Am J. Orthod., 1981, 83, p 374-381
- [5] **C.J. Burstone, J.J. Baldwin, D.T. Lawless** *The application of Continuous Forces to Orthodontics*, Angle Orthod., 1961, 31, p14
- [6] **R.S. Quinn, M.S. Yoshikawa** *A reassessment of force magnitude in orthodontics*, Am J. Orthod, 1985, 88, p 252-260
- [7] **C.J. Burstone and A.J. Goldberg** *Beta Titanium: A New Orthodontic Alloy American Journal of Orthodontics*, 1980, 77 n°2, 121-132
- [8] **F. Flageul** *L'utilisation orthodontique des alliages dits "à mémoire de forme"*, Rev. orthop. Dento Faciale, 1988, 22, p 31-38
- [9] **A.J. Goldberg, R. Vanderby, Jr and C.J. Burstone** *Reduction in the Modulus of Elasticity in Orthodontic Wires*, J. Dent. Res, 1977, 56 n°10, p 1227-1231
- [10] **S. Kapila, R. Sachdeva** *Mechanical properties and clinical applications of orthodontics wires*, Am. J. Orthod, 1989, 96, p 100-109
- [11] **A.J. Goldberg, J. Morton and C.J. Burstone** *The Flexure Modulus of Elasticity of Orthodontic Wires*, J. Dent. Res, 1983, 62, p 856-858
- [12] **M.K. Asgharnia and W.A. Brantley** *Comparison of Bending and Tension Tests for Orthodontics Wires*, American Journal of Orthodontics, 1986, 89, p 228-236

- [13] **S.R. Drake, D.M. Wayne, J.M. Powers, K. Asgar** *Mechanical properties of orthodontic wires on tension, bending and torsion*, Am. J. Orthod, 1982, 82, p 206-210
- [14] **L. Deblock, M. Lucht** *Contribution au choix du fil orthodontique*, Orthd. Fr, 1986, 57, p 227-300
- [15] **J.P. Loreille** *Critère de choix d'un fil orthodontique*, Rev. Orthop. Dento Faciale, 1988, 22, p 41-57
- [16] **G. Andreasen, R.E. Morrow** *Laboratory and clinical analyses of nitinol wires*, Am. J. Orthod, 1973, 73, p 142-151
- [17] **O. Mercier, E. Torok** *Mechanical properties of the cold-worked martensitic NiTi type alloys*, Journal de Physique colloque C4, supplément au n°12, 1982, 43, p 267-272
- [18] **C.J. Burstone, B. Qin, J.Y. Morton** *Chinese Niti wire: A new orthodontic alloy*, Am. J. Orthod, 1988, 94, p 95-103
- [19] **F. Miura, M. Mogi, Y. Ohura, H. Hamanaka** *The superelastic property of the Japanese NITI alloy wire for use in orthodontics*, Am. J. Orthod, 1986, 90, p 1-10
- [20] **F. Miura, M. Mogi, Y. Ohura, M. Karibe** *The super-elastic japanese NiTi property of the Japanese NITI alloy wire for use in orthodontics*, Am. J. Orthod, 1988, 94, p 89-96
- [21] **F. Miura** *Discovery and Uses of Super-Elasticity in Clinical Orthodontics*, Dentistry in Japan, 27, p 187-195
- [22] **C.J. Burstone, A.J. Goldberg** Brevet d'invention n°7906380, University of Connecticut. U.S., 1979
- [23] **T.W. Duerig, R. Zadno** *An Engineer's Perspectives of Pseudoelasticity, Engineering aspect of SMA*, Edt. T.W Duerig, Butterworth-Heinemann Publishers, London, 1990
- [24] **R.P. Kusy, A.M. Stush** *Geometric and material parameters of a nikel-titanium and beta titanium orthodontic wires*, Dent. Mater, 1987, 3, p 207-217

- [25] **R.P.Kusy and A.R.Greenberg** *Comparison of the Elastic Properties of Nickel-Titanium and Beta Titanium arch wires*, American Journal of Orthodontics, 1982, 82 n°3, p 199-205
- [26] **C.V.Shastry and A.J.Goldberg** *The Influence of Drawing Parameters on the Mechanical Properties of Two Beta-Titanium Alloys*, J Dent Res, 1983, 62 n°10, p 1092-1097
- [27] **R.P.Kusy and A.R.Greenberg** *Effects of Composition and Cross Section on the Elastic Properties of Orthodontic Wires*, The Angle Orthodontist, 1981, 51 n°4, p 325-341
