

# PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE TITANE

## INTRODUCTION

Le titane est un métal abondant sur Terre néanmoins son extraction et sa purification ne sont pas des opérations aisées. Il a été découvert à la fin du 18ème siècle par le minéralogiste William Gregor mais il a fallu attendre l'année 1939 avant le développement d'un procédé de fabrication industriel par William Justin Kroll. De ce fait un des inconvénients majeurs du titane est son coût encore relativement élevé.

### TITANE

Symbole : **Ti**

N° atomique : **22**

Densité : **4,5**

Masse Molaire : **47,9g.mol<sup>-1</sup>**

T°C fusion : **1670°C**

## ÉLABORATION

Le procédé de fabrication du titane porte le nom de son développeur : le procédé de Kroll qui se décompose en deux étapes.

- La première étape consiste à faire réagir les oxydes de titane avec du carbone et du dichlore (opération appelée « carbochloration ») dans le but d'obtenir du tétrachlorure de titane. Cette réaction s'écrit :



- La seconde étape permet l'obtention de titane solide par la réduction de ce  $\text{TiCl}_4$  à l'aide de magnésium :



Le titane obtenu est sous la forme d'un solide poreux appelé « éponge ». Cette éponge est par la suite fondue dans le but d'obtenir du titane pur ou l'alliage de titane souhaité (en ayant ajouté des éléments d'addition au métal fondu). Le titane est resolidifié sous forme de lingot.

Ces lingots permettent la transformation en demi-produits (brames, billettes, blooms) par usinage ou forgeage, puis en produits finis (barres, bobines, plaques, câbles, ...) par différentes opérations (laminage, forgeage, extrusion, ...).

## PROPRIÉTÉS & UTILISATIONS

Le titane est un métal tout à fait remarquable. Il possède d'excellentes propriétés mécaniques (bonne résistance à la fatigue, résilience élevée, résistance à la chaleur et à la cryogénie, résistance au fluage acceptable...) pour une densité à environ 60% de celle de l'acier ( $D_{\text{titane}} = 4,5 < D_{\text{acier}} \approx 7,8$ ). Sa résistance spécifique (rapport résistance mécanique/densité) est par conséquent plus élevée que l'aluminium ou l'acier.

En plus de sa densité très intéressante, le titane présente une exceptionnelle résistance à la corrosion (supérieure à celle des aciers inoxydables) même dans les environnements les plus agressifs. Cette résistance associée à sa biocompatibilité et à son faible module d'élasticité (110 000MPa) en fait un métal idéal pour le domaine médical.

Il est à noter que des traitements thermiques et mécaniques sont effectués sur le titane afin de modifier ses propriétés physico-chimiques.

[Il existe quatre classes parmi les alliages de titane :](#)

### LES TITANES NON ALLIÉS

Employés principalement dans le domaine chimique pour ses propriétés de résistance à la corrosion et sa déformabilité à froid. Il possède une excellente soudabilité.

Exemple de nuance : T40

### LES ALLIAGES ALPHA □

Possèdent également une excellente soudabilité mais sont difficilement déformables à froid et non traitables thermiquement. Ils sont employés pour des applications cryogéniques, des pièces aéronautiques et dans l'industrie chimique.

Exemple de nuance : TA5E (TiAl5Sn2,5).

### LES ALLIAGES ALPHA-BÊTA □+□

Sont les alliages offrant le plus de possibilités du fait de leur capacité à être traités thermiquement, de leurs compositions et par conséquent de leurs différentes propriétés. Ils sont employés pour des pièces aéronautiques (structures, turboréacteurs, ...) ou pour des applications marines et biomédicales. Ils sont en revanche plus difficilement soudables.

Exemple de nuance : TA6V (TiAl6V4).

### LES ALLIAGES BÊTA □

Présentent une excellente combinaison de propriétés mécaniques : dureté - ductilité - résistance à la fatigue. Ils sont soudables mais néanmoins pas traitables par voie thermique. Ces alliages sont majoritairement employés pour des pièces aéronautiques structurales fortement sollicitées.

Exemple de nuance : Ti.10.2.3 (TiV10Fe2Al3).

=> Une cinquième catégorie peut être également définie et il s'agit des **COMPOSÉS INTERMÉTALLIQUES TiAl**. Ces composés intermétalliques sont des alliages de titane, d'aluminium (généralement entre 45 et 48%) et d'éléments d'additions. Ils présentent des intérêts pour les applications à haute température (aéronautique, automobile, ...)

Exemple de nuance : TiAl47Nb2Cr2.

