

Détermination des propriétés thermiques de l'alliage Ti-6Al-4V pour l'étude du cisaillement adiabatique

Romain PAWELKO^{1*}, Julie CEDELLE¹, Xingkai WANG¹, Vincent PINA¹, Philippe HERVÉ¹

¹Laboratoire d'Energétique, Mécanique, Electromagnétisme ; Université Paris Ouest -92410 Ville d'Avray ; France

*(auteur correspondant : romainpawelko@gmail.com)

Résumé - Nous présentons ici deux méthodes expérimentales permettant de caractériser la conductivité thermique et l'émissivité du Ti-6Al-4V. La mesure d'émissivité est réalisée à l'aide d'une enceinte refroidie à l'azote liquide (77K) et d'un spectromètre à transformée de Fourier, ce système permet de mesurer directement l'émissivité des échantillons dans l'infrarouge. La mesure de conductivité thermique utilise la méthode de la source plane transitoire. Les résultats obtenus sont en adéquation avec ceux de la littérature.

Nomenclature

C	capacité calorifique volumique, $MJ.m^{-3}.K^{-1}$	<i>Symboles grecs</i>	
C_1	première constante de Planck, $W.m^{-2}.\mu m^{-4}$	α	diffusivité thermique, $m^2.s^{-1}$
C_2	seconde constante de Planck, $\mu m.K$	ε	émissivité
L	luminance, $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$	Ψ	erreur relative sur la température
L^0	luminance de corps noir, $W.m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$	κ	conductivité thermique, $W.m^{-1}.K^{-1}$
t	temps, s	λ	longueur d'onde, μm
T	température, K	θ	angle d'incidence, deg
		<i>Indices et exposants</i>	
		<i>amb</i>	ambient
		<i>ech</i>	échantillon
		<i>mes</i>	mesurée
		<i>vrai</i>	vrai

1. Introduction

Le cisaillement adiabatique est un mode de rupture spécifique caractérisé par une déformation plastique localisée provoquant, par dissipation intrinsèque, une élévation importante de la température (pouvant dépasser 1000°C dans le cas du Ti-6Al-4V [1], [2]). L'étude de la dissipation de l'énergie lors de la formation des bandes de cisaillement adiabatique nécessite de mesurer l'évolution des champs de température pendant la sollicitation. Le procédé le plus adapté à ce type d'observation est la pyrométrie infrarouge car c'est une méthode non intrusive et capable de mesurer des phénomènes rapides. L'inconvénient de la pyrométrie infrarouge est sa sensibilité à l'émissivité (noté ε) du matériau observé. Afin d'obtenir des mesures exploitables, il est indispensable de connaître ε avec une bonne précision.

La première partie de cet article se penchera donc sur la mesure de l'émissivité du Ti-6Al-4V. Plusieurs mesures ont été conduites en utilisant une enceinte refroidie à 77K et un spectromètre à transformée de Fourier. Les résultats ont aussi permis de caractériser les lignes de changement de phase de second ordre de notre alliage. Ces changements de phases se traduisent par un point d'inflexion sur ε exprimé en fonction de la température, la détermination de ce point nous permet d'avoir un repère en température précis lors de mesures radiométriques [1].

La seconde partie de l'article s'intéressera à la détermination de la conductivité thermique (noté κ) du Ti-6Al-4V. La diffusivité thermique a une forte influence sur la largeur des bandes de cisaillement adiabatique et leur vitesse de propagation [3]. Bien que les valeurs de chaleur massique et de masse volumique trouvées dans la littérature semblent s'accorder entre elles [4], ce n'est pas le cas de la conductivité thermique, en effet ce paramètre étant sensible à la microstructure, il peut varier d'un échantillon de Ti-6Al-4V à l'autre. L'évaluation de κ est essentielle si l'on souhaite pouvoir modéliser l'évolution du cisaillement adiabatique. Les mesures ont été effectuées à plusieurs températures en utilisant la méthode de la source plane transitoire.

2. Propriétés de l'alliage Ti-6Al-4V

Le Ti-6Al-4V fait partie des alliages α - β faiblement stabilisés, sa composition est donnée Tableau 1. La réponse aux traitements thermiques de cet alliage est directement liée à la quantité de phase β après trempe et à son instabilité, il présente de bonnes propriétés à température ambiante grâce à sa teneur relativement élevée en aluminium. Cet alliage possède différentes microstructures selon le chemin du traitement thermique ou thermomécanique. Cela procure au Ti-6Al-4V une grande variété de propriétés notamment mécaniques.

