



**HAL**  
open science

# Traitements thermomecaniques de l'alliage de titane Ti-17. Etude expérimentale et modélisation de recristallisation de la phase Beta.

Lois Pallot

► **To cite this version:**

Lois Pallot. Traitements thermomecaniques de l'alliage de titane Ti-17. Etude expérimentale et modélisation de recristallisation de la phase Beta.. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2012. Français. NNT : 2012EMSE0675 . tel-00849211

**HAL Id: tel-00849211**

**<https://theses.hal.science/tel-00849211v1>**

Submitted on 30 Jul 2013

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

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



**NNT : 2012 EMSE 0675**

# THÈSE

présentée par

**Loïs PALLOT**

Pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des matériaux

## **TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES DE L'ALLIAGE DE TITANE Ti-17 ÉTUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DE LA RECRISTALLISATION DE LA PHASE BÊTA**

Soutenue à Saint-Etienne, le 7 décembre 2012

Membres du jury

Président	Paul DUVAL	Directeur de recherche au CNRS, UJF, Grenoble
Rapporteurs	Laurent BRIOTTET Shigehisa NAKA	Ingénieur de Recherche, CEA, Grenoble Directeur de Recherche, ONERA, Châtillon
Examineurs	Nadine SPÄTH Yvon MILLET Guillaume KERMOUCHE	Ingénieure de Recherche, SNECMA, Gennevilliers Ingénieur de Recherche, TIMET SA, Ugine Professeur, ENSM-SE, Saint-Etienne
Directeur de thèse	Frank MONTHEILLET	Directeur de recherche au CNRS, ENSM-SE, Saint-Etienne
Co-encadrant	David PIOT	Chargé de recherche, ENSM-SE, Saint-Etienne

**Spécialités doctorales :**

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**

K. Wolski Directeur de recherche  
 S. Drapier, professeur  
 F. Gruy, Maître de recherche  
 B. Guy, Directeur de recherche  
 D. Graillot, Directeur de recherche  
 O. Roustant, Maître-assistant  
 O. Boissier, Professeur  
 JC. Pinoli, Professeur  
 A. Dolgui, Professeur  
 Ph. Collot, Professeur

**EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	Fayol
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	Fayol
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	Fayol
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image, Vision, Signal	CIS
DELAFOSSE	David	PR1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	Fayol
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Sciences de la terre	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	Fayol
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HAN	Woo-Suck	CR		SMS
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
ROUSTANT	Olivier	MA		Fayol
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

**ENISE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)**

FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matériaux	ENISE
BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
ZAHOUANI	Hassan	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	MCF	Génie des procédés	ENISE
HAMDI	Hédi	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
KERMOUCHE	Guillaume	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
GUSSAROV	Andrey	Enseignant contractuel	Génie des procédés	ENISE

**Glossaire :**

PR 0	Professeur classe	Ing.	Ingénieur
PR 1	exceptionnelle	MCF	Maître de conférences
PR 2	Professeur 1 <sup>ère</sup> classe	MR(DR2)	Maître de recherche
PU	Professeur 2 <sup>ème</sup> classe	CR	Chargé de recherche
MA(MDC)	Professeur des Universités	EC	Enseignant-chercheur
DR	Maître assistant	IGM	Ingénieur général des mines
	Directeur de recherche		

**Centres :**

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
FAYOL	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

## Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du département RMT (Rhéologie, Microstructure, Thermomécanique) du centre SMS (Science des Matériaux et des Structures de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne).

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Frank Montheillet, pour ses compétences sans failles, sa disponibilité, ses conseils et sa gentillesse.

Je remercie également David Piot, qui a co-encadré cette thèse, pour ses nombreux conseils, sa disponibilité et ses connaissances sur tous les sujets.

Je remercie également Adeline Bénéteau et Nadine Späth, qui ont encadré ma thèse chez Snecma. J'adresse aussi mes remerciements à Yvon Millet, chez Timet, pour les conseils et les encouragements qu'il a su me donner. Je remercie aussi Christophe Desrayaud pour l'encadrement de la thèse au niveau du département RMT.

Je désire également remercier les membres du jury de cette thèse : monsieur Paul Duval qui a accepté de présider le jury, messieurs Laurent Briottet et Shigehisa Naka qui ont accepté d'être rapporteurs et enfin monsieur Guillaume Kermouche.

J'adresse également mes remerciements à Séverine Girard pour les essais mécaniques, Prisca Lévêque et Gilles Blanc pour leurs précieux conseils en analyse par microscopie optique et enfin, Maryline Mondon, Paul Jouffrey et Sergio Sao-Joao pour les analyses MEB-EBSD. Je les remercie pour leur savoir-faire et leur disponibilité.

Je remercie également l'ensemble des doctorants pour leur sympathie et leur convivialité lors des ces trois ans de thèse.

Enfin j'ai une pensée toute particulière pour mes parents, mon frère et ma sœur qui m'ont aidé à réussir ma scolarité mais qui ont aussi supporté mes humeurs pendant ces années de thèse parfois difficiles. Merci également à Aude, qui m'a toujours soutenu tout au long de ce doctorat. Merci à tous de votre soutien.



