(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication: 08.11.2023 Bulletin 2023/45

(21) Numéro de dépôt: 23171832.1

(22) Date de dépôt: 05.05.2023

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC): C22C 14/00 (2006.01) C22F 1/18 (2006.01) G04B 37/22 (2006.01) A44C 27/00 (2006.01)

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC): C22C 14/00; C22F 1/183; G04B 37/22; A44C 27/003

(84) Etats contractants désignés:

AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

Etats d'extension désignés:

BA

Etats de validation désignés:

KH MA MD TN

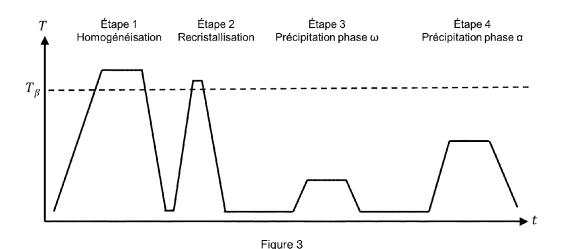
(30) Priorité: 06.05.2022 EP 22172027

(71) Demandeur: ROLEX SA 1211 Genève 26 (CH) (72) Inventeurs:

- FAVRE, Loïc
 1211 Genève (CH)
- MARI, Daniele 1030 Bussigny (CH)
- BARBI, Nicolas Vincent 1213 Onex (CH)
- FAVEZ, Denis
 1218 Le Grand-Saconnex (CH)
- (74) Mandataire: Moinas & Savoye SARL 27, rue de la Croix-d'Or 1204 Genève (CH)

(54) COMPOSANT HORLOGER EN ALLIAGE DE TITANE POLI

(57) Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une partie en alliage de titane dont une surface de cet alliage de titane est polie.



Description

Introduction

[0001] L'invention concerne un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, comprenant au moins une partie à base d'un alliage de titane. Elle concerne aussi une pièce d'horlogerie en tant que telle, comprenant un tel composant horloger. Enfin, elle concerne aussi un procédé de fabrication d'un tel composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie.

Etat de l'Art

_....

10

20

30

35

45

50

55

[0002] Le choix des matériaux, notamment des métaux ou alliages métalliques, est très important dans la conception d'un composant horloger. En effet, un métal ou un alliage métallique doit par exemple atteindre le meilleur compromis possible entre de nombreuses contraintes, parmi lesquelles :

- Un aspect attractif, exempt de défaut visible. Pour cela, un métal noble est souvent choisi, avec une finition de surface très soignée, pour être attractive;
 - Des propriétés mécaniques particulières, particulièrement des résistances spécifiques élevées, comme une bonne résistance à la fatigue et une excellente résistance à la corrosion, et une bonne formabilité. En complément, il est aussi souhaité obtenir une dureté suffisante pour minimiser les risques de dégradation de l'état de surface avec le temps.
 - Une faible densité est intéressante pour minimiser le poids global d'une pièce d'horlogerie.

[0003] Parmi les alliages répondant à ces contraintes, les alliages de titane sont intéressants parce qu'ils ont une densité beaucoup plus faible que d'autres alliages, notamment que l'acier, tout en présentant des propriétés mécaniques globalement intéressantes. Toutefois, les alliages de titane utilisés présentent l'inconvénient d'avoir par nature une aptitude médiocre au polissage, résultant en un état de surface irrégulier et présentant des défauts. Pour éviter la présence de défauts de polissage sur des surfaces d'alliages de titane existants, il est généralement choisi d'appliquer une terminaison satinée ou sablée, ce qui limite donc les aspects de surface possibles d'un tel composant.

[0004] Un but de l'invention est de définir une solution pour permettre une utilisation élargie d'un alliage de titane dans un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, non limité aux possibilités définies par l'état de la technique.

Brève description de l'invention

[0005] A cet effet, l'invention repose sur un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une partie en alliage de titane dont une surface de cet alliage de titane est polie.

[0006] L'invention est précisément définie par les revendications.

Brève description des figures

[0007] Ces objets, caractéristiques et avantages de la présente invention seront exposés en détail dans la description suivante d'un mode de réalisation particulier fait à titre non-limitatif en relation avec les figures jointes parmi lesquelles :

La figure 1 illustre une première vue de la surface d'une portion en alliage de titane qui est obtenue par un polissage d'un alliage de titane de l'état de la technique.

La figure 2 illustre une deuxième vue de la surface d'une portion en alliage de titane qui est obtenue par un polissage d'un autre alliage de titane de l'état de la technique.

La figure 3 représente schématiquement les étapes du procédé de fabrication d'un composant en alliage de titane selon un mode de réalisation de l'invention.

La figure 4 représente schématiquement les deux premières étapes du procédé de fabrication du composant en alliage de titane selon le mode de réalisation préféré de l'invention.

La figure 5 représente schématiquement les deux dernières étapes du procédé de fabrication du composant en alliage de titane selon le mode de réalisation préféré de l'invention.

La figure 6 représente un exemple de mesures par spectroscopie mécanique exploitées par le mode de réalisation

de l'invention.

La figure 7 illustre une vue de la surface d'une portion en alliage de titane qui est obtenue par un polissage d'un alliage de titane selon l'invention.

5

La figure 8 représente des mesures de dureté HV0.2 en fonction du temps de recuit obtenues sur des échantillons d'alliage de titane Ti-5553 respectivement obtenus avec un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4) et selon un procédé alternatif (étapes 1-2+4, sans l'étape 3).

10

La figure 9 représente des mesures de rugosité Rx selon les paramètres normalisés Rt, Rz et Ra obtenues sur des échantillons d'alliage de titane Ti-5553 respectivement obtenus avec un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4) et avec deux procédés alternatifs (respectivement avec les étapes 1-2+4, sans l'étape 3 et avec les étapes 1-2, sans les étapes 3-4).

15

La figure 10 est une observation d'un alliage de titane Ti-4733 au microscope électronique à transmission (TEM) obtenu par la mise en oeuvre d'un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4).

La figure 11 est une observation d'un alliage de titane Ti-4733 au microscope électronique à transmission (TEM) obtenu par la mise en oeuvre d'un procédé alternatif (étapes 1-2+4).

20

La figure 12 est une observation de la surface d'un alliage de titane Ti-4733 au microscope électronique à balayage (SEM) obtenu par la mise en oeuvre d'un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4).

25

La figure 13 est une observation de la surface d'un alliage de titane Ti-4733 au microscope électronique à balayage (SEM) obtenu par la mise en oeuvre d'un procédé alternatif (étapes 1-2+4).

25

[0008] Dans l'ensemble du document, nous utiliserons l'expression « à base d'un alliage » pour toute partie comprenant au moins 50% en poids de l'alliage considéré.

30

[0009] L'invention s'intéresse à un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie qui comprend au moins une partie en alliage de titane ou à base d'un alliage de titane, dont l'alliage de titane s'étend au moins sur une partie d'une surface visible dudit composant. L'invention va définir un procédé permettant d'obtenir un alliage de titane aux propriétés nouvelles, compatible avec l'obtention d'un état de surface d'aspect esthétique attractif, particulièrement permettant d'obtenir une surface convenablement polie, idéalement de qualité semblable à une surface polie telle qu'obtenue par exemple avec un autre alliage, notamment un acier.