Mais l'utilisation majoritaire du titane est sous forme de dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) qui est un excellent pigment et/ou épaississant. Il est alors utilisé pour les peintures, les plastiques, les papiers, les cosmétiques, les crèmes solaires, ...



## PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

De manière générale, l'élaboration, les opérations de transformations et les différents traitements mécaniques et thermiques influencent les propriétés et les microstructures du titane et ses alliages. Toutes ces influences amènent alors à la réalisation de contrôles qualité métallographiques tels que : les examens de microstructures, les recherches de porosités et/ou d'hétérogénéités, la propreté inclusionnaire, les essais de dureté, les contrôles d'écrouissage, de taille de grain, ...

L'obtention d'une surface d'examen nécessite une succession d'opérations aussi importantes les unes que les autres quel que soit le matériau. Ces étapes sont dans l'ordre :

- Le prélèvement du produit à examiner (si nécessaire), appelé « TRONÇONNAGE ».
- La standardisation de la géométrie de l'échantillon prélevé (si nécessaire), appelée « ENROBAGE ».
- L'amélioration de l'état de surface de cet échantillon, appelée « POLISSAGE ».
- La caractérisation de l'échantillon : révélation de la microstructure de l'échantillon par un réactif d'attaque (si nécessaire) appelée « ATTAQUE MÉTALLOGRAPHIQUE » et l'observation microscopique (optique ou électronique).

=> Chacune de ces étapes doit être effectuée rigoureusement sous peine de rendre les étapes suivantes irréalisables.

## TRONÇONNAGE

Le tronçonnage a pour but de prélever une partie précise d'un produit, de manière à obtenir une surface d'examen convenable, sans altérer les propriétés physico-chimiques du titane.

En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation du métal pouvant entraîner un écrouissage. Le tronçonnage est une étape fondamentale qui conditionne la suite de la préparation et l'observation des pièces.

La large gamme de micro-tronçonneuses et tronçonneuses de moyenne et grande capacité PRESI permet de s'adapter à n'importe quel besoin en termes de précision de découpe, de dimensionnement ou de quantité de produits à découper :



Fig 1 : MECATOME T210



Fig 2 : MECATOME T330



Fig 3 : EVO 400

Chacune des tronçonneuses de la gamme bénéficie de consommables et d'accessoires qui leur sont adaptés. Le système de bridage et le choix de ces consommables sont toujours des éléments essentiels pour la réussite d'une coupe métallographique.

Le bridage, autrement dit le maintien de la pièce, est primordial. Si la pièce n'est pas bien maintenue, la coupe pourra présenter des risques pour la meule de tronçonnage, la pièce ou encore pour la machine.

De plus, le titane est un matériau très sensible à la brûlure lors de coupe métallographique, il est alors d'autant plus important de déterminer les consommables et les paramètres adaptés.

### CONSOMMABLES

Toutes les tronçonneuses sont employées avec un liquide de lubrification/refroidissement composé d'un mélange d'eau et d'additif antirouille dans le but d'obtenir une découpe propre et sans échauffement. L'additif permet également de protéger l'échantillon et la machine de la corrosion.

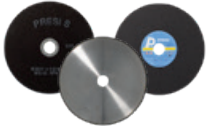
	
TITANE & ALLIAGES	
Micro-tronçonnage	UTW S Ø180 MNF
Tronçonnage de moyenne capacité	T MNF F
Tronçonnage de grande capacité	T MNF

Tableau 1 : Choix du type de meule de tronçonnage adaptée

=> Le choix du type de meule de tronçonnage doit se faire judicieusement dans le but d'éviter d'éventuels refus de coupe, une usure trop importante ou encore une casse de la meule.

## ENROBAGE

Les échantillons peuvent être difficiles à manipuler du fait de leur forme complexe, de leur fragilité ou de leur petite taille. L'enrobage facilite ainsi leur manipulation en standardisant leur géométrie et leurs dimensions.

=> Réaliser un enrobage de qualité est essentiel afin de protéger les matériaux fragiles mais également pour obtenir de bons résultats de préparation en vue du polissage et des futures analyses.

Avant toute opération d'enrobage, l'échantillon doit être ébavuré à l'aide par exemple, d'un papier abrasif (pour éliminer les éventuelles bavures de coupe) suivi d'un nettoyage à l'éthanol (dans un bac à ultrasons pour encore plus d'efficacité). Cette opération permet à la résine d'adhérer au mieux sur l'échantillon et limite ainsi le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon).

Si le phénomène de retrait persiste, il peut poser des problèmes lors du polissage. Si des grains d'abrasifs se coincent dans le retrait puis se libèrent lors d'une étape ultérieure, il y a un risque de pollution pour le support et l'échantillon. Dans ce cas, un nettoyage au bac à ultrasons entre chaque étape est recommandé.