Désignation	Composition nominale (% massique)			Taux d'impuretés maximum (% massique)			
	Al	V	N	C	H	Fe	O
Ti-6Al-4V (TA6V)	6	4	0,05	0,1	0,0125	0,3	0,2

Tableau 1: Composition de l'alliage Ti-6Al-4V [14]

Le Ti-6Al-4V est un alliage ternaire, ce mélange peut être décrit à l'aide d'un diagramme de phase ternaire. La Figure 1 représente le coin riche en titane du diagramme Ti-Al-V et indique par un point la composition du Ti-6Al-4V. À 800°C et 900°C l'alliage présente une phase α + β , à 1000°C l'alliage présente une phase β . De ce diagramme on peut uniquement dire que la température de transus β est comprise entre 900 et 1000°C, Semiatin et al. donnent une température de 995°C [5].

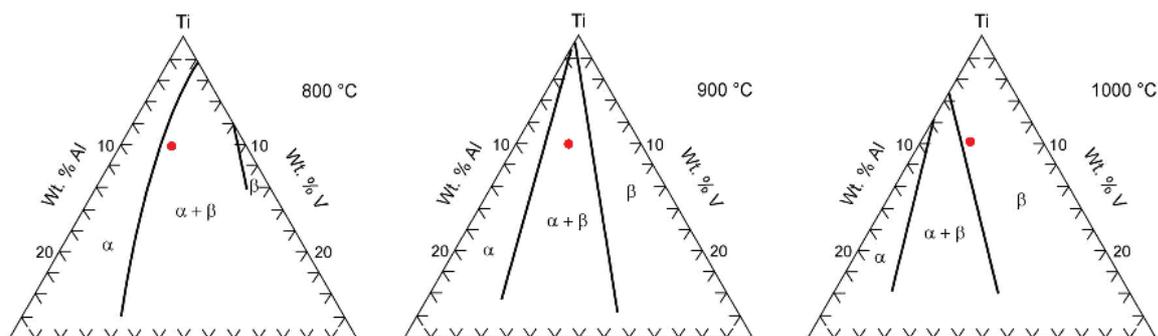


Figure 1: Coupe isotherme du diagramme ternaire (Ti-Al-V) à 800°C, 900°C et 1000°C [15]

3. Mesure d'émissivité du Ti-6Al-4V

L'émissivité est définie comme le rapport entre la luminance émise par un corps noir et celle d'un corps réel dans les mêmes conditions (longueur d'onde, direction d'observation, température) :

$$\varepsilon(\lambda, \theta, T) = \frac{L(\lambda, \theta, T)}{L^0(\lambda, \theta, T)} \quad (1)$$

L'émissivité dépend de nombreux paramètres tels que : le matériau observé, l'état de surface, la longueur d'onde, la direction d'observation, la température [6].

Le dispositif expérimental mis en œuvre pour notre étude est représenté Figure 2. Les échantillons utilisés ont été polis afin de limiter l'influence de l'état de surface, ceux que nous utiliserons lors de nos essais de cisaillement adiabatique subiront la même procédure de polissage afin que la rugosité soit identique. Les mesures sont effectuées sous atmosphère neutre pour éviter l'oxydation. Nous avons cherché à mesurer l'émissivité normale car c'est l'angle d'incidence qui sera utilisé lors de nos futurs essais.