35

[0010] Selon l'invention, il est constaté que les alliages de titane de l'état de la technique, utilisés pour les applications horlogères, se présentent sous forme biphasée, comprenant une phase α et une phase β . La phase α correspond à une structure cristalline hexagonale, et la phase β correspond à une structure cristalline cubique centrée. Les différences de propriétés mécaniques entre les deux phases créent des problèmes lors de la terminaison d'une surface en alliage de titane, qui présente toujours une microstructure des grains de la phase β qui reste visible après une tentative de polissage, résultant en un aspect en « peau d'orange », illustré par la figure 1, et/ou de surcroit avec une incrustation d'abrasif dans la phase β ductile, qui provoque des rayures et des défauts comme illustré par la figure 2. Les figures 1, 2 et 7 sont réalisées par prise d'image de la réflexion d'un motif comprenant une zone noire et une zone blanche sur la surface en alliage de titane, qui permet de bien mettre les défauts de polissage en évidence.

45

40

[0011] De ce fait, il est actuellement impossible d'obtenir une terminaison polie d'une surface en alliage de titane, satisfaisante du point de vue des exigences élevées de l'horlogerie ou de la joaillerie. Cette difficulté apparaît en particulier sur des surfaces étendues (comme par exemple la surface d'une carrure, d'un brin de bracelet, ou d'un fermoir). Cela limite les applications des alliages de titane à des surfaces satinées ou sablées. Il en résulte qu'il n'existe aujourd'hui aucun procédé de polissage d'une surface d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie en alliage de titane, et aucun procédé de fabrication efficient mettant en oeuvre une terminaison d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie comprenant une étape de polissage. Il n'existe donc pas non plus de montre-bracelet présentant sur la majorité, voire l'intégralité, de sa surface visible, une telle surface en alliage de titane polie. Cela représente une grande limitation de l'usage des alliages de titane dans l'horlogerie et la joaillerie.

50

[0012] L'invention repose ainsi d'abord sur un procédé de fabrication de tout ou partie d'un composant en alliage de titane, ou à base d'alliage de titane, qui permet notamment de mettre en oeuvre une étape de polissage d'une surface en alliage de titane, ou à base d'alliage de titane, dudit composant de manière compatible avec les exigences élevées de l'horlogerie ou de la joaillerie.

55

[0013] Selon un mode de réalisation de l'invention, le procédé de fabrication repose sur un traitement thermomécanique qui comprend les étapes suivantes, schématiquement illustrées par la figure 3 :

- Traitement thermique de l'alliage de titane à une température supérieure à la température de transition de la phase α vers la phase β notée Tβ, puis refroidissement, pour obtenir une structure comprenant sensiblement uniquement des grains de phase β (étape 1, homogénéisation);
- Succession de cycles de déformation ou au moins un cycle de déformation, notamment de déformation à froid, et de traitement thermique de recristallisation à une température légèrement supérieure à la température de transition de la phase α vers la phase β, pour conserver une structure comprenant sensiblement uniquement des grains de phase β tout en réduisant la dimension des grains de phase β (étape 2);

5

10

15

20

30

35

50

55

- Nucléation ou précipitation d'une phase w métastable par un traitement thermique à basse température (étape 3);
- Précipitation d'une phase α par un traitement thermique à température intermédiaire, supérieure à la basse température de ladite nucléation d'une phase ω et inférieure à la température de transition de la phase α vers la phase β, pour obtenir la croissance (ou précipitation) de la phase α qui va durcir ledit alliage de titane (étape 4). Autrement dit, cette nucléation d'une phase w sert de germe à une précipitation de la phase α.

[0014] La figure 4 représente schématiquement une mise en oeuvre des deux premières étapes du procédé selon un mode de réalisation particulièrement avantageux.

[0015] Avantageusement, la première étape de traitement thermique est effectuée à une température entre 0 et 100° C, préférentiellement entre 10 et 50° C, au-dessus de la température 10 de transition de la phase 10 vers la phase 10, et de préférence sous atmosphère protectrice. Cette première étape permet d'obtenir une microstructure de l'alliage de titane intégralement en phase 10. Un refroidissement par trempe 100 permet de figer la phase 100 à température ambiante. Le temps t du traitement est relativement court, idéalement 100 min ou moins, afin de limiter la croissance des grains de la phase 100 que taille de grains la plus faible possible. Cette étape permet aussi une homogénéisation de l'alliage de titane.

[0016] En d'autres termes, cette première étape d'homogénéisation permet de dissoudre la phase α éventuellement présente dans le matériau. Le refroidissement rapide depuis la structure intégralement en phase β permet de figer cette structure à température ambiante dans les alliages ne formant pas de phase martensitique. La structure intégralement en phase β est suffisamment ductile pour effectuer les étapes de déformation subséquentes, qui permettront la recristallisation.

[0017] La deuxième étape de succession de cycles de déformation comprend, selon ce mode de réalisation, une succession de cycles D de déformation à froid et de traitements thermiques RX de recristallisation. Le but de cette étape est d'obtenir une microstructure qui comprend toujours un maximum, idéalement 100%, de phase β , donc avec un minimum, idéalement sans présence, de phase α , et avec une taille de grains la plus faible possible. En effet, il est très difficile de déformer le matériau en présence de phase α , qui est plus dure et qui va induire des fissures lors d'une déformation. Il est donc très difficile de diminuer la taille des grains de la phase β en présence de phase α . L'approche choisie surmonte cette difficulté en agissant sur l'alliage intégralement composé de phase β . Naturellement, le procédé pourrait être mis en oeuvre en présence d'une faible quantité de phase α , de préférence inférieure à 10% en volume. Avantageusement, le traitement thermique entraîne une exposition de l'alliage de titane à une température légèrement au-dessus de T β , pendant une courte durée, suivie d'une trempe TR immédiate. Cette température peut être comprise entre T β et T β +20°C. La durée est de préférence comprise entre 3 min et 10 min pour des dimensions typiques des composants de l'habillement horloger, mais devra être adaptée aux dimensions des pièces traitées. Il est possible d'enchainer plusieurs cycles pour affiner les grains. En variante, un seul cycle pourrait suffire. Avantageusement, entre 2 et 10 cycles, voire entre 2 et 5 cycles, sont réalisés.

[0018] Dans cette deuxième étape, la déformation de la partie en alliage de titane introduit des dislocations dans l'alliage, qui induisent une recristallisation en grains plus fins lors du traitement thermique. Pour la déformation, une déformation à froid, comme un laminage à température ambiante ou un forgeage à froid, est intéressante. Ces procédés de déformation à froid sont avantageux car aisés à contrôler. Toutefois, en variante, il est possible d'utiliser un procédé de déformation à chaud, comme la forge ou la déformation uniaxiale à haute température. En synthèse, cette deuxième étape a ainsi pour fonction de diminuer le plus possible la taille de la microstructure, plus précisément des grains de phase β .

[0019] La figure 5 représente schématiquement une mise en oeuvre des deux dernières étapes du procédé selon un mode de réalisation particulièrement avantageux.

[0020] Avantageusement, la troisième étape de nucléation d'une phase ω comprend un traitement thermique $T\omega$ à une température comprise entre 150°C et 350°C pendant une durée inférieure à 4h, et notamment une température comprise entre 250°C et 330°C pendant une durée comprise entre 2h et 4h. Cette étape de traitement thermique à basse température provoque la nucléation de la phase w métastable, qui va apparaitre de façon homogène dans l'alliage de titane. L'intérêt provient du fait que cette phase ω va servir de site de germination pour le futur développement d'une phase α .