- [28] **R.J.Nikolai,W.T.Anderson and M.L.Messersmith,** *Structural Responses of Orthodontic Wires in Flexure from a Proposed Alternative to the Existing Specification Test*, Am.J. Orthod. Dentofac. Orthop, 1988, 93 n°6, p 496-504
- [29] **A.J. Goldberg, C.J. Burstone, H.A. Koenig** *Plastic déformation of Orthodontic Wires*, J. Dent. Res, 1983, p 1016-1019
- [30] **S.E. Khier, W.A. Branthley, R.A. Fournelle** *Bending properties of superelastic and non superelastic nikel-titanium orthodontic wires*, Am. J. Orthod, 1991, 99, p 310-318
- [31] **S.B.Ingram,Jr.,D.P.Gipe, R.J.Smith** *Comparative Range of Orthodontic Wires* Am. J. Orthod. Dentofac.Orthop, 1986, 90 n°4, p 296-307
- [32] **M.J.Blackburn, J.A. Feeney** *Stress-Induced Transformation in Ti-Mo*, J. Inst. Of Metals,1971, 99, p 132-134
- [33] **Concil on Dental Materials and devices** *New American Dental Association Specification N° 32 for Orthodontic Wires not Containing Precious Metals*, 1977, 95, p 1169-1171
- [34] **C.J. Burstone, A.J. Goldberg** *Maximum forces and deflexions from orthodontic appliances*, Am. J. Orthod, 1983, 84, p 95-103
- [35] **C.L. Dunlop, S.K. Vincent, B.F. Barker** *Allergic reaction to orthodontic wires: report of case*, J. Am Dent. Ass, 1989, 118, p 449
- [36] **M.R. Grimsdottir, A. Hensten-Pettersen, A; Kullmann** *Cytotoxic effect of orthodontic appliances*, Eur. J. Orthod, 1992, 14, p 47

- [37] **B. Schwaninger, N.K. Sarkar, B.E. Foster** *Effect of long term immersion corrosion on flexural properties of nitinol*, Am. J. Orthod, 1982, 82, p 45-50
- [38] **H.Y. Park, T.R. Shearer** *In vitro release of nickel and chromium from simulated orthodontics appliances*, Am. J. Orthod, 1983, 84, p 156-159
- [39] **K.R. Nelson, C.J. Burstone and A.J. Goldberg** *Optimal Welding of Beta Titanium Orthodontic Wires*, Am.J.Orthod.Dentofac.Orthop, 1987, 92 n°3, p 213-219
- [40] **M.T. Donovan, J. Jin-Jong Lin, WA. Brantley, JP. Conover** *Weldability of beta titanium arch wires*, Am J. Orthod., 1984, 85, p 207-206
- [41] **E. Patoor, A. Eberardt, M. Berweiler** *Micromechanical modelling of superelasticity in shape memory alloys*, Journal de physique IV, 1995, colloque C1, vol.6, p 277-292
- [42] **M. Berweiler, E. Patoor** *Technologie des alliages à mémoire de forme, comportement mécanique et mise en œuvre*, Paris, edt. Hermes, 1994
- [43] **M. Cohen, G.B. Olson, P.C. Clapp** *On the classification of displacive phase transformations*, Proceedings of the International Conference on the Martensitic transformation, Cambridge-Massachussetes, 1979
- [44] **K. Otsuka, C.M. Wayman** *Pseudoelasticity and stress induced martensitic transformations*, Reviews on the deformation behavior of materials, edited by P. Feltham, Israel, 1977, vol.II, p 81-172
- [45] **Y.F. Zheng, B.M. Huang, J.X. Zhang and L.C. Zhao** *The Microstructure and Linear Superelasticity of Cold-Drawn TiNi Alloy*, Materials Science and Engineering, 2000, A279, p 25-35
- [46] **K. Otsuka, K. Shimizu** *Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys* Int. Metals Reviews, 1986,31, p 93-114
- [47] **C.Y. Lei, M.H. Wu, L.McD. Schetky, C.J. Burstone** *Development of pseudoelastic beta titanium orthodontic wires*, Int. Conf. (Wayman symposium) Urbana, Illinois, 1996, p 413-418
- [48] **M. Takeuchi, H. Tada** *Ti-V-Al based superelasticity alloy*, US patent 6,319,340 B, nov. 2001,.