Il existe deux procédés d'enrobages :

• **LE PROCÉDÉ À CHAUD** est à privilégier pour des besoins d'examen de bords ou si la préparation métallographique est effectuée dans le but de réaliser des essais de dureté. **Le procédé à chaud nécessite l'utilisation d'une enrobeuse à chaud.**



Fig 4 : MECAPRESS 3

La machine nécessaire à l'enrobage à chaud est la Mecapress 3 :

- Presse d'enrobage à chaud totalement automatique.
- Simple d'utilisation, la mémorisation, l'ajustement des procédés et la rapidité d'exécution en font une machine de haute précision.
- L'enrobeuse à chaud propose six moules de diamètres différents allant de Ø25,4mm à Ø50mm.

### LE +

Un des principaux avantages que présente ce procédé est la réalisation d'un enrobage aux faces parfaitement parallèles.

- **LE PROCÉDÉ À FROID** est à privilégier quand :
- Les pièces à examiner sont fragiles / sensibles à la pression
- Les pièces présentent une géométrie complexe (structure en nid d'abeille).
- Le besoin est d'enrober un grand nombre de pièces en série.

**Le procédé à froid peut être utilisé avec :**



Fig 5 : Appareil d'enrobage sous pression

### LE +

Améliore considérablement la qualité, notamment en diminuant le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon), en optimisant la transparence de la résine.



Fig 6 : Appareil d'enrobage sous vide POLY'VAC

## LE +

Machine permettant l'imprégnation sous vide de matériaux poreux enrobés par le biais d'une résine époxy.

Les résines à froid ne fournissent pas toujours un « dos » d'enrobage plan à cause du ménisque. Avant toute opération de polissage, il est possible d'effectuer une courte étape sur un papier abrasif pour éliminer ce ménisque. L'important est de s'assurer que cette rectification rend les deux faces de l'enrobage parallèles.

## CONSOMMABLES

Afin de répondre aux besoins, PRESI propose toute une gamme de moules d'enrobage à froid. Le procédé à froid propose différents moules d'enrobage de diamètre Ø20mm à Ø50mm. Ces derniers sont répartis en plusieurs sortes : des moules optimisés appelés « KM2.0 », des moules en caoutchouc, en téflon ou bien en polyéthylène. L'enrobage à froid permet aussi plus de liberté, c'est pourquoi il existe des moules rectangulaires pour des besoins plus spécifiques.


	
TITANE & ALLIAGES	
A chaud	Epoxy Phénolique Allylique Phénolique conductrice** Acrylique poudre de cuivre**
A froid	KM-U KM-B 2S* KM-CO**

Tableau 2 : Choix du type de résine d'enrobage adapté

\* Adaptée pour les très grandes séries

\*\* Résines conductrices pour les observations aux MEB

Le titane fait très souvent l'objet d'observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB).

## POLISSAGE

La dernière phase incontournable et cruciale du processus de préparation d'un échantillon est le polissage. Le principe est simple, chaque étape utilise un abrasif plus fin que le précédent. L'objectif consiste à obtenir une surface plane et à éliminer les rayures et les défauts résiduels qui gêneraient la réalisation des examens de contrôles métallographiques tels que les analyses microscopiques, les essais de dureté, les contrôles de microstructure ou les contrôles dimensionnels.

PRESI propose une grande gamme de polisseuses manuelles et automatiques, avec un large choix d'accessoires, afin de couvrir tous les besoins, du pré-polissage à la super-finition et du polissage d'échantillons unitaires ou en série.

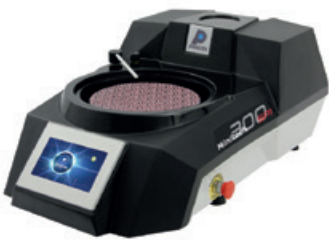


Fig 7 :

MINITECH 300 SPI



Fig 8 :

MINITECH 300 DP1 et DP2



Fig 9 :

MECATECH 250 SPI



Fig 10 :

MECATECH 300 SPC

**La gamme de polisseuses manuelles MINITECH** intègre les technologies les plus avancées. Conviviales, fiables et robustes, elles apportent une réponse simple à tous les besoins.

**La gamme de polisseuses automatiques MECATECH** permet un polissage aussi bien manuel qu'automatique. Avec ses technologies avancées, ses puissances moteur de 750 à 1500 W, toute l'expérience de PRESI est concentrée dans cette gamme très complète. Peu importe le nombre ou la taille des échantillons, MECATECH garantit un polissage optimal.