[0021] En effet, la quatrième étape, la précipitation de la phase α , comprend un traitement thermique $T\alpha$ réalisé à une température comprise entre 350°C et 650°C pendant une durée comprise entre 1h et 3h, voire entre 500°C et 600°C

pendant une durée comprise entre 1h et 3h. Cette étape permet de faire apparaitre une phase α finale dans l'alliage de titane. Cette croissance (précipitation) d'une phase α par germination d'une phase ω présente l'avantage d'obtenir une répartition fine (idéalement sub-micronique, voire entre 1 et 10 μ m pour la plus grande dimension) et homogène de la phase α dans l'alliage. Ainsi, la structure résultante n'est avantageusement pas une structure lamellaire. De plus, la précipitation aux joints de grains, même si elle peut advenir, ne constitue pas une part majoritaire de la phase α .

[0022] En remarque, la troisième étape a été décrite comme une étape séparée, indépendante. En variante, elle pourrait être incluse dans la rampe de montée en température de la quatrième étape, c'est-à-dire correspondre à une sous-étape de cette quatrième étape.

[0023] Le procédé décrit précédemment permet d'obtenir un alliage combinant au mieux les deux phases α et β , qui apportent chacune leurs avantages à l'alliage sans présenter les inconvénients de l'état de la technique.

10

20

30

35

45

50

55

[0024] En effet, la phase α permet d'atteindre une dureté satisfaisante de l'alliage, qui serait trop mou avec la phase β uniquement. La bonne répartition de la phase α et sa dimension nanométrique favorisent aussi l'obtention de cette dureté optimale de l'alliage. La dureté minimale est importante pour pouvoir mettre en oeuvre une étape de polissage, qui détériorerait la surface si le matériau était trop mou. La dureté favorise aussi naturellement le maintien de la qualité de l'état de surface dans le temps. Pour illustrer ces propriétés, la figure 8 représente un exemple de mesures de dureté HV0.2 obtenues sur des échantillons d'alliage de titane Ti-5553 obtenus avec un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4) et un procédé alternatif (étapes 1-2+4, sans l'étape 3), en fonction du temps de recuit t à une température de 550°C lors de l'étape 4. On constate un écart important et significatif de plus de 50HV entre les échantillons selon le mode de réalisation de l'invention et les échantillons sans mise en oeuvre de l'étape 3 du procédé selon le mode de réalisation de l'invention, pour une même durée de recuit. En généralité, on mesure que la précipitation de la phase α très fine induite par le procédé selon l'invention permet d'augmenter la dureté de typiquement 50HV par rapport à un procédé alternatif. En conséquence, la précipitation de la phase α très fine induite par le procédé selon l'invention permet d'augmenter la dureté au-dessus de 450 HV, voire au-dessus de 500 HV, selon l'alliage de titane considéré et selon la dureté obtenue par un procédé alternatif. A titre de comparaison, un alliage de titane sans phase α présente une dureté inférieure à 300 HV : à titre d'exemple, des mesures effectuées sur un échantillon obtenu selon un procédé alternatif, non représentées, avec uniquement les étapes 1-2 et correspondant à un échantillon trempé à partir de la phase β , sans formation de phase α , montrent une dureté de 291 HV0.2. Un alliage de titane de l'état de la technique qui comprend les deux phases α et β présente une dureté inférieure à 400 HV. La répartition homogène de grains de la phase α permet aussi d'éviter que les particules de carbure utilisées pour le polissage ne s'incrustent dans l'alliage et dégradent la surface comme illustré à la figure 2. Avantageusement, le taux de la phase α est compris entre 35% et 55% en volume, voire entre 35% et 65%.

[0025] La phase β est déterminante pour la réflectivité de la surface. Des grains de la phase β de grande taille peuvent par exemple avoir des réflectivités variables qui sont néfastes à l'aspect visuel résultant en surface. En effet, si ces grains de phase β sont trop gros, ils forment des irrégularités visibles à l'œil nu en surface lors d'une étape de polissage de la surface. Le procédé permet de minimiser la taille des grains de phase β . De plus, le procédé permet une homogénéisation de la répartition de la phase α au sein des grains de phase β .

[0026] Finalement, cette structure résultante de l'alliage de titane permet de former une surface polie de grande qualité, avec les techniques de polissage conventionnelles, comme illustré à la figure 7.

[0027] Comme cela a été explicité précédemment, les différentes étapes du procédé sont réalisées dans certaines conditions de température choisies pour contrôler la structure de l'alliage de titane. En remarque, ces valeurs de température dépendent de la composition de l'alliage de titane utilisé. Il n'est donc pas optimisé de prédéfinir des valeurs fixes de température, mais il est avantageux de choisir les températures adaptées pour chaque alliage afin de mettre en oeuvre le procédé selon le mode de réalisation de manière optimisée.

[0028] Ainsi, selon le mode de réalisation de l'invention, le procédé comprend une ou des sous-étapes de détermination des températures optimisées à considérer, notamment les températures de transition, comme la germination de la phase ω et de la phase α et la température de recristallisation.

[0029] Pour cela, un mode de réalisation avantageux repose sur l'utilisation de la spectroscopie mécanique ou frottement intérieur. La mesure du frottement intérieur permet de mesurer la dissipation d'énergie liée aux déplacements des défauts, tels que les dislocations, les joints de grains ou encore des défauts ponctuels, dans la microstructure. Si la mobilité de ces défauts dépend de la température, il est possible de détecter les températures auxquels lesdits défauts commencent à bouger dans l'alliage. Etant donné que la nucléation de phase et la recristallisation demandent toutes deux une transformation de la microstructure, il est possible de détecter les températures auxquelles elles ont lieu avec la spectroscopie mécanique. Comme représenté à titre d'exemple par la figure 6 pour un échantillon d'alliage de titane Ti-4733 non déformé, la courbe du frottement intérieur en fonction de la température permet de mettre en évidence les phénomènes de nucléation de phases et/ou de recristallisation de l'alliage. Les différents changements de structure notables et utilisés dans le procédé selon le mode de réalisation de l'invention correspondent à différents pics ou épaulements de la courbe. Par exemple, cette courbe permet de déterminer la température permettant de nucléer la phase ω et la phase ω , qui apparaissent respectivement comme un épaulement et un pic à la figure 6. La position des

différents pics est par exemple obtenue par déconvolution. Plus précisément, la déconvolution de la mesure par spectroscopie mécanique peut être faite avec une ligne de base constante, un fond qui varie selon une fonction exponentielle de la température et une fonction de type Arrhénius appliquée à au moins un pic, pour finalement extraire la température. Ainsi, par mesure des phénomènes de frottements internes dans l'alliage par spectroscopie mécanique, il est possible de définir précisément les températures associées aux différents phénomènes exploités par les différentes étapes de l'invention.

[0030] En particulier, la nucléation de la phase ω dans l'alliage de titane est détectable par spectroscopie mécanique, alors que cette phase w est très difficile à mettre en évidence par d'autres méthodes. De plus, la spectroscopie mécanique présente l'avantage de pouvoir être utilisée en temps réel, en permettant une observation « in situ » de l'alliage.