- [49] **W.V. Moorlegem, A. Serneels, McD. Schetky** *Medical instruments and devices and parts thereof using schape memory alloys*, US patent n° 6,375,458 B1, avril 2002
- [50] **D.W James, D.M. Moon** *The martensite transformation in titanium alloy and its effect on mechanical properties*, Proc. Int. Conf. - Inst. Of Metals 24-25 mai, edited by Jaffee, 1968, p 767-777
- [51] **W.F.Ho, C.P.Ju and J.H.Chern Lin** *Structure and Properties of Cast Binary Ti-Mo Alloys*, *Biomaterials*, 1999, 20, p 2115-2122
- [52] **C.F.Yolton, F.H.Froes and R.F.Malone** *Alloying Element Effects in Metastable Beta Titanium Alloys*, *Metallurgical Transactions A*, 1979, 10A, p 132-133
- [53] **B.Gelas, M. Armand, L. Seraphin, R. Tricot** *Titane et alliages de titane*, *Techniques de l'ingénieur M557*
- [54] **P.J. Bania** *Beta titanium alloys and their rôle in the titanium industry* *Beta titanium alloys*, edis. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie, 1994, p 7-19
- [55] **S. Ankem, S.R. Seagle** *Heat traitement of metastable beta titanium alloys*, *Beta Titanium Alloys in the 1990's*, p 107-126
- [56] **T. Ahmed, M. Long, J. Silvestri, C. Ruiz and H.J. Rack** *A New Low Modulus, Bicompatible Titanium Alloy*, *Titanium'95: Science and Technology*, 1995, p 1760-1767
- [57] **K.Wang, L.Gustavson and J.Dumbleton** *The Characterization of Ti-12Mo-6Zr-2Fe - A new Biocompatible Titanium Alloy Developed for Surgical Implants*, *Beta Titanium Alloys in the 1990's*, 1993, p 49-61
- [58] **K.Wang** *The Use of Titanium for Medical Applications in the USA*, *Materials Science and Engineering*, 1996, A213 p 134-137
- [59] **D. Kuroda, M. Niinomi, M. Morinaga, Y. Kato and T.Yashiro** *Design and Mechanical Properties of New Beta Type Titanium Alloys for Implant Materials*, *Materials Science and Engineering*, 1998, A243, p 244-249

- [60] **Y. Song, D.S. Xu, R. Yang, D. Li, W.T. Wu, Z.X. Guo** *Theoretical Study of the Effects of Alloying Elements on the Strength and Modulus of Beta-Type Bio-Titanium Alloys*, Materials Science and Engineering, 1999, A260, p 269-274
- [61] **M. Niinomi** *Mechanical Properties of Biomedical Titanium Alloys*, Materials Science and Engineering, 1998, A243, p 231-236
- [62] **M.Niinomi** *Recent Titanium R&D for Biomedical Applications in Japan*, JOM, 1999, 51n°6, p 32-34
- [63] **K.K. Wang, L.J. Gustavson and J.H. Dumbleton** *Microstructure and Properties of a New Beta Titanium Alloy, Ti-12Mo-6Zr-2Fe, Developed for Surgical Implants* Medical Applications of Titanium and its Alloys, 1996, p 76-87
- [64] **M. Morinaga, M. Kato, T. Kamimura, M. Fukumoto, I. Harada and K. Kubo** *Theoretical Design of Beta-Type Titanium Alloys*, Titanium'92 Science and Technology, 1993, p 217-224
- [65] **M. Morinaga, N. Yukawa, T. Maya, K. Sone and H. Adachi** *Theoretical Design of Titanium Alloys*, Sixth World Conference on Titanium, 1988, p 1601-1606
- [66] **S.R.Seagle** *Principles of Beta transformation and Heat Treatment of Titanium Alloys* Metals Engineering Institute, 1969, Edited by H.D. Kessler