Le titane est un matériau qui se poli de manière très particulière, il est relativement tendre et enclin à un écoulement et une déformation plastique. De ce fait, lors d'un process de polissage où habituellement la matière est découpée/retirée par l'abrasif, la matière aura dans le cas présent tendance à se « rabattre » sur elle-même, on parle de « beurrage ». Ce phénomène n'est pas souhaité et gêne beaucoup l'observation microscopique.

Le titane possède donc des gammes de polissage qui lui sont propres et spécifiques afin de garantir l'obtention d'une surface d'examen excellente.

### CONSOMMABLES ET GAMMES DE POLISSAGE

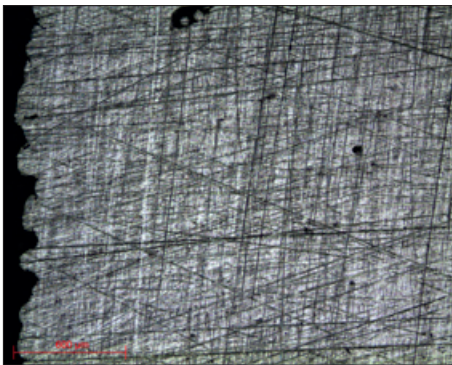
Toutes les gammes de polissage ci-dessous sont données pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elles sont les plus couramment utilisées et sont renseignées à titre d'information et de conseil.

Toutes les premières étapes de chaque gamme sont appelées « mise à niveau » et consistent à retirer de la matière rapidement afin de mettre à niveau la surface de l'échantillon (et de la résine). Celles données ci-dessous sont standards et peuvent, par conséquent, être modifiées selon le besoin.

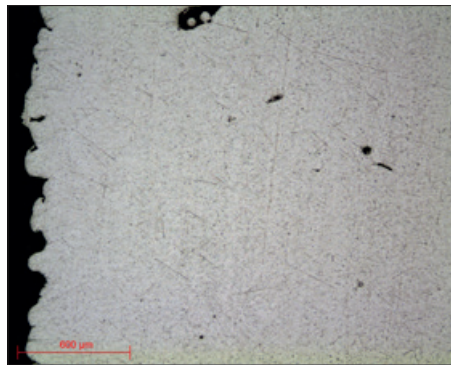
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée d'environ 1daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

## GAMME n°1

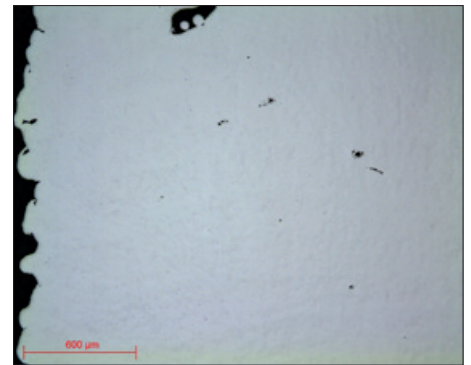
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	Sic P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	5'
3	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	5'



Micrographie 1 :  
Etat de surface P320 obj x5



Micrographie 2 :  
Etat de surface TOP 9µm obj x5



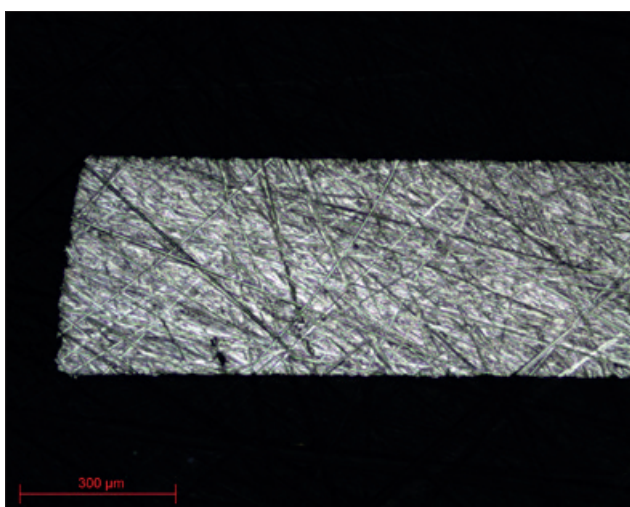
Micrographie 3 :  
Etat de surface SUPRA SPM obj x5