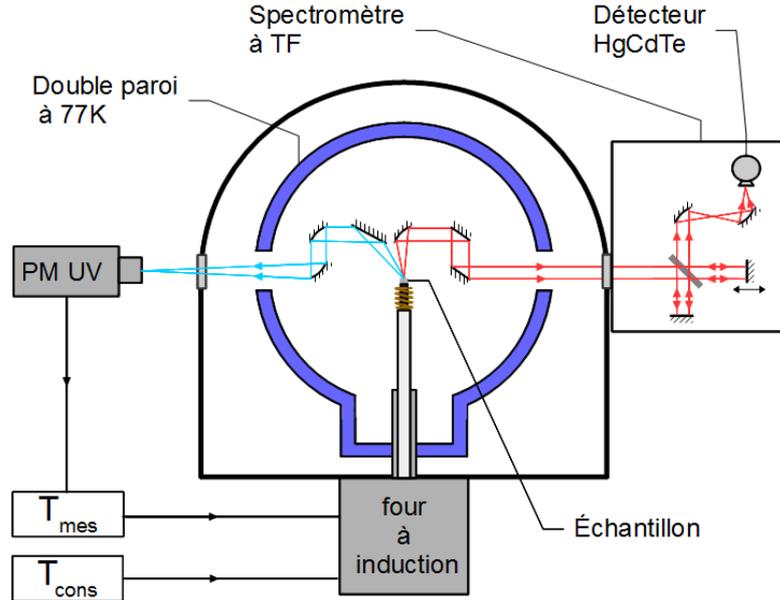


Figure 2: Dispositif expérimental de mesure de l'émissivité

3.1. Mesure du rayonnement provenant de l'échantillon

Le rayonnement émis par l'échantillon est analysé en longueur d'onde. Nous utilisons un spectromètre à transformée de Fourier de résolution maximale $0,125 \text{ cm}^{-1}$ équipé d'un détecteur HgCdTe ($2\mu\text{m} \rightarrow 15\mu\text{m}$) pour le domaine infrarouge.

Lors des mesures, le rayonnement reçu par le spectromètre est la somme du rayonnement émis par l'échantillon et du rayonnement ambiant réfléchi par celui-ci. Cela se traduit par la relation suivante :

$$L_{\text{tot}} = \varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}}) \cdot L^0(\lambda, T_{\text{ech}}) + (1 - \varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})) \cdot \varepsilon_{\text{amb}} \cdot L^0(\lambda, T_{\text{amb}}) \quad (2)$$

Où :

- $\varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}}) \cdot L^0(\lambda, T_{\text{ech}})$ désigne le rayonnement spectral émis par l'échantillon à la température T_{ech} ;
- $(1 - \varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})) \cdot \varepsilon_{\text{amb}} \cdot L^0(\lambda, T_{\text{amb}})$ désigne le rayonnement ambiant réfléchi par la surface de l'échantillon ; ε_{amb} désigne l'émissivité de l'ambiant. Lors de nos mesures, nous pouvons considérer la cuve comme une cavité ayant une température de paroi constante et homogène, par conséquent $\varepsilon_{\text{amb}} \approx 1$.

À partir de l'expression (2), on peut donner une expression de l'erreur commise sur l'émissivité :

$$\frac{\Delta \varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})}{\varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})} = \left(\frac{1 - \varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})}{\varepsilon(\lambda, \theta, T_{\text{ech}})} \right) \cdot \frac{L^0(\lambda, T_{\text{amb}})}{L^0(\lambda, T_{\text{ech}})} \quad (3)$$

On minimise l'erreur lorsque $L^0(\lambda, T_{amb})/L^0(\lambda, T_{ech})$ et $1-\varepsilon(\lambda, \theta, T_{ech})/\varepsilon(\lambda, \theta, T_{ech})$ sont petits. Pour cela il faut que :

- $\varepsilon(\lambda, \theta, T_{ech})$ soit proche de 1 (Figure 3).
- La différence entre T_{amb} et T_{ech} soit grande et que $T_{amb} > T_{ech}$ (Figure 4).