# Sommaire

<b>1. Introduction générale.....</b>	<b>11</b>
1.1. Motivations académiques et industrielles .....	11
1.2. Plan de la thèse .....	13
<b>2. Synthèse bibliographique .....</b>	<b>17</b>
2.1. Généralités sur le titane pur .....	17
2.2. Les alliages de titane .....	17
2.3. Les phases présentes dans le titane .....	20
2.4. Les microstructures .....	22
2.4.1. Les différentes morphologies .....	22
2.4.2. Les différentes structures .....	24
2.5. Mécanismes de déformation à chaud .....	26
2.5.1. Déformations faibles .....	27
2.5.2. Déformations modérées.....	31
2.5.3. Déformations élevées .....	32
2.5.4. Cas des alliages de titane.....	35
2.5.5. Les mécanismes statiques.....	40
2.6. Relations entre contrainte d'écoulement et paramètres microstructuraux .....	40
2.7. Texture .....	42
2.7.1. Définitions .....	42
2.7.2. Origine des textures.....	43
2.7.3. Anisotropie cristalline .....	46
2.7.4. Représentations des textures .....	47
2.7.5. Exemples .....	49
2.7.6. Modélisation.....	50
2.8. Lois de comportement .....	52
2.8.1. Loi d'évolution de la densité de dislocations .....	52
2.8.2. Modèles microscopiques de comportement à chaud .....	53
<b>3. Techniques expérimentales.....</b>	<b>61</b>
3.1. Procédure industrielle.....	61
3.1.1. Les différentes étapes de forgeage du matériau .....	61
3.1.2. Temps de chauffe, vitesse de forgeage et mode de refroidissement .....	63

3.2. Procédure expérimentale .....	63
3.2.1. Usinage des éprouvettes .....	63
3.3. Essais de compression .....	64
3.3.1. Conditions expérimentales .....	64
3.3.2. Choix du lubrifiant .....	65
3.3.3. Dispositif de l'essai de compression uniaxiale à chaud .....	66
3.3.4. Exploitation des résultats .....	66
3.3.5. Correction de l'effet du frottement.....	66
3.4. Essais de torsion .....	67
3.4.1. Intérêt de l'essai de torsion.....	67
3.4.2. Conditions expérimentales .....	69
3.4.3. Exploitation des résultats .....	70
3.5. Détermination des paramètres rhéologiques .....	73
3.6. Caractérisation de la microstructure.....	75
3.6.1. Prélèvements des échantillons.....	75
3.6.2. Microscopie optique .....	76
3.6.3. Microscopie électronique à balayage et mesures de texture locale (EBSD).....	77
3.6.3.1. Principe du MEB .....	77
3.6.3.2. Principe de l'EBSD .....	79

## **4. Résultats expérimentaux..... 83**

4.1. Etude de l'alliage Ti-17 aux faibles déformations (compression uniaxiale).....	84
4.1.1. Rhéologie de l'alliage Ti-17 ( $\epsilon \approx 1$ ) .....	84
4.1.1.1. Plan d'essai.....	84
4.1.1.2. Courbes contrainte-déformation de l'alliage Ti-17 en compression uniaxiale .. dans le domaine $\beta$ .....	84
4.1.1.3. Calcul des paramètres rhéologiques .....	88
4.1.1.4. Détermination de l'aire d'activation .....	89
4.1.1.5. Reproductibilité et répétabilité des essais de compression .....	90
4.1.2. Microstructures des états déformés en compression uniaxiale sans maintien et aux faibles déformations ( $\epsilon \approx 1$ ).....	91
4.1.2.1. Microstructure de l'alliage à l'état brut de livraison .....	91
4.1.2.2. Microstructure initiale de l'alliage .....	92
4.1.2.3. Observation des états déformés de l'alliage Ti-17 observés par microscopie optique.....	94
4.1.2.4. Observation des états déformés de l'alliage Ti-17 observés par EBSD.....	98
4.1.2.5. Distribution de taille pondérée par la surface des grains .....	100
4.1.2.6. Distance moyenne entre joints de faible et de forte désorientation.....	101
4.1.3. Microstructures des états déformés en compression uniaxiale avec maintien en température après déformation.....	103
4.1.3.1. Evolution de la microstructure en fonction du temps de maintien.....	104

4.2. Etude de l'alliage Ti-17 aux déformations élevées (torsion) .....	109
4.2.1. Rhéologie de l'alliage Ti-17 ( $\epsilon \approx 20$ ) .....	109
4.2.1.1. Courbes contrainte-déformation.....	109
4.2.1.2. Calcul des paramètres rhéologiques .....	111
4.2.1.3. Comparaisons avec la compression uniaxiale .....	113
4.2.2. Microstructures des états déformés en torsion sans maintien .....	114
4.2.2.1. Influence de la température .....	115
4.2.2.2. Influence de la vitesse de déformation à 915 °C.....	117
4.2.2.3. Influence de la vitesse de déformation à 945 °C.....	118
4.2.2.4. Conclusion.....	120
4.3. Etude microtexturale .....	121
4.3.1. Comparaison de deux essais à températures différentes .....	122
4.3.1.1. Représentation des textures en figures de pôles.....	123
4.3.1.2. Représentation des textures en figure de pôles inverses .....	124
4.3.2. Comparaison de deux essais à 900 °C et différentes vitesses de déformation.....	125
4.3.2.1. Représentation des textures en figures de pôles inverses.....	126
4.3.3. Comparaison de deux essais à 945 °C et différentes vitesses de déformation.....	127
4.3.3.1. Représentation des textures en figures de pôles inverses.....	128
Distribution des angles de désorientation de l'alliage Ti-17.....	131
4.4. Conclusion.....	133

## **5. Modélisation de la déformation à chaud..... 137**

5.1. Modélisation des mécanismes de déformation à chaud .....	138
5.1.1. Présentation des modèles.....	138
5.1.1.1. Modèle de recristallisation dynamique continue.....	138
5.1.1.2. Modèle d'évolution des joints de grains initiaux .....	139
5.1.1.3. Modèle d'évolution de la fraction recristallisée .....	139
5.1.2. Paramètres d'entrée et de sortie des modèles.....	140
5.1.3. Détermination des paramètres h et r.....	141
5.1.4. Etude paramétrique des principales variables du modèle .....	142
5.1.5. Ajustement de la contrainte d'écoulement .....	144
5.1.5.1. Prise en compte d'un auto-échauffement .....	146
5.1.5.2. Prise en compte d'une limite d'élasticité .....	147
5.1.6. Migration des joints de grains .....	149
5.1.6.1. Théorie .....	149
5.1.6.2. Données expérimentales.....	152
5.1.6.3. Modélisation.....	154
5.2. Résultats .....	155
5.2.1. Courbes contrainte-déformation.....	155
5.2.2. Evolution des populations de dislocations .....	156
5.2.3. Evolution de taille des cristallites.....	157