- [67] **I.S. Polkin, B.A. Kolotchev** *Phase transformation, thermal and thermomechanical processing of titanium alloys*, Sixth World Conference on Titanium, 1988, p 1481-1486
- [68] **C. Leibovitch, A. Rabinkin, M. Talianker** *Phase transformation in metastable Ti-V alloys induced by high pressure treatment*, Metal.Trans, 1981, 12, p 1513-1519
- [69] **N.E. Patton, J.C. Williams** *The influence of oxygen content on the athermal beta-omega transformation*, Scripta. Met., 1973, 7, p 647-650
- [70] **J. P. Mornirolli** *Etude de la formation des martensites et de la phase oméga, dans certains alliages du titane et du zirconium*, Thèse Université Nancy I, 1974
- [71] **D. Defontaine** *Simple models for the omega transformation*, Metal. Trans. A, 1989, 19A, p 169-175

- [72] **A.W. Bowen** *Omega phase formation in metastable beta titanium alloys*, beta titanium alloys in the 80's, p 85-104
- [73] **J.C. Williams** *Kinetics and phase transformation -Critical review*, Proceedings on the 2th world conference on titanium, 1972, p 1433-1494
- [74] **C.G. Rhodes, J.C. Williams** *The precipitation of alpha phase in metastable beta phase titanium alloys*, Metal. Trans. A, 1975, 6A, p 2103-2114
- [75] **S. Hanada, O. Izumi** *The decomposition of metastable beta phase titanium alloys*, Trans. Jap. Inst. Met., 1980, 21, p 201-210
- [76] **B.S. Hickmann** *Omega phase precipitation in alloys of titanium with transition metals*, Trans AIME, 1969, p 1329-1336
- [77] **F.H. Froes, C.F. Yolton, J.M. Capenos, M.G.H. Wells, J.C. Williams** *The Relationship Between Microstructure and Age Hardening Response in the Metastable Beta Titanium Alloy Ti-11,5 Mo-6 Zr-4,5 Sn (Beta 3)*, Metallurgical Transactions A, 1980, 11A, 21-31
- [78] **E.S.K. Menon, J.K. Chakravarty, S.L. Wadekar, S. Banerjee** *Stress Induced Martensitic Transformation in Ti-20V*, Journal de physique, C4, supplément au n°12, 1982, 43, p 321-326
- [79] **H.M. Flower** *The Plastic Deformation of Metastable Beta Titanium Alloys* Titanium Science and technology, 1984, 3, p 1651-1658
- [80] **D. Pionnier** *Etude de la transformation de phase bêta/alpha" induite sous contrainte dans l'alliage de titane Beta Cez*, thèse Université de Metz, 1997
- [81] **T. Sugimoto, M. Ikeda, S. Komatsu, K. Sugimoto and K. Kamei** *Shape Recovery and Phase Transformation Behavior in Ti-Mo-Al-Sn-Zr Alloys*, Sixth World Conference on Titanium, 1988, p 1069-1074
- [82] **M. Y. Kollerov, A.A. Ilyin, D. Y. Makarenkov, M. Y. Brun** *Martensitic transformations and shape memory effect in titanium alloys*, Titanium ' 95 Science and technologie, 1995, p 2571-2578
- [83] **H. Sasano, T. Suzuki** *Shape memory effect in Ti-Mo alloys*, 5th proc.Int. Conf. Of Titanium, 1988, 3, p 1167-1674



- [84] **H. Ohyama, H. Hakamori, T. Maki, Y. Ashida** *Effects of cold deformation on the morphology of alpha precipitates in beta titanium alloys*, ISIJ International, 1992, 32, p 222-231