[0031] Les travaux réalisés par les inventeurs montrent ainsi que la spectroscopie mécanique est une technique adaptée pour l'identification des températures de transition dans les alliages de titane, ce qui n'était à leur connaissance pas considéré jusqu'ici. De façon surprenante, il est possible de mettre en évidence des pics de germination dans les alliages de titane, ce qui permet la mise en oeuvre pratique du procédé selon l'invention et l'obtention du composant en alliage de titane selon l'invention. De façon plus générale, il est avantageux de mettre en oeuvre, pour tout alliage de titane présentant une microstructure de type $\alpha+\beta$ à la température d'utilisation, une étape de détermination par spectroscopie mécanique de la température de transition et/ou de recristallisation dudit alliage de titane, notamment pour déterminer la température de ladite nucléation de la phase ω , voire de la nucléation de la phase α , voire de la température de recristallisation. Cette mise en oeuvre optimisée selon le procédé de l'invention permet d'obtenir comme premier effet une dureté de surface maximale, comme illustré par la figure 8.

15

30

50

55

[0032] En variante, la mise en évidence de la nucléation d'une phase ω peut se faire par microscopie électronique à transmission, en particulier par diffraction électronique qui montre l'apparition de la signature univoque de la structure cristalline de la phase w. Comme autre technique, on peut utiliser la mesure de la résistance électrique qui varie légèrement lorsque la phase ω précipite. Ces autres techniques de détection sont des méthodes plus complexes à mettre en oeuvre et/ou moins précises.

[0033] Finalement, la mesure par spectroscopie mécanique permet d'optimiser aisément la durée et la température des traitements pour chaque alliage donné et pour chaque étape du procédé selon le mode de réalisation de l'invention. En remarque, les valeurs de durée et de température restent comparables d'un alliage à l'autre pour certaines étapes du procédé.

[0034] Le tableau suivant illustre quelques essais de mise en oeuvre du procédé, totalement ou partiellement, avec quelques alliages de titane. Ce tableau montre d'abord l'effet important de la troisième étape du procédé. En effet, quelques essais réalisés en supprimant cette troisième étape donnent des mauvais résultats, plus exactement une surface qui ne réagit plus de façon satisfaisante à une étape de polissage. Au contraire, la mise en oeuvre de l'invention telle que décrite précédemment permet d'atteindre un très bon résultat, notamment de polissage.

35		Homogénéisation(étape 1)	Précipitation ω (étape 3)	Précipitation α (étape 4)	Polissabilité
	Ti-4733 sans étape 3	900°C, trempe à l'eau	Pas d'étape 3	550°C, 1h	-
	Ti-4733 avec étape 3	900°C, trempe à l'eau	300°C, 1h	550°C, 1h	++
40	Ti-5553 sans étape 3	900°C, trempe à l'eau	Pas d'étape 3	550°C, 1h	-
				550°C, 3h	
	Ti-5553 avec étape 3	900°C, trempe à l'eau	300°C, 1h	550°C, 1h	++
			350°C, 3h	600°C, 1h	
45	Ti-15-3, Ti-15.9V-3Cr-	900°C, trempe à l'eau	Pas d'étape 3	550°C, 1h	=
	3.6Al-3Sn sans étape 3				
	Ti-15-3, Ti-15.9V-3Cr-	900°C, trempe à l'eau	300°C, 1h	550°C, 1h	-
	3.6Al-3Sn avec étape 3		350°C, 3h		

[0035] La figure 9 représente des mesures de rugosité Rt, Rz et Ra (les valeurs de Ra étant multipliées par 10 sur le graphique à barres) obtenues sur des échantillons d'alliage de Ti-5553 obtenus respectivement avec un procédé selon un mode de réalisation de l'invention (étapes 1-4) et selon deux procédés alternatifs (respectivement par mise en oeuvre des seules étapes 1-2+4, sans l'étape 3, et par mise en oeuvre des seules étapes 1-2, sans les étapes 3 et 4). Les trois paramètres de rugosité considérés sont mesurés et calculés selon la norme ISO 21920, avec Rt, appelée hauteur totale : la distance entre le point le plus profond et le point le plus haut de tous les profils considérés ; Rz, appelée hauteur maximale : la valeur moyenne sur l'ensemble des profils de la distance maximum entre le point le plus profond et le point le plus haut, et Ra, appelée hauteur moyenne arithmétique ; la longueur des profils considérés étant de 0.8 mm.

L'échantillon selon le procédé alternatif dit « étapes 1-2 » correspond à un échantillon trempé à partir de la phase β , sans formation de phase α , avec une dureté faible et inférieure à 300HV0.2. L'échantillon selon un autre procédé alternatif, dit « étapes 1-2+4 », correspond à un échantillon trempé à partir de la phase β puis soumis à un recuit à une haute température de 550°C, avec une phase α précipitée dans les grains β et aux joints de grain, qui montre une augmentation nette de dureté. L'échantillon selon l'invention, dit « étapes 1-4 », correspond à un échantillon trempé à partir de la phase β puis soumis à un premier recuit à température modérée de 290°C pour précipiter la phase ω , puis à un deuxième recuit à une haute température de 550°C pour former la phase α dans les grains β , et montre la dureté la plus élevée. La rugosité est de loin inférieure sur les échantillons selon l'invention en comparaison des échantillons obtenues avec les procédés alternatifs, et ce pour les trois paramètres de rugosité considérés. Ainsi, la mise en oeuvre optimisée selon le procédé de l'invention permet d'obtenir comme deuxième effet une rugosité de surface minimale.

10

30

35

50

[0036] Plus précisément, quand la troisième étape du procédé est omise, on obtient une microstructure avec une différence maximale de hauteur mesurée entre les différents grains de phase β sur une surface polie d'environ de 100 nm (zone mesurée de typiquement 1.5×1.5 mm²), comme l'indique la mesure du paramètre de rugosité Rz ; ainsi, la polissabilité est jugée comme très moyenne par un spécialiste, ce qui se manifeste par des zones visibles en surface en forme de « peau d'orange ». Avec la mise en oeuvre de la troisième étape, les zones de phase α sont de très petite taille, et une dureté de 472 HV est atteinte. De plus, la différence maximale entre les hauteurs moyennes mesurées des différents grains de phase β sur une surface polie est d'environ 50 nm comme l'indique la mesure du paramètre de rugosité Rz, soit une division par deux de la différence de hauteur obtenue sans la mise en oeuvre de la troisième étape, ce qui permet donc d'améliorer significativement la polissabilité de la surface, notamment l'obtention d'un aspect poli satisfaisant, en particulier sans peau d'orange et sans particules d'abrasif incrustées.

[0037] La figure 10 illustre une observation d'un échantillon d'alliage de titane Ti-4733, obtenu par un procédé selon l'invention, au microscope électronique à transmission (TEM), prise en champ sombre avec l'échantillon aligné selon un axe de zone <110>, en sélectionnant l'un des faisceaux diffractés par la phase α . L'échantillon obtenu selon un procédé alternatif (étapes 1-2+4), représenté sur la figure 11, avec une étape 4 réalisée à une température basse de la plage préconisée (390°C pendant 1h), montre une croissance très étendue des grains α , selon une direction préférentielle donnée, avec une répartition très inhomogène. Ainsi, si le traitement thermique de germination et croissance de la phase α est réalisé en une seule étape, la phase α est très inhomogène avec des grains très allongés, de plus de 500 nm selon leur plus grande dimension, comme à la figure 11. L'échantillon selon l'invention (étapes 1-4), avec une étape de germination de la phase w à 240°C pendant 1h avant le recuit de l'étape 4 à 390°C pendant 1h, montre des grains de phase α très fins et dispersés de façon homogène. En remarque, des observations TEM réalisées après l'étape 3 et avant l'étape 4 montrent la présence de phase ω , sans présence de phase α .