5.2.4. Diagramme de Derby .....	158
5.2.5. Volume balayé par les joints mobiles .....	159
5.2.6. Désorientation des sous-joints.....	160
5.2.7. Définition et évolution de la fraction recristallisée dynamique .....	161
5.2.7.1. Théorie .....	161
5.2.7.2. Données expérimentales.....	163
5.2.7.3. Modélisation.....	164
5.2.8. Evolution des grains initiaux.....	165
5.3. Application industrielle sur pièce réelle.....	166
5.3.1. Type de pièce étudiée .....	166
5.3.2. Les étapes de forge chez Snecma .....	166
5.3.3. Modélisation de l'évolution d'un nœud sous Forge.....	167
5.3.4. Données extraites du rapport de dissection Snecma .....	170
5.3.5. Résultats de modélisation associés au nœud central 686 (zone 4).....	172
5.3.5.1. Chemin de température et de vitesse de déformation .....	172
5.3.5.2. Contrainte d'écoulement .....	172
5.3.5.3. Evolution de taille des cristallites (population minoritaire).....	174
5.3.5.4. Evolution de taille des grains initiaux (population majoritaire).....	174
5.3.5.5. Evolution de la fraction recristallisée.....	175
5.3.6. Résultats de modélisation associés au nœud central 1386 (zone E1) .....	176
5.4. Conclusion.....	180
<b>6. Conclusion générale .....</b>	<b>183</b>

# **Chapitre I**

## **Introduction générale**



# 1. Introduction générale

## 1.1. Motivations académiques et industrielles

Les alliages de titane jouent un rôle important dans l'industrie aéronautique, en raison de leur bonne résistance mécanique, leur bonne tenue à la corrosion, leur faible densité et une bonne tenue en fatigue et en fluage. Le titane présente donc un intérêt certain, par exemple, dans les disques de turboréacteur qui doivent transmettre un couple mécanique à des températures pouvant être élevées. Pour les parties les plus froides, le TA6V est employé avant de céder la place au Ti-17 puis au Ti-6242 au fur et à mesure que la température s'élève. Ensuite, au-delà de 550 °C, on utilise des alliages de nickel tel l'Inconel 718.

Trois étapes de fabrication mènent à l'obtention d'une pièce : l'élaboration de l'alliage, la mise en forme et les traitements thermiques. Les deux dernières tiennent une place de choix chez Snecma car elles déterminent les propriétés d'emploi du produit fini. Les alliages de titane possèdent une forte hérédité structurale qui fait que toutes les étapes suivies par l'alliage contribuent à la microstructure finale et conditionnent donc les propriétés du matériau.

Cette thèse porte sur l'alliage Ti-17. Elle s'inscrit dans un grand programme incluant plusieurs thèses en partenariat entre Snecma et les écoles des Mines de Saint-Etienne et Nancy et se situe dans un contexte d'optimisation des procédés de forgeage et de traitements thermiques des alliages de titane pour les pièces de moteurs Snecma.

L'entreprise s'attache à développer ses capacités de modélisation des phénomènes métallurgiques mis en jeu lors du forgeage des pièces en alliages de titane : cinétiques de transformation de phases, évolution de la taille de grain, recristallisation, évolution de la texture cristallographique. Les microstructures résultantes conditionnent fortement les propriétés mécaniques du matériau.

Pour réduire les coûts d'industrialisation de nouvelles pièces, il est préférable de définir les gammes de forgeage par calcul plutôt que par la fabrication de différents prototypes. Pour être complet, le calcul devrait prévoir les propriétés mécaniques (traction, fatigue, fluage) en chaque point de la pièce après chaque étape de fabrication : forgeage, traitements thermiques, usinage, grenaillage, etc. Ce calcul se compose de 3 étapes. La première correspond à la modélisation des déformations et de la thermique du procédé de mise en forme à l'aide d'un code de calcul par éléments finis.

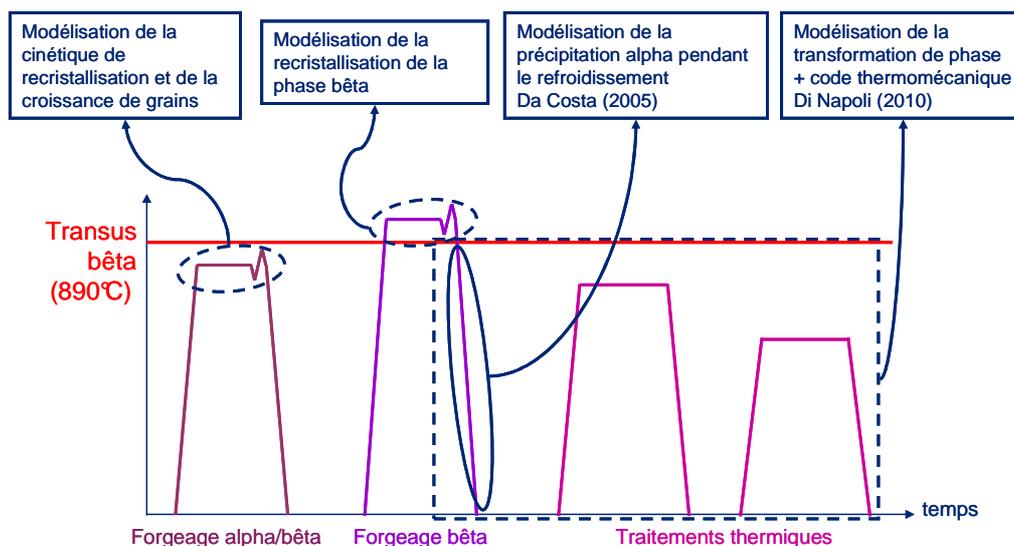
La deuxième étape concerne la modélisation des évolutions métallurgiques du matériau au cours de cette mise en forme et la troisième étape s'occupe de modéliser les évolutions correspondantes des propriétés mécaniques.