## GAMME n°2

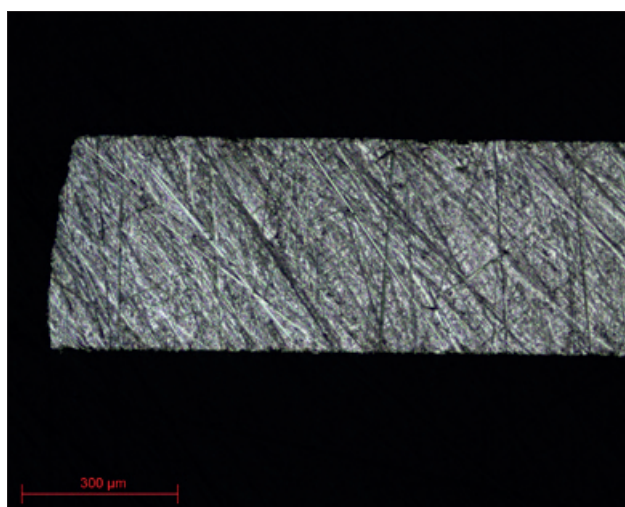
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	SiC P600	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
3	SiC P1200	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
4	SiC P2400	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
5	SiC P4000	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
6	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	5'

### GAMME n°3

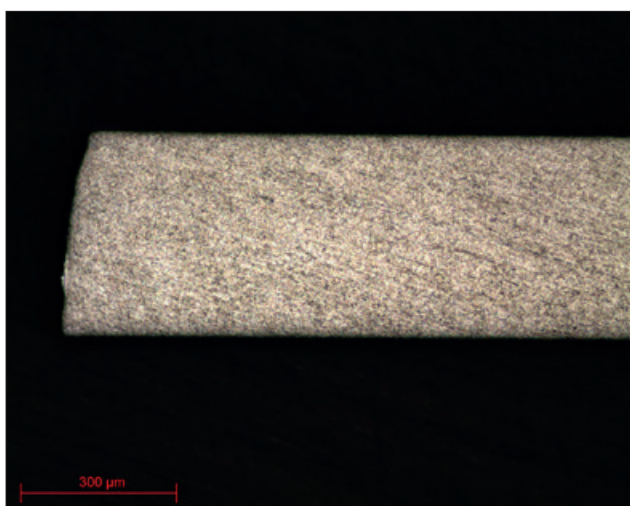
N°	Support	Suspension / Lubrifiant	Vplateau (tr/min)	Vtête (tr/min)	Sens de rotation Plateau / tête	Temps
1	SiC P320	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
2	SiC P1200	Ø / Eau	300	150	→ →	1'
3	RAM	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N°4 / Eau	150	100	→ ←	2'
4	SUPRA	SPM / Eau	150	100	→ ←	3'



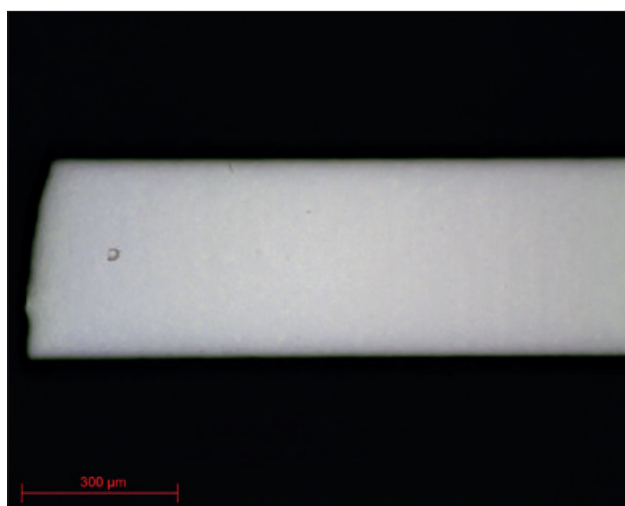
Micrographie 4 : Etat de surface P320 obj x5



Micrographie 5 : Etat de surface P1200 obj x5



Micrographie 6 : Etat de surface RAM Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N°4 obj x5



Micrographie 7 : Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Les gammes de polissages données ci-dessus sont complètes et sont à réaliser dans leur intégralité. L'étape de super-finition à l'aide de la solution de silice colloïdale est obligatoire, elle permet l'obtention d'une excellente surface d'examen exempt de toute rayure ou de phénomène de beurrage. Une alternative a néanmoins été développée dans le cas particulier où la silice colloïdale ne serait pas adaptée. Il suffit de remplacer le SPM par une suspension d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N°2 en conservant les paramètres.

=> **La gamme N°1** est la gamme la plus polyvalente, elle est effective sur la plupart des nuances de titane et permet d'obtenir une excellente surface d'examen.