- [85] **S. Hanada, A. Takemura and O. Izumi** *The Mode of Plastic Deformation of Beta Ti-V Alloys*, Transactions of the Japan Institute of Metals, 1982, 23 n°9, p 507-517
- [86] **S. Hanada, M. Ozeki and O. Izumi** *Deformation Characteristics in Beta Phase Ti-Nb Alloys*, Metallurgical Transactions A, 1985, 16A, p 789-795
- [87] **S. Hanada, T. Yoshio and O. Izumi** *Effect of Plastic Deformation Modes on Tensile Properties of Beta Titanium Alloys*, Transactions of the Japan Institute of Metals, 1986, 27 n°7, p 496-503
- [88] **S. Hanada and O. Izumi** *Transmission Electron Microscopic Observations of Mechanical Twinning in Metastable Beta Titanium Alloys*, Metallurgical Transactions A, 1986, 17A, p 1409-1419
- [89] **S. Hanada, O. Izumi** *Correlation of tensile properties, deformation modes and stability in commercial beta-phase titanium alloys*, Metallurgical transaction, 1987, 18, p 265-271
- [90] **M. Oka and Y. Taniguchi** *Stress-Induced Products in Meta-Stable Beta Ti-Mo and Ti-V Alloys*, 1978, 42, p 814-820
- [91] **M. Oka, Y. Taniguchi** *Crystallography of stress-induced products in metastable beta Ti-Mo alloys*, J. of Japan Institute of Metals, p 711-715
- [92] **R.H. Richmann** *The diversity of twinning in body centered cubic structures*, Deformation twinning, edited by R.E. Reed-Hill, 1964, p 238-278
- [93] **S. Ishiyama and S. Hanada** *Effect of Zr, Sn and Al Addition on Mechanical Properties of Metastable Beta Titanium Alloys*, Titanium'92 Science and Technology, 1993, p 1947-1954
- [94] **M. Oka and Y. Taniguchi** *Deformation Twins in a Ti-15,5 Pct V Alloy*, Metallurgical Transactions A, 1979, 10A, p 651-653
- [95] **H. Ohyama and T. Nishimura** *Effect of Al and Sn on Deformation Mode in Ti-V Based Beta Titanium Alloy System*, Titanium'95: Science and Technology, 1995, p 2273-2280

- [96] **S. Ishiyama, S. Hanada, O. Izumi** *Effect of Zr, Sn, Al additions on deformation mode and beta phase stability of metastable beta Ti alloys*, ISIJ International, 1991, 31, p 807-813
- [97] **T. Grosdidier, M.J. Philippe** *Les mécanismes de déformation à température ambiante du Bêta-CEZ à l'état trempé: leur influence sur certaines propriétés mécaniques*, La revue de métallurgie, 2000, mai, p 639-647
- [98] **F. Zimmermann** *Etude des mécanismes de déformation à froid et du comportement de l'alliage titane Bêta CEZ après différents traitements thermomécaniques*, Thèse- Université de Metz, 99
- [99] **F.H. Froes, J.M. Capenos, M.G. Wells** *Alloy partitioning in Beta III and effect on aging characteristics*, Proceedings of second internat. Conf. On Titanium, Jaffe and Burte, plenum press 1973, vol. 3, p 1621-1633
- [100] **T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter and P. Fischer** *Formation and Reversion of Stress Induced Martensite in Ti-10V-2Fe-3Al*, Acta Metallurgica, 1982, 30, p 2161-2172
- [101] **T.W. Duerig, R.M. Middleton, G.T. Terlinde, J.C. Williams** *Stress assisted transformation in Ti-10V-2Fe-3Al*, Titanium'80 Science and technologie, 1980, 2, p 1503-1512