Pour le procédé de forgeage des alliages de titane, la seconde étape (modélisation des évolutions métallurgiques) est scindée en deux opérations :

- La modélisation des cinétiques de transformations de phases. Ces travaux ont été menés au LSG2M (Laboratoire de Science et Génie des Matériaux) à l'École des Mines de Nancy, avec la thèse CIFRE de Di Napoli [2009].

- La modélisation des phénomènes de recristallisation en phase bêta. Ces travaux font l'objet de la présente thèse.

Au cours de leur mise en forme, les alliages de titane destinés à la fabrication de pièces tournantes pour moteurs d'avions, tels que les nuances Ti-17 et Ti-6242, suivent un schéma thermomécanique complexe constitué généralement de plusieurs opérations de forgeage, comme l'illustre par exemple la figure 1.



**Fig. 1.** Schéma thermomécanique

La deuxième étape de ce schéma, qui consiste en une passe de forgeage dans le domaine monophasé  $\beta$  (soit  $T > 890$  °C pour le Ti-17 et  $T > 1000$  °C pour le Ti-6242), joue un rôle important car elle conditionne la transformation de phase qui s'opère au cours du refroidissement ou du traitement thermique consécutif dans le domaine biphasé  $\alpha$ - $\beta$ , et donc les propriétés mécaniques finales de la pièce. La maîtrise de l'évolution de la microstructure au cours du forgeage dans le domaine  $\beta$  est donc indispensable pour optimiser l'ensemble du schéma. Il est également important de connaître la rhéologie du matériau au cours de cette étape.

Sur le plan amont et académique, ces travaux aboutiront à une meilleure compréhension des mécanismes de recristallisation dynamique se produisant dans ce type de matériau. En ce qui concerne les applications, ils contribueront à l'élaboration d'un post-processeur métallurgique dédié au forgeage des alliages de titane en phase  $\beta$ .

## 1.2. Plan de la thèse

Le présent travail a pour objectif de déterminer expérimentalement et de modéliser le comportement mécanique ainsi que les évolutions de microstructure de l'alliage Ti-17 au cours d'une déformation dans le domaine  $\beta$ .

Des essais de compression uniaxiale ont ainsi été effectués car ils génèrent des sollicitations mécaniques très proches de celles subies par les grains d'un agrégat polycristallin lors du forgeage industriel. Les vitesses de déformation sont comprises entre  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$  et les déformations de l'ordre de  $\bar{\epsilon} \approx 1$ . Des essais de torsion ont également été réalisés car ce sont les seuls qui permettent d'imposer de grandes déformations ( $\bar{\epsilon} \approx 20$ ) et donc d'atteindre un régime stationnaire. Nous disposons ainsi de deux chemins de déformation très différents pour cette étude. Les microstructures et les textures résultantes ont été étudiées (notamment par EBSD), soit après refroidissement rapide, soit après maintien statique en température, de manière à caractériser également les évolutions post-dynamiques.

Ces approches expérimentales ont été associées à un travail de modélisation : un modèle de recristallisation dynamique "continue" (fragmentation progressive des grains  $\beta$  initiaux), développé auparavant pour les alliages d'aluminium, a été transposé au cas de la phase  $\beta$  des alliages de titane.

Le **chapitre II** est une synthèse bibliographique présentant l'alliage Ti-17 ainsi que des alliages proches et décrivant également les principaux mécanismes de déformation à chaud.

Le **chapitre III** traite des procédures expérimentales et présente le matériau étudié, les essais mécaniques et les techniques d'analyse.

Le **chapitre IV** concerne les résultats expérimentaux. Après une caractérisation des microstructures initiales de l'alliage, les paramètres rhéologiques sont déterminés à l'aide d'essais de compression et de torsion à chaud. Dans ce chapitre sont également étudiées les évolutions de microstructures et de textures en fonction des conditions de déformation.

Enfin, le **chapitre V** présente un modèle de recristallisation dynamique continue [Gourdet & Montheillet, 2003], initialement utilisé pour des alliages d'aluminium et repris, adapté et amélioré pour l'application à la déformation à chaud de l'alliage Ti-17.



# **Chapitre II**

## **Synthèse bibliographique**



## 2. Synthèse bibliographique

### 2.1. Généralités sur le titane pur

Le titane se présente sous deux phases distinctes. La transformation allotropique se situe à une température de 882 °C appelée transus  $\beta$ . À température ambiante, la phase stable est la phase  $\alpha$  tandis qu'au delà du transus  $\beta$ , c'est la phase  $\beta$  qui l'est jusqu'à la température de fusion, atteinte à 1670 °C.

La phase  $\alpha$  présente une structure hexagonale de paramètres cristallins  $a = 0,295$  nm et  $c = 0,4682$  nm. Elle est qualifiée d'hexagonale pseudo-compacte du fait de son rapport  $c/a$  inférieur à la valeur théorique de la structure hexagonale compacte (1,587 contre 1,633).

La phase  $\beta$  présente une structure cubique centrée de paramètre  $a = 0,332$  nm [Combres, 1994]. Les principales propriétés du titane sont présentées dans le tableau 1.

**Tab. 1.** Caractéristiques physiques du titane non allié [De Gélas, 1976]

Propriété	Valeur	Unité
Numéro atomique	22	–
Masse atomique	47,9	g
Masse volumique	4,507	$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$
Température de transformation allotropique	882	°C
Température de fusion	1 670	°C
Température d'ébullition	3 535	°C
Capacité thermique massique	522,5	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Conductivité thermique	16,7	$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Résistivité électrique à 20 °C	$47,8 \times 10^{-8}$	$\Omega \cdot \text{m}$
Coefficient de dilatation linéaire à 25 °C	$8,5 \times 10^{-5}$	$\text{K}^{-1}$
Susceptibilité magnétique	$3,2 \times 10^{-6}$	$\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$
Module d'élasticité	110 000	MPa
Coefficient de Poisson	0,33	–

### 2.2. Les alliages de titane

Les éléments d'alliage sont classés dans deux catégories selon leur aptitude à favoriser la stabilité de l'une ou l'autre des deux phases : les alphasènes et les bêtagènes.