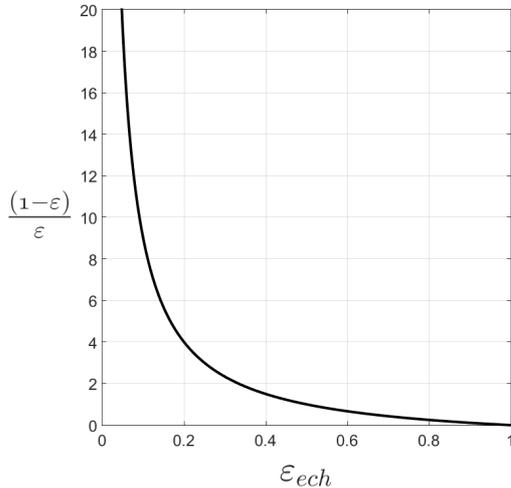


Figure 3: Influence de l'émissivité de l'échantillon sur l'erreur

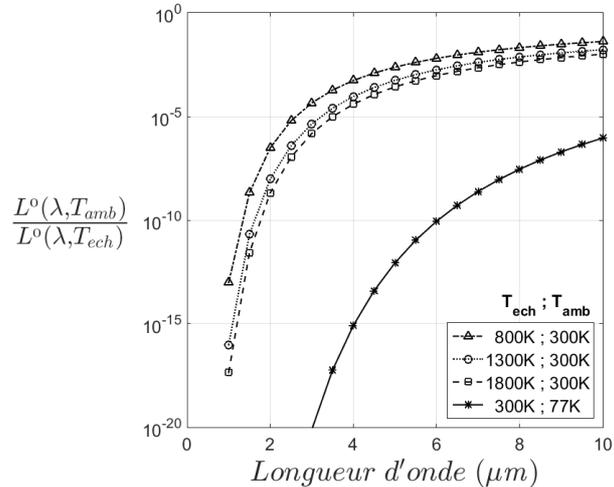


Figure 4: Rapport de luminance entre l'ambient et l'échantillon

Expérimentalement, T_{amb} est le seul paramètre sur lequel nous pouvons agir. Afin que cette température soit la plus basse possible, les doubles parois de l'enceinte ont été refroidies avec de l'azote liquide (77K). Cela permet aussi d'avoir une température de paroi constante pendant nos mesures. Pour que le rayonnement soit parfaitement homogène et qu'il n'y ait pas de réflexions multiples entre les parois et l'échantillon, l'intérieur de l'enceinte a été peint avec une peinture noire mate dont le facteur d'absorption est proche de 98 % (Velvet 3M). La Figure 4 montre que dans ces conditions, le rayonnement ambiant est négligeable devant le rayonnement émis par l'échantillon.

3.2. Mesures de température de l'échantillon

L'échantillon est chauffé par un four à induction de 12kW, la température est réglée à l'aide d'une mesure effectuée par un pyromètre ultraviolet $\lambda=320\text{nm}$. L'échantillon est placé sur un suscepteur en graphite qui permet de chauffer le Ti-6Al-4V jusqu'à sa température de fusion : 1660°C .

Le pyromètre ultraviolet que nous utilisons est lui aussi sensible à l'émissivité, cependant le fait de travailler aux courtes longueurs d'onde minimise l'erreur liée à la méconnaissance de l'émissivité [7], [8]. Aux courtes longueurs d'onde nous pouvons utiliser l'approximation de Wien :

$$L(\lambda, T) = \varepsilon \cdot C_1 \cdot \lambda^{-5} \cdot e^{-\frac{C_2}{\lambda \cdot T}} \quad (4)$$

Avec : $C_1 = 1,191 \cdot 10^8 \text{ W} \cdot \text{m}^2 \cdot \mu\text{m}^{-4}$ et $C_2 = 1,439 \cdot 10^{-2} \mu\text{m} \cdot \text{K}$.

Cette formule nous permet d'établir le lien entre la température vraie du matériau et sa température de luminance (température obtenue avec une émissivité supposée égale à 1) :

$$\frac{1}{T_{\text{vrai}}} = \frac{1}{T_{\text{lum}}} + \frac{\lambda}{C_2} \ln(\varepsilon) \quad (5)$$

Afin que l'écart entre T_{vrai} et T_{lum} soit le plus petit possible, nous devons minimiser le deuxième terme de l'équation et la seule variable sur laquelle nous pouvons agir est la longueur d'onde λ . Les mesures à courte longueur d'ondes présente aussi l'avantage d'avoir un rapport $\frac{dL(\lambda, T)}{dT}$ plus élevé que dans l'infrarouge, cette dynamique importante autorise une erreur plus importante sur l'émissivité. On peut exprimer l'erreur relative sur la température comme :

$$\Psi = \frac{\Delta T_{\text{vrai}} - \Delta T_{\text{mes}}}{T_{\text{vrai}}} = \frac{\lambda \cdot T_{\text{vrai}}}{C_2} \cdot \frac{\Delta \varepsilon_{\lambda}}{\varepsilon_{\lambda}} \quad (6)$$

En travaillant à 320nm, si nous fixons l'émissivité du matériau à 0,5 et que nous considérons une variation de l'émissivité de 98 % (émissivité comprise entre 0,01 et 0,99). L'erreur maximale sur la température mesurée est de 4,5 % (Figure 5). Ce cas est le plus défavorable, dans la réalité, les métaux ont une émissivité qui croit lorsque la longueur d'onde décroît, le fait de travailler à courte longueur d'onde en fixant l'émissivité à 0,5 est donc un avantage.