[0038] La figure 12 illustre une observation d'un échantillon d'alliage de titane Ti-4733, obtenu par un procédé selon l'invention, au microscope électronique à balayage (SEM). L'échantillon obtenu selon un procédé alternatif (étapes 1-2+4), représenté sur la figure 13, avec une étape 4 réalisée à une température de 600° C, montre à nouveau une croissance très étendue des grains α , avec une répartition très inhomogène. Cet échantillon peut être vu comme la suite logique de l'échantillon de la figure 11, la température plus élevée durant l'étape 4 favorisant la croissance de la phase α . L'échantillon selon l'invention (étapes 1-4), avec une étape de germination de la phase w à 240°C pendant 1h avant le recuit de l'étape 4 à 600° C, montre des grains de phase α nettement plus fins et dispersés de façon homogène. Ces observations TEM et SEM montrent clairement l'importance de la phase ω (et donc de l'étape 3 selon l'invention) pour obtenir une phase α avec des grains très fins dispersés de façon homogène.

[0039] Le tableau ci-dessus indique également que certains alliages, comme le Ti-4733 et le Ti-5553, sont particulièrement adaptés à l'obtention d'un aspect poli satisfaisant. En revanche, d'autres alliages, comme le Ti-15-3 ou le Ti-15.9V-3Cr-3.6Al-3Sn, sont moins adaptés.

[0040] Le tableau ci-dessus indique également différentes conditions pour certaines étapes, qui donnent un résultat équivalent. On constate ainsi, pour la troisième étape du procédé, que des conditions (température, temps) entre (300°C, 1h) et (350°C, 3h) ont été testées avec succès.

[0041] Plus généralement, les paramètres temps et température du procédé sont interchangeables dans une certaine mesure, et une température plus élevée appliquée pendant un temps plus court peut par exemple donner un résultat comparable à une température plus faible appliquée pendant un temps plus long. Ainsi, l'homme du métier trouvera des conditions favorables en choisissant des couples température/durée parmi les plages généralisées suivantes. Pour obtenir la précipitation de la phase ω (troisième étape du procédé), une basse température comprise entre 150°C et 350°C pendant une durée d'au maximum 4h pourra convenir, et même une basse température comprise entre 250°C et 330°C pendant une durée comprise entre 2h et 4h pourra convenir. Pour obtenir la précipitation de la phase ω (quatrième étape du procédé), le couple température/durée peut être fixé entre (500°C, 1H) et (600°C, 3H). Les conditions ci-dessus peuvent donc être ajustées et ne sont pas à considérer comme des bornes fixes et absolues.

[0042] Il existe des alternatives aux étapes 1 et 2 présentées ci-dessus pour obtenir une microstructure formée de grains de phase β de petite taille. Il est notamment possible de mettre en oeuvre un forgeage et une déformation à chaud, à une température en dessous de T β ou à une température en dessous de T β . Dans cette variante de procédé,

des grains de phase α peuvent être déjà présents et le but est d'affiner au maximum les grains β par la déformation. Les étapes 3 et 4, notamment l'étape 3 de germination de la phase ω , restent inchangées. Dans une autre variante, l'étape 3 de germination de la phase ω peut aussi comprendre un forgeage et une déformation pour combiner un affinage mécanique des grains avec la formation de grains w très fins et dispersés de façon homogène.

[0043] Finalement, l'invention consiste aussi en un procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de terminaison par polissage d'une surface en alliage de titane du composant.

[0044] Le procédé de fabrication selon le mode de réalisation peut être implémenté avec tout alliage de titane. Toutefois, on note que certains alliages de titane ont une structure plus favorable que d'autres, qui permet d'obtenir un résultat optimal, particulièrement en termes de polissabilité. Afin de permettre la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, ces alliages comprennent des éléments d'alliage qui stabilisent la phase β à température ambiante. A titre d'exemples, les alliages Ti-5553 ou Ti-4733 ; voire l'alliage Ti-5553 ou Ti-4733 ou Ti-10-2-3 ou Beta-C ou VT22 ou Ti-1-8-5 ou Ti-8823 ; voire l'alliage Ti-5553 ou Ti-4733 ou Ti-10-2-3 ou Beta-C ou VT22 ou Ti-1-8-5 ou Ti-8823 ou Beta21S ou Timetal21S ou BetaIII ou TMA, donnent de très bons résultats.

[0045] Plus généralement, il apparaît qu'un alliage de titane qui respecte la plage $8 \le MoE \le 11$, voire $8.3 \le MoE \le 10.0$, où MoE est l'équivalent Molybdène, réagit particulièrement bien lors de la mise en oeuvre du procédé selon le mode de réalisation de l'invention. L'équivalent Molybdène (MoE) tient compte de l'effet stabilisant pour la phase β des différents éléments en le pondérant par la formule MoE = 1.0 (%wt Mo) + 0.67 (%wt V) + 0.44 (%wt W) + 0.28 (%wt Nb) + 0.22 (%wt Ta) + 2.86 (%wt Fe) + 1.67 (%wt Cr) + 1.25 (%wt Ni) + 1.70 (%wt Mn) + 1.70 (%wt Co) + 0.77 (%wt Cu) + 0.78 (%wt Sn) - 0.17 (%wt Zr) - 1.0 (%wt Al).

[0046] En variante ou complément, un alliage de titane peut être caractérisé par les paramètres Bo et Md, qui sont respectivement l'ordre de liaison (« bond order » en anglais) et le niveau d'énergie moyen des orbitales d (« Mean dorbital energy level » en anglais), définis par Morinaga (cf M. Morinaga, The molecular orbital approach and its application to biomedical titanium alloy design, in Titanium in Medical and Dental Applications, FH Froes and M. Qian eds, Woodhead Publishing, 2018]) et calculés selon les formules suivantes : Md = 2.447 (%at Ti) + 1.961 (%at Mo) + 1.872 (%at V) + 2.072 (%at W) + 2.424 (%at Nb) + 2.531 (%at Ta) + 0.969 (%at Fe) + 1.478 (%at Cr) + 0.724 (%at Ni) + 1.194 (%at Mn) + 0.807 (%at Co) + 0.567 (%at Cu) +2.100 (%at Sn) + 2.934 (%at Zr) + 2.200 (%at Al) ; Bo = 2.79 (%at Ti) + 3.063 (%at Mo) + 2.805 (%at V) + 3.125 (%at W) + 3.099 (%at Nb) + 3.144 (%at Ta) + 2.651 (%at Fe) + 2.779 (%at Cr) + 2.412 (%at Ni) + 2.723 (%at Mn) + 2.529 (%at Co) + 2.114 (%at Cu) +2.283 (%at Sn) + 3.086 (%at Zr) + 2.426 (%at Al). Ainsi, il apparaît qu'un alliage de titane qui respecte les plages 2.755 < Bo < 2.810 et 2.33 < Md < 2.44, voire 2.758 < Bo < 2.788 et 2.330 < Md < 2.385, voire 2.765 < Bo < 2.775 et 2.36 < Md < 2.38, réagit particulièrement bien lors de la mise en oeuvre du procédé selon le mode de réalisation de l'invention.