=> **La gamme N°2** est la gamme de polissage traditionnelle du titane, son avantage est l'absence d'étape de polissage à l'aide de suspension diamant. De manière générale il est nécessaire de limiter le plus possible le polissage avec du diamant qui aura tendance à s'incruster et à « beurrer » la surface de l'échantillon.

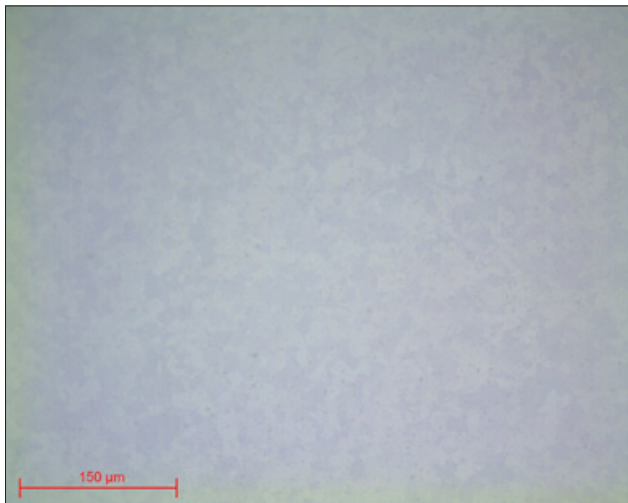
=> **La gamme N°3** a été développée dans le cas spécifique du polissage d'une nuance de titane très tendre, autrement dit le titane non allié (T40 par exemple). Il est ici obligatoire d'éviter l'utilisation de suspension diamantée.

A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans attaque métallographique. De plus, la cristallographie du titane permet une très bonne observation de la structure au microscope optique en la révélant à l'aide d'un filtre à lumière polarisée.

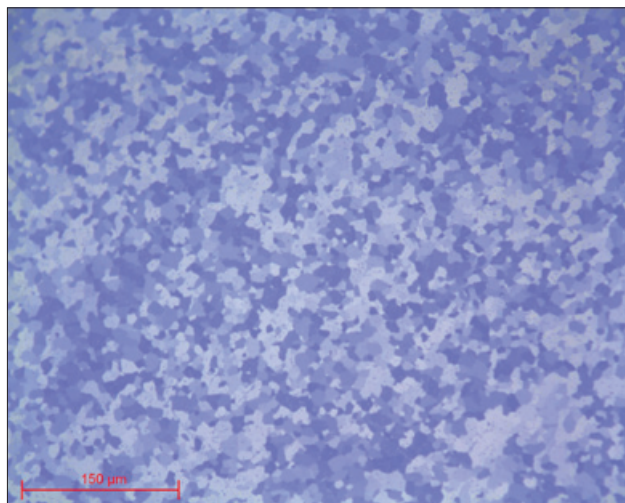
L'attaque métallographique du titane se fait communément à l'aide du réactif de Kroll : solution à 3mL d'acide fluorhydrique et 6mL d'acide nitrique pour 100mL d'eau. L'attaque crée des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et permet leur observation.

## MICROSCOPIE

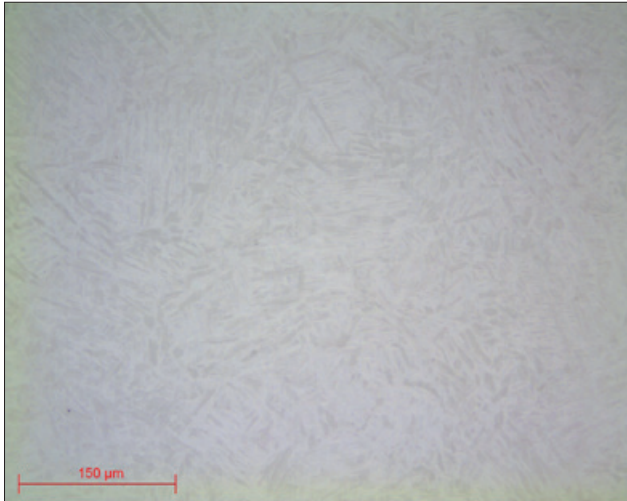
La totalité des micrographies présentée a été réalisée au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