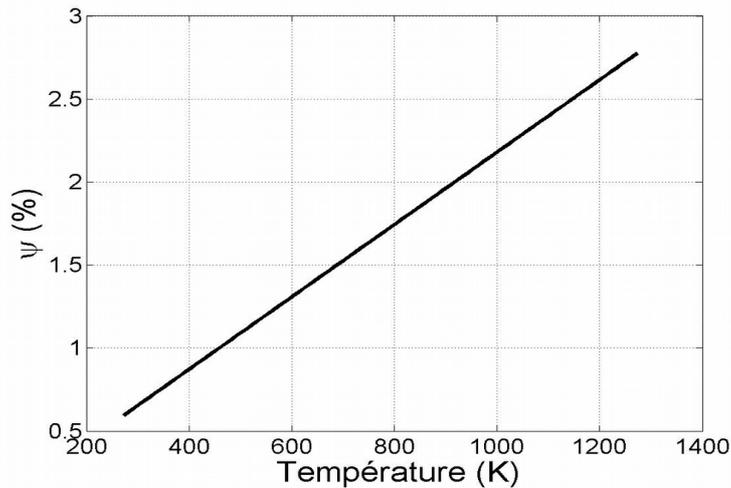


Figure 5: Erreur faite sur la détermination de la température pour $\lambda=320$ nm, en considérant une émissivité connue à $\pm 98\%$

3.3. Résultats obtenus

Nous avons effectué nos mesures de 700°C jusqu'à 1000°C. Les résultats sont proches de ceux obtenus par González-Fernández [9]. À 960°C, nous observons une discontinuité dans la variation de l'émissivité spectrale en fonction de la température (Figure 7) qui correspond à un changement de phase du second ordre. La différence entre la température théorique du changement de phase et la température que nous mesurons est inférieure à 3 %.

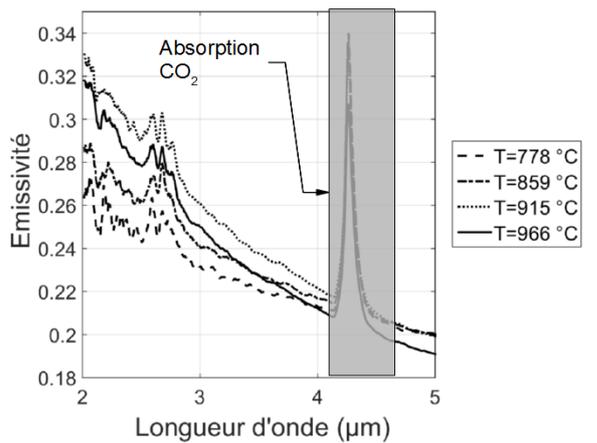


Figure 6: Émissivité spectrale du Ti-6Al-4V à plusieurs températures

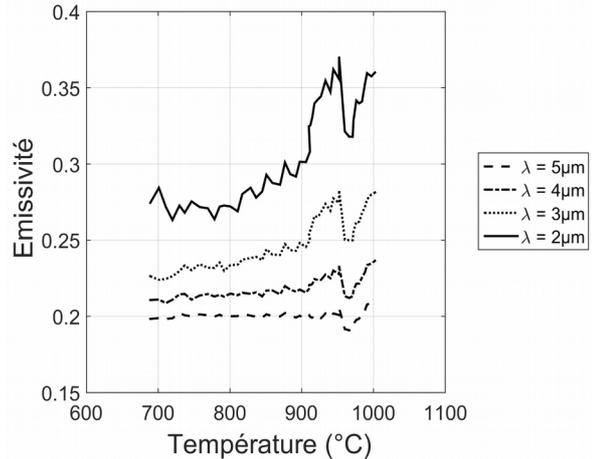


Figure 7: Saut d'émissivité à 960°C caractéristique d'un changement de phase du second ordre.

Ces mesures montrent que le changement de phase α - β du Ti-6Al-4V, entraîne une variation brusque de l'émissivité de l'ordre de 10 % dans l'infrarouge. Ce point est donc capable de nous fournir un bon repère de température lors de nos futurs essais.