Leur action se caractérise par une modification du transus  $\beta$ , respectivement une élévation et une baisse par rapport à la valeur obtenue dans le titane pur. En fait, il existe une troisième catégorie, certes moins intéressante du point de vue de l'obtention d'une phase particulière, mais non négligeable pour le durcissement : les éléments neutres.

Outre l'action sur les équilibres thermodynamiques, les éléments alphasènes et bêtagènes conditionnent la cinétique de transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , permettant la création d'états métastables à évolution plus ou moins lente.

Les fractions des phases  $\alpha$  et  $\beta$  amènent à définir cinq grandes catégories d'alliages, précisées dans le tableau 2. Pour les classer, il a été établi expérimentalement deux indicateurs,  $Al_{\acute{e}q}$  et  $Mo_{\acute{e}q}$ , représentant respectivement les teneurs massiques en éléments alphagènes et bêtagènes :

$$Al_{\acute{e}q} = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10 O$$
$$Mo_{\acute{e}q} = Mo + \frac{V}{1,5} + \frac{Cr}{0,6} + \frac{Fe}{0,35} + \frac{Cu}{3} + \frac{Nb}{3,6}$$

C'est le rapport  $Mo_{\acute{e}q}/Al_{\acute{e}q}$  qui détermine le classement des alliages comme l'illustre le Tableau 2.

**Tab. 2.** Classement des alliages de titane en fonction de  $Mo_{\text{éq}}/Al_{\text{éq}}$  [Augris, 2000]

Type d'alliage	Exemples	Transus $\beta$	$Mo_{\text{éq}}/Al_{\text{éq}}$	Obtention	Caractéristiques
$\alpha$	TA5E	1040°C	0	<ul style="list-style-type: none"> <li>Faiblement allié en éléments alphas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>☺ Bonne stabilité thermique.</li> <li>☺ Résistance fluage <math>\rightarrow</math> 550°C</li> <li>☺ Soudabilité.</li> <li>☹ Formage difficile à froid.</li> <li>☹ Pas de réponse aux traitements thermiques</li> </ul>
Quasi- $\alpha$	IMI685 IMI829 IMI834 UT651A TA8DV Ti-6242	995°C à 1040°C	0,06 0,07 0,08 0,12 0,19 0,23	<ul style="list-style-type: none"> <li>Faible pourcentage d'éléments uniformes en bêtagènes</li> </ul>	<p>Mêmes caractéristiques que les alliages <math>\alpha</math> avec :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>☺ Meilleure résistance en traction</li> <li>☺ Bonnes caractéristiques à haute température préservées</li> </ul>
$\alpha/\beta$	TA3V TA6V TA4DE Ti-6246	925°C à 995°C	0,42 0,36 0,68 0,70	<ul style="list-style-type: none"> <li>4 à 6% d'éléments bêtagènes</li> </ul>	<p>Entre propriétés <math>\alpha</math> et <math>\beta</math> avec :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>☺ Réponse aux traitements thermiques</li> <li>☺ Résistants à chaud</li> <li>☺ Stabilité <math>\rightarrow</math> 450°C</li> </ul>
Quasi- $\beta$ ou $\beta$ - métastable	Ti-17 Ti-10-2-3	795°C à 910°C	1,53 2,95	<ul style="list-style-type: none"> <li>Quantité assez importante d'éléments bêtagènes</li> <li>Phase <math>\beta</math> existe à température ambiante à l'état métastable</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>☺ Réponse aux traitements thermiques.</li> <li>☺ Facilité de mise en forme.</li> <li>☺ Bonnes propriétés mécaniques à l'ambiante.</li> <li>☹ Température d'utilisation inférieure à 350°C</li> </ul>
$\beta$	Ti-15-3-3-3 TV13CA	690°C à 760°C	3 6	<ul style="list-style-type: none"> <li>Forte proportion d'éléments bêtagènes empêchant la précipitation d'une phase <math>\alpha</math> durcissante</li> </ul>	<p>Peu utilisés car :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>☺ Réponse aux traitements thermiques</li> <li>☹ Mauvaise tenue au fluage.</li> <li>☹ Inutilisables à haute température</li> </ul>

Le Ti-17 présente une température de transus variant entre 880 et 900 °C. La valeur du transus  $\beta$  est essentiellement fonction de la teneur en aluminium, chrome, molybdène et en oxygène. Les éléments d'addition sont présentés en fonction de leur pourcentage massique dans l'alliage dans le tableau 3.

**Tab. 3.** Composition chimique de l'alliage Ti-17

Eléments d'addition	% massique de l'élément
Aluminium (Al)	4,5 – 5,5
Etain (Sn)	1,6 – 2,4
Zirconium (Zr)	1,6 – 2,4
Molybdène (Mo)	3,5 – 4,5
Chrome (Cr)	3,5 – 4,5
Oxygène (O)	0,08 – 0,13
Azote (N)	0,05 Max
Carbone (C)	0,05 Max
Hydrogène (H)	0,0125 Max
Fer (Fe)	0,25 Max
Chaque élément résiduel	0,10 Max
Total des éléments résiduels	0,30 Max

### 2.3. Les phases présentes dans le titane [Seagle, 1960 ; Séraphin et Castro, 1966]

Suivant le type de traitement subi et la structure initiale, on distingue deux grandes familles de morphologie dans les alliages de titane pour lesquels la phase  $\alpha$  a précipité :

- une structure aiguillée ou lamellaire (ou encore aciculaire),
- une structure équiaxe ou globulaire.