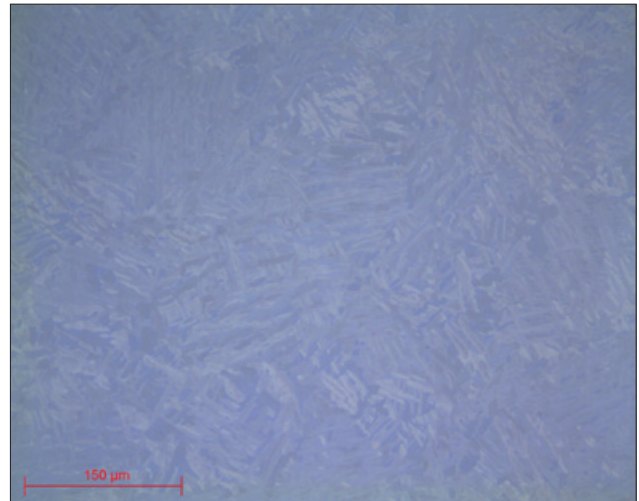
Micrographie 8 : TA6V non traité poli jusqu'au SPM obj x20



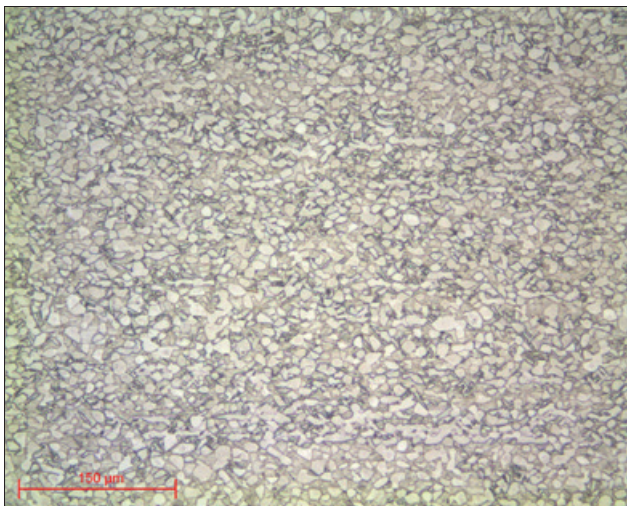
Micrographie 9 : TA6V non traité poli jusqu'au SPM et observation sous lumière polarisée obj x20



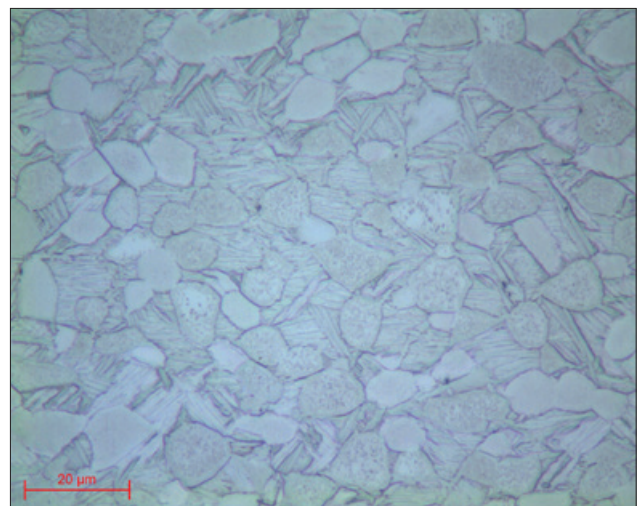
Micrographie 10 : TA6V traité poli jusqu'au SPM obj x20



Micrographie 11 : TA6V traité poli jusqu'au SPM et observation sous lumière polarisée obj x20



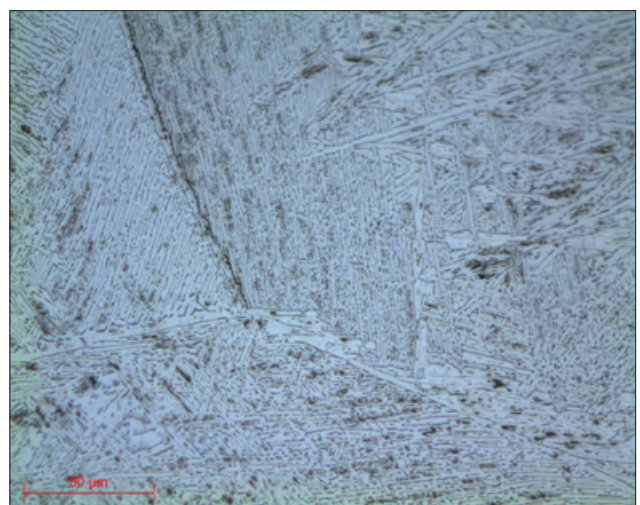
Micrographie 12 : TA6V non traité attaqué réactif de Kroll obj x20