- [102] **T. Grosdidier, C. Roubaud, M.J. Philippe, S. Zaefferer, M. Zandona, E. Gautier, Y. Combres** *Structure / déformation Relationship in a beta metastable Ti-alloy*, Mecamat'95, Edited by C. LExcellent, E. Patoor, E. Gautier, 1995, p 435-444
- [103] **T.W. Duerig, G.T. Terlinde, J.C. Williams** *Phase Transformations and Tensile Properties of Ti-10V-2Fe-3Al*, Metallurgical Transactions A, 1980, 11A, p 1987-1998
- [104] **Y. Ohmori, T. Ogo, N. Kiyomichi, S. Kobayashi**, *Effects of omega phase on beta-alpha, alpha " transformations in a metastable beta titanium alloy*, Materials Sciences and engineering A, 2001, A312, p 182-188
- [105] **M.J. Blackburn and J.C. Williams** *Phase Transformations in Ti-Mo and Ti-V Alloys*, Transactions of the Metallurgical Society of Aime, 1968, 242, p 2461-2469
- [106] **T.W. Duerig, J.C. Williams** *Microstructure and Properties of Beta Titanium Alloys* Beta Titanium Alloys in the 1990's, p 19-63

- [107] **L. Séraphin, R. Molinier, R. Tricot, R. Castro** *Principaux aspects des traitements thermiques de l'alliage Bêta III, 3eme journée d'étude du titane et de ses alliages*, Nantes, 17-18 mai 1973
- [108] **O.A. Yelkina, R.M. Lerinman** *Structural variations during the formation and ageing of a metastable beta titanium alloy of Ti-Mo*, Phys.met.Metall., 1979, 45, p 78-83
- [109] **J.A. Robertson. A.M. Adair** *Effects of combined high and low temperature deformation processing of Beta III titanium*, Metal. Transaction, 1972, 3, 1967, p 1972
- [110] **J.A. Roberson, S. Fujishiro, V.S. Arunachalam and C.M. Sargent** *Stress Induced Transformations in Beta 3 Ti Alloy Single Crystals*, Metallurgical Transactions A, 1974, 5, p 2317-2322
- [111] **M. Hida, E.Sukedai, C. Henmi, K. Sakaue and H.Terauchi** *Stress Induced Products and Ductility Due to Lattice Instability of Beta Phase Single Crystal of Ti-Mo Alloys*, Acta Metallurgica, 1982, 30, p 1471-1479
- [112] **Y. Takemoto, M. Hida, A. Sakakibara** *Martensitic {332}<113> twin in beta type Ti-Mo alloy*, J. Japan Ins. Metals, 1996, 60, p 1072-1078
- [113] **H.J. Rack, D. Kalish, K.D. Fike** *Stability of as-quenched Beta III titanium alloy*, Materials Science and Engineering, 1970, 16, p 181-198
- [114] **H. Nakano, K. Satoh, R. Norris, T. Jin, T. Kamegai, F. Ishikawa, H. Katsura** *Mechanical properties of several NI-TI alloy wires in three point bending tests*, American Journal of Orth. and Dento. Orthopedics, 1999, 115, p 390-395
- [115] **N.E.Paton, O. Buck, J.C. Williams** *Hydrogen in Beta Phase Titanium Alloys* Scripta Met., 1975, 9, p 687
- [116] **J.E. Costa, D. Baerjee, J.C. Williams** *Hydrogène effect in beta titanium alloys*, Beta Titanium Alloys in the 1980's, 1984, p 69-83
- [117] **A. Henry** *Relations microstructures-propriétés d'emplois dans l'alliage de titane Bêta* - CEZ Thèse- Université de Paris VII, 1993