Le refroidissement à partir du domaine  $\beta$  conduit à une structure lamellaire dans tous les cas, hormis celui des alliages  $\beta$ . Sa finesse varie dans le même sens que la vitesse de refroidissement. Pour obtenir la structure équiaxe, la plus utilisée, un traitement thermique ne suffit pas. Il faut lui associer un corroyage dans le domaine  $\alpha/\beta$  qui provoquera la fragmentation de la structure aiguillée ou lamellaire. Ce dernier induit des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamique que nous verrons plus loin (cf § 2.5).

- **Cas des alliages  $\alpha$  et  $\alpha/\beta$**

Au cours d'un refroidissement rapide, la phase  $\beta$  stable à haute température va se transformer, au moins partiellement et dans des conditions de refroidissement rapide, en martensite  $\alpha'$ . La température de début de transformation martensitique (point  $M_s$ ) est supérieure à l'ambiante. Cette phase formée sans diffusion possède une structure hexagonale comme celle du titane pur et la composition chimique de la phase  $\beta$  dont elle est issue. Elle est hors d'équilibre et donc susceptible de durcissement par maintien à une température inférieure au transus  $\beta$  mais suffisamment élevée pour créer des îlots  $\alpha$  durcissants.

Cette phase  $\alpha'$  a une structure aiguillée fine de type martensitique. Plus la vitesse de refroidissement est lente, plus les aiguilles sont épaisses, donnant naissance à une structure lamellaire plus grossière appelée **structure de Widmanstätten** qui sera détaillée § 2.4.2. Si elle diminue encore, on obtient une structure en lamelles plus épaisses.

La phase  $\beta$  résiduelle est généralement décomposée, lors d'un revenu, en phase  $\alpha$  qui précipite sous la forme d'aiguilles très fines et naissant sur les éventuelles aiguilles de Widmanstätten ou lamelles préalablement obtenues.

Pour obtenir une structure équiaxe, il faut déformer plastiquement l'alliage dans le domaine  $\alpha + \beta$  puis le mettre en solution dans ce même domaine. On a alors une structure composée de nodules équiaxes  $\alpha$  dans une matrice de phase  $\beta$ . Un revenu peut faire précipiter de la phase  $\alpha$  dans la phase  $\beta$  métastable restante.

- **Cas des alliages  $\beta$  métastables**

La phase  $\beta$  peut être conservée à température ambiante si le refroidissement est suffisamment rapide. Du fait de la teneur importante en éléments bêtagènes, le point  $M_s$  est inférieur à la température ambiante et la transformation martensitique n'a donc pas démarré lors de l'arrivée à la température ambiante. La phase  $\beta$  peut être durcie par revenu dans le domaine biphasé. C'est le cas de l'alliage Ti-17.

- **Cas des alliages  $\beta$**

On distingue les alliages stables des alliages mécaniquement instables. Pour ces derniers, la phase  $\beta$  peut se transformer en martensite  $\alpha'$  sous l'effet d'une déformation plastique à température ambiante : on parle alors de martensite mécanique d'écrouissage, comme pour les aciers inoxydables austénitiques. En ce qui concerne les alliages mécaniquement stables, la teneur en éléments bêtagènes est telle que cette transformation de la phase  $\beta$  n'est plus possible. Enfin, pour les alliages parfaitement stables, tout traitement thermique est inopérant, hormis pour le détensionnement des contraintes.

## 2.4. Les microstructures

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane sont étroitement liées à la microstructure. Les principales propriétés recherchées sont la résistance mécanique, la ductilité, la ténacité et de bonnes tenues en fatigue et en fluage. Ces propriétés sont principalement la conséquence de plusieurs paramètres tels que la proportion des différentes phases, la texture morphologique et la texture cristallographique. Ces paramètres étant fonction eux-mêmes de l'histoire thermomécanique du matériau comme nous le verrons par la suite.

Toutefois, on distingue généralement deux classes de microstructures constituées de phases assez différentes.

### 2.4.1. Les différentes morphologies

- **La phase  $\alpha$**

Pour la phase  $\alpha$  (Fig. 2), on distingue principalement [Delfosse, 2005] :

$\alpha_{GB}^P$  : phase alpha primaire qui précipite sous forme de liserés assez épais aux ex-joints de grains  $\beta$  lors du refroidissement à partir du domaine  $\beta$ . Cette phase vérifie les relations de Burgers avec un des ex-grains  $\beta$  adjacents.

$\alpha_{WGB}^P$  : phase alpha primaire qui précipite à l'aplomb de la phase  $\alpha_{GB}^P$  avec un angle de  $90^\circ$  ou de  $120^\circ$  sous forme de colonies constituées de lamelles parallèles entre elles. Dans le TA6V, Le Biavant [2000] a montré que les lamelles d'une même colonie possédaient la même orientation cristallographique et que la colonie correspondait à l'un des douze variants de Burgers. Chaussy [1996] l'a aussi constaté sur le BêtaCez, alliage très proche du Ti-17.

$\alpha_{wi}^P$  : phase alpha primaire intragranulaire de Widmanstätten, elle apparaît lors de la trempe après forgeage ou pendant les opérations de traitement thermique. Elle se présente sous la forme d'aiguilles enchevêtrées.

$\alpha_{wi}^S$  : phase alpha secondaire intragranulaire de Widmanstätten, elle se forme lors des traitements thermiques, elle résulte de la décomposition de la phase  $\beta$  métastable. Elle se présente sous la forme d'aiguilles très fines.

$\alpha'$  : phase martensitique de structure intermédiaire entre la phase  $\beta$  et la phase  $\alpha$  de type orthorhombique avec une forte teneur en éléments bêtagènes et donc une composition proche de la phase  $\beta$ . La transformation  $\beta \rightarrow \alpha'$  s'effectue par distorsion du réseau cristallin et par cisaillement  $\{112\}\langle 111 \rangle$ .