30

35

40

45

50

Dénomination	Composition	MoE	Md	Во
Ti-5553	Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr	8.3	2.360	2.765
Ti-4733	Ti-4Al-7Mo-3Cr-3V	10.0	2.369	2.774
Ti-10-2-3	Ti-10V-2Fe-3Al	9.4	2.356	2.770
Beta C ; Ti-3864	Ti-3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo	15.7	2.335	2.783
VT22	Ti-5.7Al-5.1V-4.8Mo-1Cr-1Fe	7.0	2.362	2.760
Ti-1-8-5	Ti-1Al-8V-5Fe	18.6	2.336	2.779
Ti-8823	Ti-8V-8Mo-2Fe-3AI	16.0	2.343	2.780
Beta21S	Ti-15Mo-3Nb-3Al	12.8	2.394	2.796
Timetal 21S	Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si	12.8	2.394	2.796
Betalll	Ti-11.5Mo-6Zr-4.65Sn	14.1	2.425	2.807
TMA	Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn	14.0	2.426	2.808
	Ti-15.9V-3Cr-3.6Al-3Sn	14.3	2.314	2.763
Ti15-3	Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al	14.3	2.321	2.766

[0047] Le procédé selon l'invention permet à la fois d'obtenir une dureté élevée et une microstructure fine, et donc une bonne polissabilité et une faible rugosité après polissage. La germination et la croissance de la phase α sont contrôlées par deux étapes de recuit (étapes 3 et 4), préférentiellement sur la base d'une microstructure de petits grains de phase β . La taille des grains de phase β est donnée par les étapes de recristallisation et de déformation, et la taille des grains de phase α par la germination de la phase ω dans un premier temps (recuit de l'étape 3), puis par un recuit additionnel dans un deuxième temps (étape 4). La caractérisation de l'alliage par spectroscopie mécanique permet d'identifier les température et durée des différents recuits. La croissance contrôlée de la phase ω induit une présence

de grains de phase ω de très petite taille et répartis de façon homogène, sans la germination ou croissance simultanée de la phase α . En conséquence, la phase α qui germe et croît lors du recuit subséquent est elle aussi extrêmement fine et homogène, comme le montrent les observations des figures 10 et 12.

[0048] L'invention porte aussi sur un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie en tant que tel, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une partie en alliage de titane, ou à base d'alliage de titane, dont une surface de cet alliage de titane est polie. En effet, comme discuté précédemment, l'invention permet de fabriquer un tel alliage de titane de sorte à le rendre notamment compatible au polissage, avec les exigences élevées des domaines de l'horlogerie et de la joaillerie.

[0049] Ce polissage peut par exemple se définir par la différence entre les hauteurs moyennes des grains de phase β de la surface polie en alliage de titane, qui peut être inférieure à 150 nm, voire inférieure à 120 nm, voire inférieure à 100 nm. Ce polissage peut aussi, en variante ou complément, se définir par le paramètre de rugosité Rz, correspondant à la distance maximum entre le point le plus profond et le point le plus haut observée sur l'ensemble des profils mesurés, qui peut être inférieure à 90 nm, voire inférieure à 80 nm, voire inférieure à 60 nm. Ce polissage peut en variante ou complément se définir par le paramètre de rugosité Ra, défini par la norme rappelée précédemment, dont la valeur est inférieure à 15 nm, voire inférieure à 12 nm, voire inférieure à 10 nm. L'invention ne se limite pas au polissage défini par cette valeur précise de la rugosité.

10

25

30

35

50

55

[0050] Autrement dit, le composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'invention peut comprendre au moins une partie en alliage de titane comprenant des grains, notamment des grains de phase β , dont une surface de cet alliage de titane est polie, caractérisée en ce que la différence entre les hauteurs moyennes des grains, notamment des grains de phase β , de ladite surface polie en alliage de titane est inférieure à 150 nm et/ou en ce que la rugosité totale moyenne Rz de ladite surface polie est inférieure à 90 nm et/ou en ce que la rugosité moyenne arithmétique Ra de ladite surface polie est inférieure à 15 nm ; voire

en ce que la différence entre les hauteurs moyennes des grains, notamment des grains de phase β , de ladite surface polie en alliage de titane est inférieure à 120 nm et/ou en ce que la rugosité totale moyenne Rz de ladite surface polie est inférieure à 80 nm et/ou en ce que la rugosité moyenne arithmétique Ra de ladite surface polie est inférieure à 12 nm ; voire

en ce que la différence entre les hauteurs moyennes des grains, notamment des grains de phase β , de ladite surface polie en alliage de titane est inférieure à 100 nm et/ou en ce que la rugosité totale moyenne Rz de ladite surface polie est inférieure à 60 nm, et/ou en ce que la rugosité moyenne arithmétique Ra de ladite surface polie est inférieure à 10 nm.

[0051] L'alliage de titane du composant peut avantageusement être choisi parmi la liste détaillée ci-dessus. Plus généralement, l'alliage de titane obtenu atteint un très bon compromis entre toutes les contraintes rappelées au début du document. Outre sa polissabilité, il est dur, résistant et léger.

[0052] Avantageusement, l'alliage de titane de l'invention comprend des grains de phase β de dimension moyenne inférieure ou égale à 50 μ m, voire inférieure ou égale à 45 μ m ou à 40 μ m. Optionnellement, cette dimension peut être supérieure ou égale à 25 μ m, voire supérieure ou égale à 35 μ m.

[0053] Avantageusement encore, l'alliage de titane comprend de la phase α répartie de manière homogène au sein des grains de phase β .

[0054] Le composant comprend aussi un alliage de titane qui présente avantageusement une dureté supérieure ou égale à 400 HV, voire supérieure ou égale à 470 HV. Cette dureté peut être comprise entre 400 et 600 HV, voire comprise entre 450 HV et 550 HV, voire comprise entre 470 HV et 500 HV.

[0055] L'invention s'applique à un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie intégralement composé d'un alliage de titane tel que défini précédemment. En variante, le composant peut ne comprendre qu'une partie en un tel alliage de titane. En variante encore, il peut être en tout ou partie à base d'un tel alliage de titane. Par exemple, selon un mode de réalisation, ledit alliage de titane occupe au moins 75% du volume dudit composant. Selon un autre exemple, le composant comprend au moins une partie incluant ladite surface polie, qui se présente intégralement dans ledit alliage de titane, et/ou qui présente une épaisseur supérieure ou égale à 0,1 mm, c'est-à-dire que la partie n'est pas un simple revêtement de surface de faible épaisseur, mais forme un volume massif.

[0056] D'autre part, le composant horloger selon l'invention est avantageusement un composant d'habillage d'une pièce d'horlogerie, notamment d'une montre-bracelet, notamment un composant d'une boîte de montre comme une carrure, un fond, une lunette, une couronne, ou une cape de couronne. Il peut aussi être un composant d'un bracelet ou d'un fermoir, comme une maille, une maille de bord, une maille de centre, un maillon, une lame de fermoir, un couvercle de fermoir, ou une maille de fermoir.