4. Mesures de conductivité thermique

1. Principe de la méthode Hot Disk[®]

La méthode de la source plane transitoire a été utilisée pour déterminer la conductivité thermique de nos échantillons. Initialement développée par Gustafsson [10], elle est actuellement régie par la Norme Internationale ISO 2007-2 :2008. Dans cette méthode, un capteur plan transitoire (la sonde Hot Disk) est placé entre deux échantillons identiques du matériau à caractériser. Cette sonde fournit à la surface des échantillons une puissance constante pendant une durée t . Les propriétés thermiques (conductivité, diffusivité thermique et capacité calorifique) sont obtenues à partir de l'analyse de la réponse en température de la surface des échantillons. L'augmentation de température, de l'ordre de quelques degrés Celsius, est mesurée à partir de la variation de la résistance électrique de la sonde. Celle-ci est donc utilisée à la fois comme source de chaleur et comme thermistance. Le modèle thermique utilisé pour l'identification des propriétés thermiques est détaillé par [10] et [11]. Afin de ne pas introduire une incertitude liée aux conditions limites radiatives et convective à la surface de l'échantillon, le modèle se place dans l'hypothèse d'une géométrie semi-infinie. Nous avons utilisé le dispositif Hot Disk[®] TPS2500. La sonde utilisée se compose d'un motif conducteur électrique qui se présente sous la forme d'une double spirale de Nickel de 10µm d'épaisseur. Cette spirale est sérigraphiée sur des feuilles minces de Kapton ou de Mica. Le dispositif expérimental se compose d'une sonde reliée à un analyseur TPS 2500 et d'un four tubulaire (Tamb-1000°C) permettant de travailler jusqu'à 1000°C sous atmosphère contrôlée (argon) afin d'éviter l'oxydation éventuelle des échantillons. L'analyseur TPS 2500 offre les caractéristiques suivantes en terme de gamme de mesure :

α	κ	C	T	t	Précision
$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	$\text{MJ} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$	K	s	%
0,1-100	0,005-400	1,2.105	218-1273	1-120	±5

Tableau 2: Performances du système Hot Disk[®]

2. Préparation des échantillons

Les échantillons se présentent sous la forme de cylindres de diamètre 25 mm et d'épaisseur 6,2 mm. Les surfaces des échantillons ont été polies miroir afin d'assurer un bon contact avec la sonde et éviter ainsi l'introduction d'une résistance de contact, qui serait une source d'erreurs importantes pour les mesures des propriétés thermiques .

3. Résultats obtenus

Les mesures de conductivités thermiques de nos échantillons de TA6V ont été réalisées sur la gamme de température $T_{\text{amb}} - 800^{\circ}\text{C}$.

La Figure 8 montre les résultats de nos mesures. Nous remarquons une nette augmentation de la conductivité thermique en fonction de la température. Une comparaison avec la littérature [12], [13] indique que nos résultats sont cohérents. La courbe de Quian montre un brusque changement en termes de conductivité aux alentours de 990°C pouvant être causé par le changement de phase α - β cependant nous n'avons pas pu étendre nos mesures jusqu'à de telles températures.