- **La phase  $\beta$**

Pour la phase  $\beta$ , après un refroidissement depuis le domaine  $\beta$ , on distingue [Delfosse, 2005] :

$\beta_s$  : phase retenue à l'ambiante et stabilisée qu'il est impossible de transformer par traitement thermique.

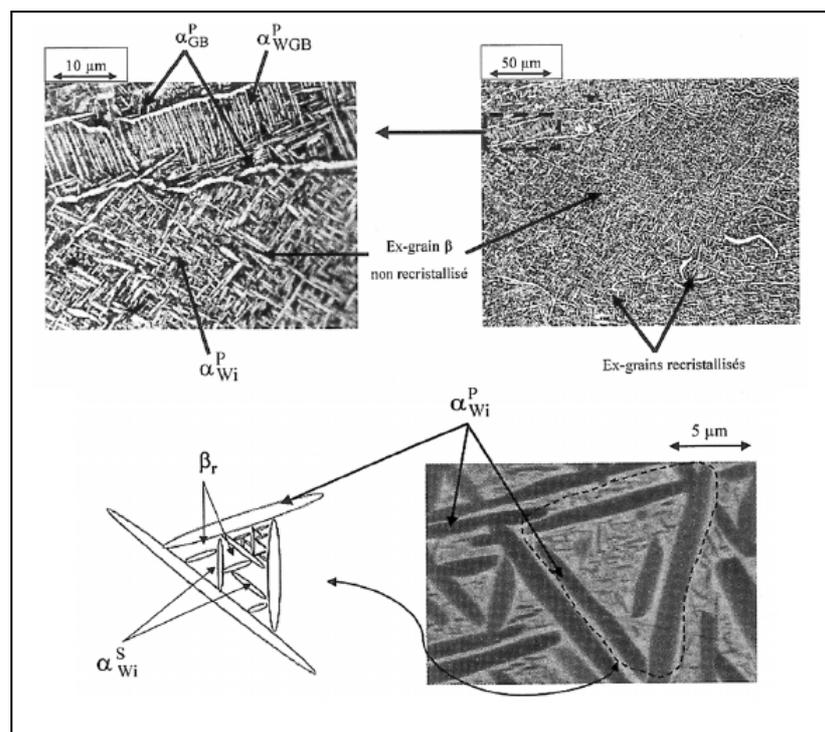
$\beta_m$  : phase  $\beta$  métastable, retenue à l'ambiante mais avec sa composition chimique haute température qui, sous l'effet des traitements thermiques, évolue en phase  $\alpha$ .

$\beta_t$  : phase  $\beta$  transformée issue de la décomposition de  $\beta$  par refroidissement lent en structure lamellaire  $\alpha + \beta$ .

- **Autres phases**

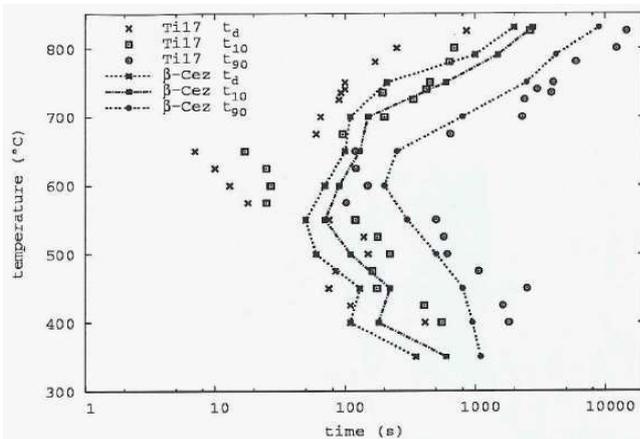
$\omega$  : cette phase existe sous deux variantes, l'une athermique apparaissant lors de la trempe rapide à partir de la température de transus, l'autre isotherme pouvant apparaître par décomposition isotherme de la phase  $\beta$  de certains alliages. Cette phase, durcissante tout autant que fragilisante, est une phase transitoire avant l'apparition de la phase  $\alpha$  et est invisible en microscope optique.

$Ti_3Al$  : cette phase apparaît lors de maintiens prolongés dans un domaine de températures intermédiaires (450 à 700°C). Elle est hexagonale, durcissante, mais aussi très fragilisante.

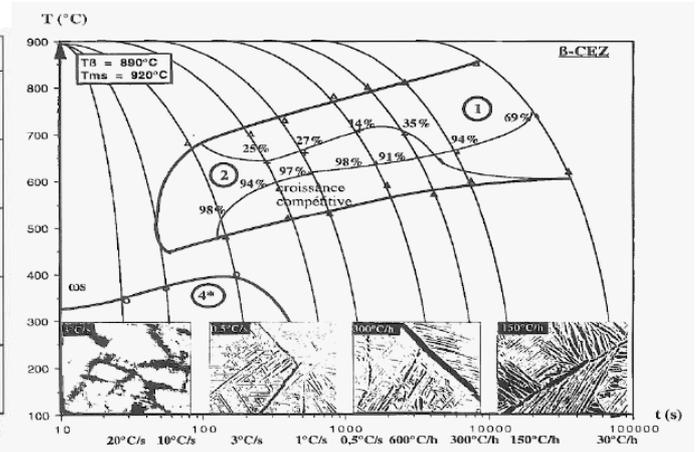


**Fig. 2.** Exemples de microstructures dans le Ti-17 [Gourbesville, 2000]

L'obtention des différentes phases est régie essentiellement par la température initiale de changement de phase et la vitesse à laquelle celui-ci s'effectue. Pour prévoir la morphologie de la phase  $\alpha$  lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha + \beta$  on utilise les diagrammes TTT (Température, Temps, taux de Transformation) et TRC (Transformation en Refroidissement Continu) (Fig.3 et Fig. 4).