[0057] L'invention porte aussi sur une pièce d'horlogerie, notamment une montre-bracelet, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un composant horloger tel que défini précédemment.

Revendications

5

30

35

55

- 1. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une partie en alliage de titane dont une surface de cet alliage de titane est polie.
- 2. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la rugosité moyenne arithmétique Ra de ladite surface polie est inférieure à 15 nm, voire inférieure à 12 nm, voire inférieure à 10 nm.
- 3. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la rugosité totale moyenne Rz de ladite surface polie est inférieure à 90 nm, voire inférieure à 80 nm, voire inférieure à 60 nm.
- 4. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit alliage de titane comprend des grains, notamment des grains de phase β, et en ce que la différence entre les hauteurs moyennes des grains, notamment des grains de phase β, de ladite surface polie en alliage de titane est inférieure à 150 nm, voire à 120 nm, voire à 100 nm.
- 5. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'alliage de titane respecte la plage 8 ≤ MoE ≤ 11, voire 8.3 ≤ MoE ≤ 10.0, et/ou les plages 2.755 < Bo < 2.810 et 2.33 < Md < 2.44, voire 2.758 < Bo < 2.788 et 2.330 < Md < 2.385, voire 2.765 < Bo < 2.775 et 2.36 < Md < 2.38, où MoE est l'équivalent Molybdène, et Bo et Md représentent respectivement des paramètres d'ordre de liaison et de niveau d'énergie moyen des orbitales d.</p>
- 6. Composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'alliage de titane est l'alliage Ti-5553, Ti-4733, Ti-10-2-3, Beta-C, VT22, Ti-1-8-5, Ti-8823, Beta21S, Timetal21S, BetaIII ou TMA, et/ou en ce que l'alliage de titane présente une dureté supérieure ou égale à 400 HV, voire supérieure à 450 HV, voire supérieure ou égale à 470 HV, ou comprise entre 400 et 600 HV, voire comprise entre 450 HV et 550 HV, voire comprise entre 470 HV et 500 HV.
 - 7. Composant horloger selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est un composant d'habillage d'une pièce d'horlogerie, notamment d'une montre-bracelet, notamment un composant d'une boîte de montre comme une carrure, un fond, une lunette, une couronne, ou une cape de couronne, ou notamment un composant d'un bracelet et/ou d'un fermoir, comme une maille, une maille de bord, une maille de centre, un maillon, une lame de fermoir, un couvercle de fermoir, ou une maille de fermoir.
 - **8.** Pièce d'horlogerie, notamment montre-bracelet, **caractérisée en ce qu'**elle comprend au moins un composant horloger selon l'une des revendications précédentes.
- 9. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de traitement d'au moins une partie en alliage de titane dudit composant comprenant une étape de traitement thermomécanique dudit alliage de titane, comprenant une étape de nucléation d'une phase w métastable servant de germe à une précipitation de la phase α.
- 10. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon la revendication précédente, caractérisé en ce que l'étape de nucléation d'une phase w métastable comprend un traitement thermique à une température comprise entre 150°C et 350°C, puis en ce que le procédé comprend une étape de précipitation de ladite phase α par un traitement thermique à température supérieure à la température de ladite nucléation d'une phase ω et inférieure à la température de transition de la phase α vers la phase β, comprise entre 350°C et 650°C, voire comprise entre 500°C et 600°C.
 - 11. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que ledit traitement thermomécanique comprend des étapes préalables consistant à réaliser une microstructure de l'alliage de titane comprenant des grains de phase β de dimension moyenne inférieure ou égale à 50 μm, notamment caractérisé en ce que les étapes préalables comprennent les étapes suivantes :
 - Traitement thermique à une température supérieure à la température de transition de la phase α vers la phase β dudit alliage de titane ;

- Succession de cycles de déformation ou au moins un cycle de déformation, notamment de déformation à froid, et de traitement thermique de recristallisation à une température légèrement supérieure à la température de transition de la phase α vers la phase β dudit alliage de titane.
- 12. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon la revendication précédente, caractérisé en ce que lesdites étapes préalables dudit alliage de titane comprennent les étapes suivantes :

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

- Traitement thermique à une température supérieure à la température de transition de la phase α vers la phase β à une température entre 10 et 100°C, notamment entre 10 et 50°C, au-dessus de cette température, puis refroidissement, pour obtenir une structure comprenant sensiblement uniquement des grains de phase β ;
- Succession de cycles de déformation ou au moins un cycle de déformation, comprenant un traitement thermique de recristallisation à une température supérieure d'au maximum 20°C à la température de transition de la phase α vers la phase β , pour conserver une structure comprenant sensiblement uniquement des grains de phase β tout en réduisant la dimension des grains de phase β ;
- puis **en ce que** ladite étape de nucléation de la phase w métastable est réalisée par un traitement thermique à basse température comprise entre 150°C et 350°C pendant une durée inférieure ou égale à 4h, notamment entre 250°C et 330°C pendant une durée comprise entre 2h et 4h ;
- puis **en ce qu'**il comprend une étape de précipitation de ladite phase α par un traitement thermique à température intermédiaire, supérieure à la température de ladite nucléation d'une phase ω et inférieure à la température de transition de la phase α vers la phase β , entre 350°C et 650°C pendant une durée comprise entre 1h et 3h, voire entre 500°C et 600°C pendant une durée comprise entre 1h et 3h, pour obtenir la précipitation de phase α qui va durcir ledit alliage de titane.
- 13. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications 9 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de détermination par spectroscopie mécanique de la température de transition et/ou de recristallisation dudit alliage de titane, notamment pour déterminer la température de ladite nucléation de la phase ω voire de la nucléation de la phase ω voire de la température de recristallisation.
- **14.** Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications 9 à 13, **caractérisé en ce que** toutes les sous-étapes de refroidissement du traitement thermomécanique sont mises en oeuvre par une trempe.
 - 15. Procédé de fabrication d'un composant horloger ou de bijouterie ou de joaillerie selon l'une des revendications 9 à 14, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de terminaison par polissage d'une surface en alliage de titane dudit composant, conduisant à une surface polie de rugosité totale moyenne Rz inférieure à 90 μm, voire inférieure à 80 μm, voire inférieure à 60 μm, et/ou de rugosité moyenne arithmétique Ra inférieure à 15 μm, voire inférieure à 12 μm, voire inférieure à 10 μm.