- [118] **V.C. Petersen, J.B. Guernsey and H.A. Johnson** *Properties and Applications of Beta III Titanium*, AIAA 5th Annual Meeting and Technical Display, 1968, p 1-6
- [119] **J.A. Feeney and M.J. Blackburn** *Effect of Microstructure on the Strength, Toughness and Stress - Corrosion Cracking Susceptibility of a Metastable Beta Titanium Alloy*, Metallurgical Transactions A, 1970, 1, p 3309-3323
- [120] **V.C. Petersen, F.H. Froes and R.F. Malone**, *Metallurgical Characteristics and Mechanical Properties of Beta III a Heat-Treatable Beta Titanium Alloy*, Materials Research Center, Pittsburgh, Pennsylvania, 1969-1980
- [121] **G. Vigier, J. Merlin et P.F. Gobin** *Etude de la Décomposition de la Solution Solide dans l'Alliage de Titane Beta III par variation de module d'élasticité*, Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie, 1975, p 677-684
- [122] **S. G. Fedotov** *The science Technology and Application of titanium* edited by Jaffee, 1973
- [123] **M. Hansen, M. Anderko**, *Constitution of binary alloys*, Mc. Graw Hill Book co, New York, Toronto, London, 1958, p976
- [124] **A.W. Bowen** *On the strengthening of a metastable beta titanium alloys by omega et alpha precipitation*, Titanium'80 Science and technologie, 1980, p 1318-1326
- [125] **M.K. Koul, J.F. Breedis** *Acta. Met*, 1970, 18, p 579
- [126] **A. J. Goldberg, C.V. Shastri** *Age hardening of orthodontic beta titanium alloys*, Journal of biomedical Materials research, 1984, 18, 155-163
- [127] **Y. Liu, H. Xiang** *Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi*, Journal of Alloys and Compounds, 1998, 270, p 154-159
- [128] **F. Moreau, A. Tidu, P. Barbe, A. Eberrardt, J.J. Heizmann** *Study of CuAl/Be Shape memory alloys by X-ray diffraction*, Journal de physique IV, vol. 5, C2, 1995, p 269
- [129] **R.H. Hiltz** *Stress-Induced Martensite Transformation of Beta Titanium*, Trans. of the Met. Society of AIME, 1959, 216, p 138-143

- [130] **C.J. de Araujo, M. Morin, G. Guénin** *Electro-thermomechanical behavior of a Ti-45Ni-5Cu (at%) alloy during shape memory cycling*, Materials Science and Engineering, A273-275, p 305-309
- [131] **C.H. Gonzalez** *Etude du comportement électro-thermomécanique et de la stabilisation martensitique d'alliages monocristallins AMF base cuivre*, Thèse INSA Lyon 2002
- [132] **M. Ikeda, S-Y. Komatsu, T. Sugimoto and K. Kamei** *Relation between Electrical Resistivity and Phase- Constitution in Metastable Beta Ti-Nb Alloys*, Titanium'92 Science and Technology, 1993, 697-704
- [133] **S. Ikeda, S. Y Komatsu, T Sugimoto, K. Kamei** *Négative transformation dépendance of electrical resistivity in Ti-Mo binary alloys*, Sixth World Conference on Titanium, 1988, p 313-318
- [134] **N.R. Ecob, B. Ralph** *Effect of grain size on flow stress of textured Zn alloy*, Metal. Science, 1983, 17,p 317-324
- [135] **P. Laheurte** *Effet de la taille de grain sur la déformation plastique de l'alliage de titane bêta métastable Ti-20V*, Thèse CNAM, Metz, 1993