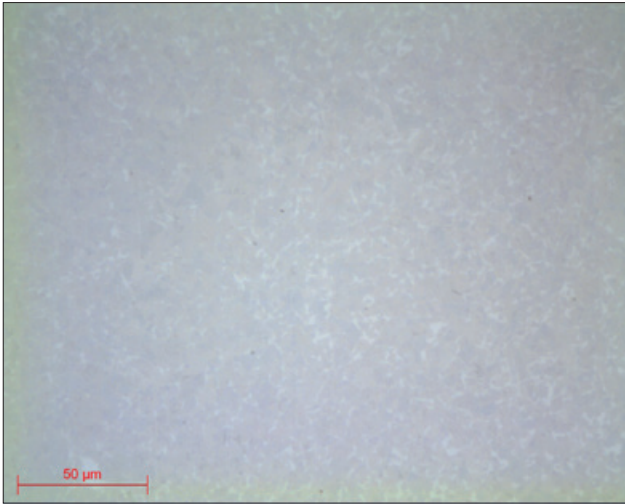
Micrographie 13 : TA6V non traité attaqué réactif de Kroll obj x100



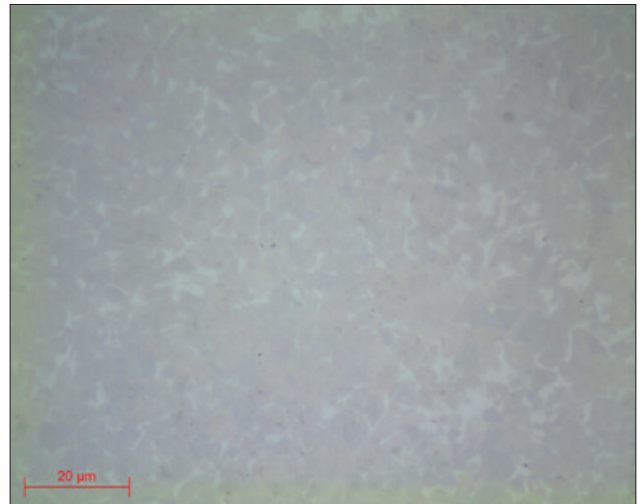
Micrographie 14 : TA6V traité attaqué réactif de Kroll obj x20



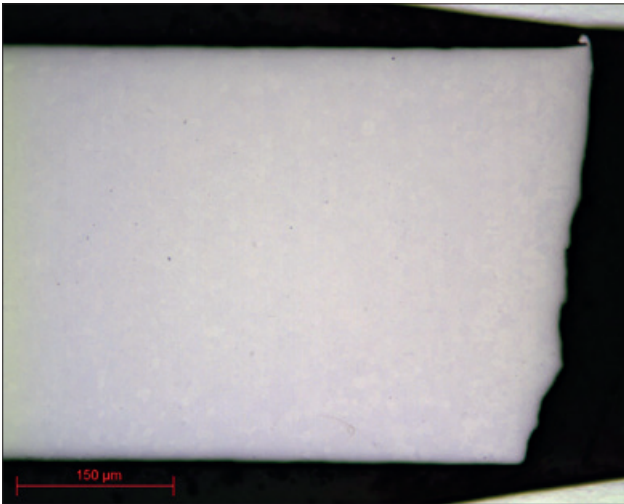
Micrographie 15 : TA6V traité attaqué réactif de Kroll obj x50



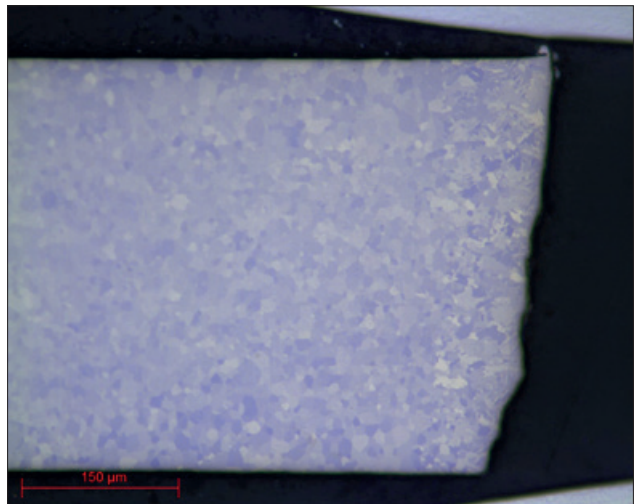
Micrographie 16 : Composé intermétallique TiAl poli jusqu'à Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N°2 obj x50



Micrographie 17 : Composé intermétallique TiAl poli usqu'à Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N°2 obj x100



Micrographie 18 : T40 poli jusqu'au SPM obj x20



Micrographie 19 : T40 poli jusqu'au SPM observation sous lumière polarisée obj x20

**PRESI**  
www.presi.com

Tél. : 04.76.72.00.21 | Email : presi@presi.com