11

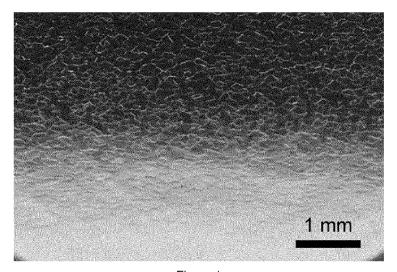


Figure 1

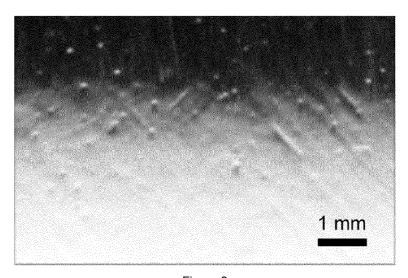


Figure 2

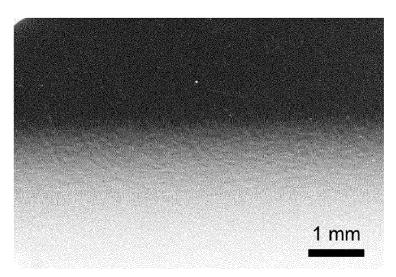


Figure 7

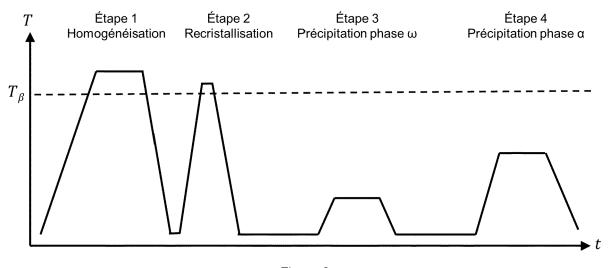


Figure 3

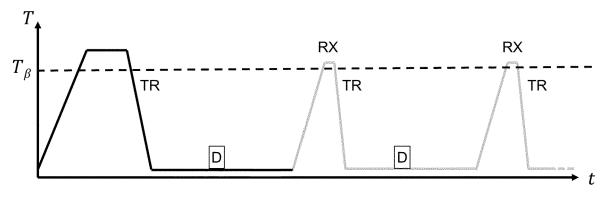
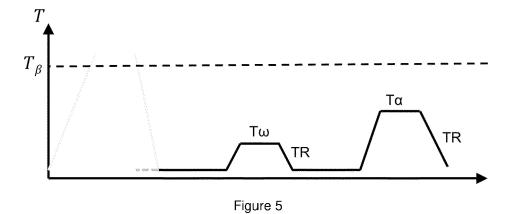


Figure 4



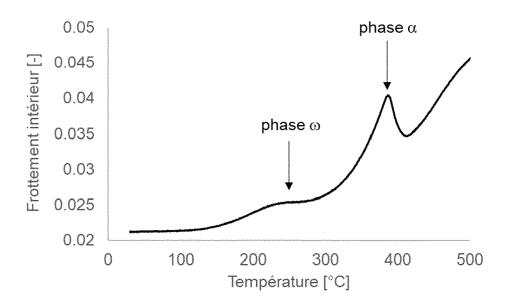


Figure 6

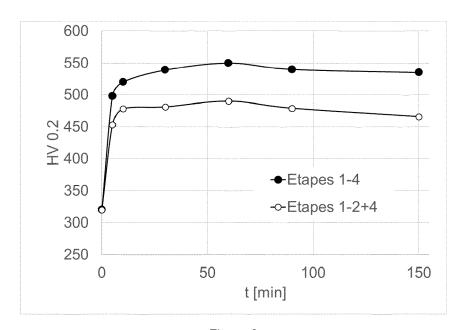
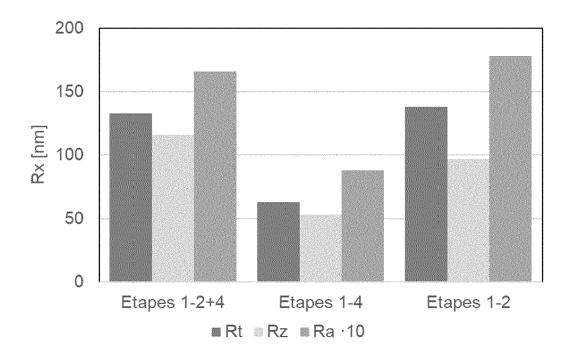
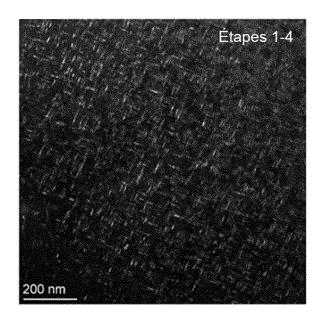


Figure 8



	Rt [nm]	Rz [nm]	Ra [nm]
Etapes 1-2+4	133	116	16.6
Etapes 1-4	63	53	8.8
Etapes 1-2	138	97	17.8

Figure 9



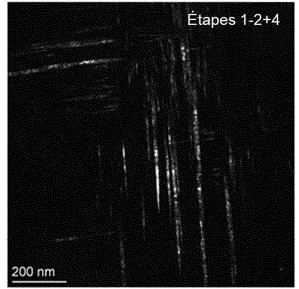


Figure 10 Figure 11

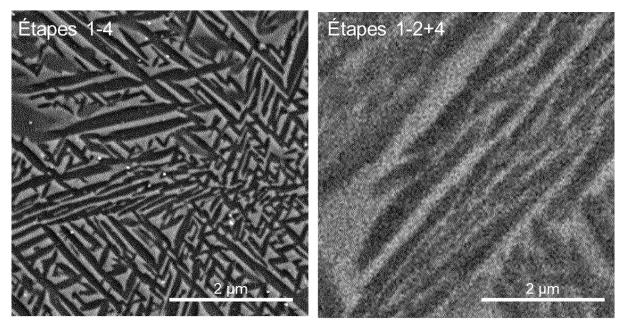


Figure 12 Figure 13



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 23 17 1832

5

	DC	CUMENTS CONSIDER	ES COMME	PERTINENTS		
	Catégorie	Citation du document avec des parties pertir		de besoin,	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
10	x	DE 690 14 501 T2 (S 11 mai 1995 (1995-0	5-11)	INC [JP])	1-4,6, 9-15	INV. C22C14/00
15	Y	* page 2 - page 3 * * page 6 - page 12 * page 16 - page 20	*		5,7,8,12	C22F1/18 G04B37/22
70		* exemples 1, 3 * * revendications 1-		a	5.7.0	ADD. A44C27/00
20	Y	CH 704 233 A1 (RICH 29 juin 2012 (2012- * revendications 1-	06-29)	SA [CH])	5,7,8	
	x	JP H06 136498 A (SE 17 mai 1994 (1994-0		INC)	1,4,6-8	
	Y	* alinéa [0001] - a * tableau 2 *	•	2] *	12	
25		* revendications 1-	2 *			
						DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
30						C22C C22F
						G04F A44C G04B
35						
40						
45						
1	Le pr	ésent rapport a été établi pour tou	utes les revendica	tions		
		Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche			Examinateur
°04C0		La Haye	13	13 septembre 202		becker, Pascal
99 PPO FORM 1503 03.82 (P04C02)	X : part Y : part	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITE ticulièrement pertinent à lui seul liculièrement pertinent en combinaison de des ment de la même et féculier.		E : document de b	cipe à la base de l'in revet antérieur, ma ou après cette date mande	
55 OGEN	A : arrid O : divu	e document de la même catégorie ère-plan technologique ulgation non-écrite ument intercalaire		Ele pour d'autres raisons Ele pour d'autres raisons		

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.

5

EP 23 17 1832

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits members sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

13-09-2023

10		Document brevet cité au rapport de recherche			Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)			Date de publication	
45		DE	69014501	Т2	11-05-1995	DE EP US	69014501 0416929 5171375	A1	11-05-1995 13-03-1991 15-12-1992	
15			704233	A1	29-06-2012	AUCUN				
			н06136498	A	17-05-1994	AUCUN				
20										
25										
30										
35										
40										
45										
50	EPO FORM P0460									
55	EPO									

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82