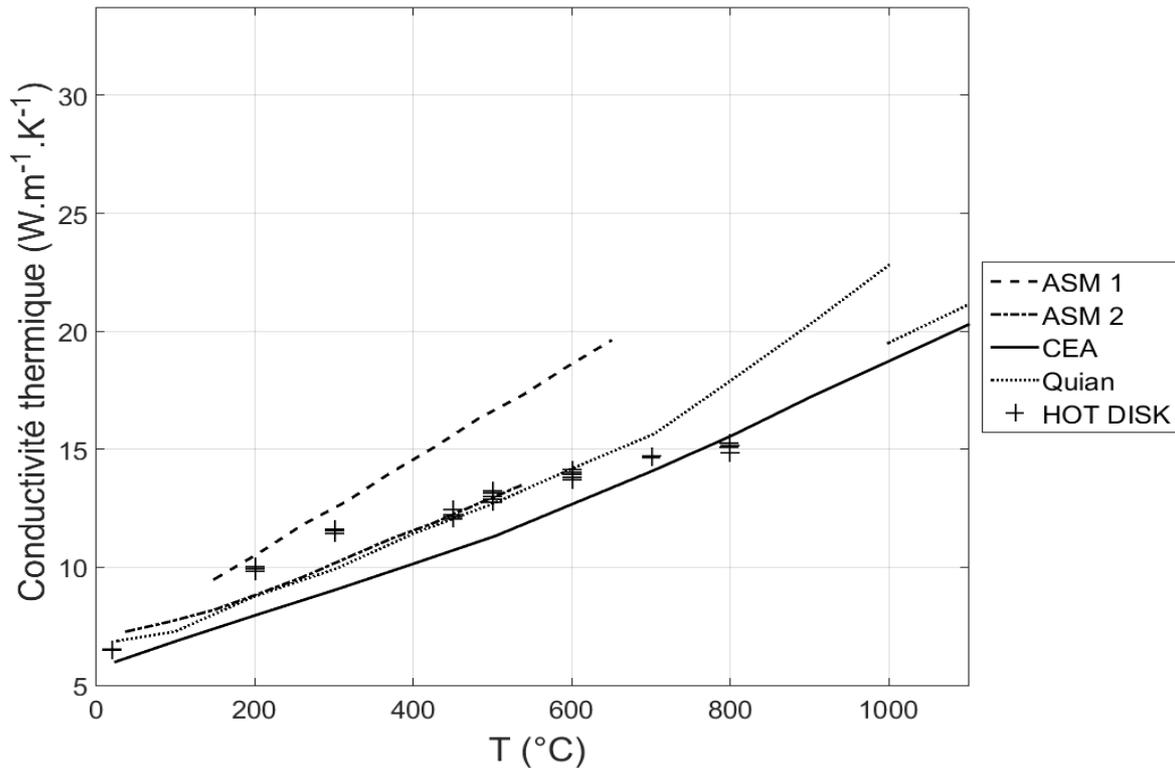


Figure 8: Comparaison des résultats présents avec les valeurs de la littérature [12], [13]

5. Conclusion

Les résultats obtenus durant nos deux campagnes de mesure sont cohérents et en adéquation avec ceux de la littérature. Les mesures d'émissivité nous ont permis de caractériser le changement de phase α - β de l'alliage Ti-6Al-4V. Ce saut d'émissivité nous donne un repère pour nos futures mesures sur les bandes de cisaillement adiabatique. Les mesures Hot Disk devraient quant à elles permettre de prendre en compte l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la température lors de nos futures simulations ; nous prévoyons d'étendre ces mesures jusqu'à 1000°C afin d'observer l'influence du changement de phase α - β .

Remerciements

Les auteurs souhaitent exprimer leur gratitude à Nicolas Rambure pour son aide précieuse sur les mesures d'émissivité ainsi qu'à Samuel Van De Hel et Yacine Kacimi pour leur aide lors des mesures de conductivité thermique.

Références

- [1] V. Pina, « Mesure de température de bandes de cisaillement adiabatique dans les alliages de titane », Thèse, Université Paris 10, 1997.
- [2] N. Ranc, « Etude des champs de température et de déformation dans les matériaux métalliques sollicités à grande vitesse de déformation », Thèse, Université Paris 10, 2004.
- [3] T. W. Wright, *The Physics and Mathematics of Adiabatic Shear Bands*. Cambridge, UK ; New York: Cambridge University Press, 2002.
- [4] G. Welsch, R. Boyer, et E. W. Collings, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 1993.
- [5] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, et I. Weiss, « Hot working of titanium alloys--An overview », *Advances in the Science and Technology of Titanium Alloy Processing, Minerals, Metals and Materials Society*, 1997.
- [6] P. Hervé, « Influence de l'état de surface sur le rayonnement thermique des matériaux solides », Thèse, Université Paris 6, 1977.
- [7] P. Hervé, « Pyromètre à ultraviolet », 88 03 874, 1988.
- [8] P. Hervé, « Mesure de température dans l'ultraviolet. Pour un maximum de précision et de sensibilité », *Mesure et contrôle*, 1996.
- [9] L. González-Fernández, E. Risueño, R. B. Pérez-Sáez, et M. J. Tello, « Infrared normal spectral emissivity of Ti-6Al-4V alloy in the 500-1150 K temperature range », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 541, p. 144-149, nov. 2012.
- [10] S. E. Gustafsson, « Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials », *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, n° 3, p. 797-804, mars 1991.
- [11] M. Gustavsson, E. Karawacki, et S. E. Gustafsson, « Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors », *Review of Scientific Instruments*, vol. 65, n° 12, p. 3856-3859, déc. 1994.
- [12] L. Adams et D. Aliya, *Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials*, 10^e éd., vol. 2. American Society for Metals, 1990.
- [13] R. Tricot, « Thermo-mecanical Treatments of Titanium Alloys », Cannes, France, 1988.
- [14] M. J. Donachie, *Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition*. ASM International, 2000.
- [15] G. Lütjering et J. C. Williams, *Titanium*, 2^e éd. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.