- [136] **S. Ankem, C.A. Greene** *Recent developments in microstructure/property relation ships of beta titanium alloy*, Materials and engineering, 1999, A263, p 127-131
- [137] **A.Ramesh** *M.S Thesis - Université of Maryland, College park, MD, 1998*
- [138] **S. Kajiwara** *Role of dislocations and grain boundaries in martensite nucleation*, Metal. Transaction A, 1986, p 1693-1702
- [139] **F.J. Gil, J.A. Planell** *Behaviour of normal grain growth kinetics in single phase titanium and titanium alloys*, Materials Science and Engineering A, 2000, p 17-24
- [140] **G. Mur** *Grain growth of NiTi alloy and its influence on the martensitic transformation temperatures and thermodynamic parameters*, Titanium'95 Science and Technology, p 2399-2405

- [141] **B.B. Rath, R.J. Lederich, C.F. Yolton and F.H. Froes** *Recrystallization and Grain Growth in Metastable Beta III Titanium Alloy*, Metallurgical Transactions A, 1979, 10A 1013, p 1019
- [142] **F.H. Froes, J.M. Capenos, C.F. Yolton** *Decoration of Plastically Strained Regions in Metallic Systems*, Metallography, 1976, 9, p 535-537
- [143] **F.H. Froes, C.F. Yolton, J.P. Hirth** *Grain growth of in Beta III titanium*, Mecamat'95, edited by C. Lexellent, E. Patoor, E. Gautier, 1995, p 185-205
- [144] **H. Ohyama, A. Takemura and T. Nishimura** *Estimation of Recrystallized Grain Size Under Continuous Annealing of Cold-Rolled Beta Titanium Alloy strips* Titanium'92 Science and Technology, 1993, p 579-586
- [145] **M. Vigier** *Pratique des Plans d'expériences- Méthodologie Taguchi*, Edt. d'organisations, 1988
- [146] **R.T. Dehoff, N.R. Rhines** *Microscopie quantitative*, édition Masson, Paris, 1972
- [147] **J. Goupy** *La méthode des plans d'expériences*, éd. Dunod, 1988
- [148] **T. Hamada, T. Sodeoka and M. Miyagi** *Shape Memory Effect of Ti-Mo-Al Alloys*, Proc. Int. Conf. of Titane, 1988, 2, p 877-889
- [149] **L.C. Schetky, M.H. Wu, C.Y. Loi, C.J. Burstone** *Pseudolastic beta titanium alloys and uses therefor*, US Patent 6,258,182 B1, 2001.
- [150] **M. Ikeda, S-Y. Komatsu, T. Sugimoto, K. Kamei, T. Suzuki and Y. Shiba** *Effect of Beta Stabilizer Content on Low Temperature Aging Behavior of Beta Ti Alloys* Titanium'95 Science and Technology, 1995, p 2486-2493
- [151] **J.C. Williams, B.S. Hickman, and H.L. Marcus** *The Effect of Omega Phase on the Mechanical Properties of Titanium Alloys*, Metallurgical Transactions, 1971, 2, 1913-1919
- [152] **R.A. Cohen, R.J. Nikolai, G.D. Cohen** *On flexural stiffnesses and elastic range of orthodontics wires*, J. Dent. Res., 1984, 63, p 295
- [153] **L. Deblock** *Communications privées*

- [154] **T. Grodidier, M.J. Philippe** *Deformation induced martensite and superelasticity in a beta metastable titanium alloy*, Mat. Science and Engineering A291, 2000, p 218-223
- [155] **M. Humbert**, thèse de Doctorat d'état, Université de Metz, 1987
- [156] **H.J. Bunge**, Zeitschrift für Metallkunde, 56,1965, p 872
- [157] **R.J. Roe**, Journal of Appl. Phys., vol 36, 1965, p 2024