**Fig. 3.** Comparaison des diagrammes TTT alliages BêtaCez et Ti 17 [Da Costa Teixeira, 2005]



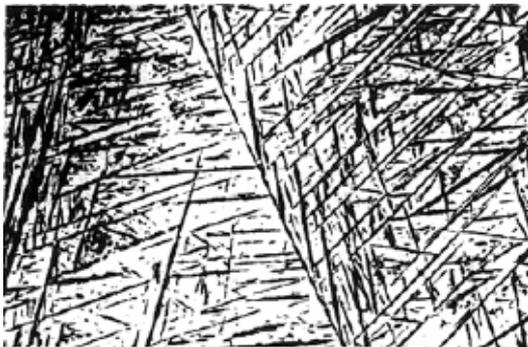
**Fig. 4.** Diagramme TRC BêtaCez [Bein, 1996]

**2.4.2. Les différentes structures**

- **La structure aciculaire**

Cette structure ne requiert qu'un traitement thermique. Elle s'obtient lors d'un refroidissement commencé dans le domaine  $\beta$  et se caractérise par la présence d'aiguilles dont l'épaisseur est fonction de la vitesse de refroidissement. Selon cette vitesse on distingue deux cas :

- La structure martensitique  $\alpha'$ , structure fine, obtenue dans le cas d'une trempe rapide à l'eau (Fig. 5).



**Fig. 5.** Structure martensitique 10  $\mu\text{m}$

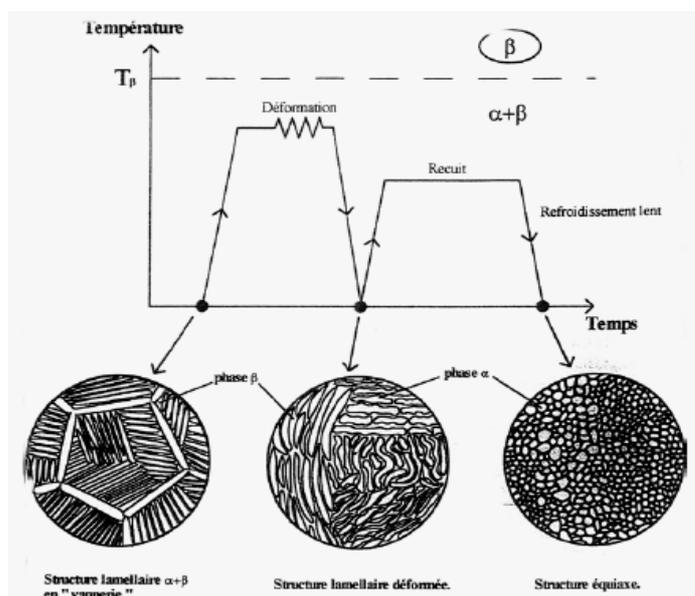


**Fig. 6.** Structure de Widmanstätten 100  $\mu\text{m}$

- La structure de Widmanstätten (ou en vannerie) produite par un refroidissement plus lent permettant à la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  de s'effectuer (Fig. 6). La phase  $\alpha$  se développe sous forme de lamelles d'autant plus épaisses que la vitesse de refroidissement est lente.

- **La structure équiaxe**

Cette structure nécessite l'utilisation d'un traitement thermomécanique. À partir de la structure lamellaire, on réalise un corroyage dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  puis un recuit, comme schématisé figure 7 par Dumanowski [1997].



**Fig. 7.** Schéma de l'obtention d'une structure équiaxe de l'alliage Ti-6Al-4V [Dumanowski, 1997]

## 2.5. Mécanismes de déformation à chaud

La déformation à chaud est généralement définie comme étant une opération de mise en forme effectuée à une température  $T$  comprise entre  $0,5 T_{\text{fusion}}$  et  $T_{\text{fusion}}$  (température de solidus). L'une des conséquences de la déformation à chaud des alliages métalliques est l'accroissement important de la densité de dislocations dans chacun des grains (écrouissage) et a pour effet une augmentation de la contrainte d'écoulement et de surcroît une augmentation de l'énergie interne, force motrice pour la restauration et la recristallisation. Le comportement du matériau dépend principalement de son énergie de défaut d'empilement.

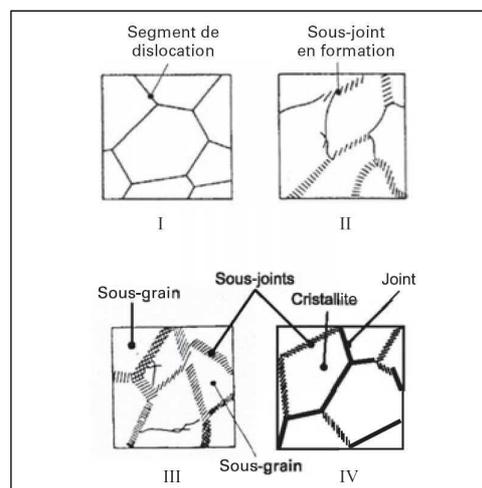
L'examen des relations entre contrainte d'écoulement et déformation équivalente permet de distinguer deux types de métaux ou alliages métalliques : les matériaux à forte et à faible énergie de faute d'empilement. Dans les deux cas de figure, on assiste pendant la déformation à un adoucissement du matériau, résultant des mécanismes de réarrangement de la structure qui abaissent la densité de dislocations. Quand ils ont lieu au cours de la déformation, ils sont dits "dynamiques" ; s'ils la précèdent ou la suivent, ils seront qualifiés respectivement de "statiques" ou "métadynamiques".

Dans les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, soit quelques  $10^{-2} \text{ J/m}^2$  (cuivre, laitons, fer  $\gamma$ , aciers austénitiques), la phase d'écrouissage est généralement suivie d'un maximum unique, assez prononcé. Le régime stationnaire est atteint pour des déformations très faibles ( $\epsilon < 1$ ). De plus, aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, le palier stationnaire n'est atteint qu'après une série d'oscillations d'amplitude décroissante. Ce comportement est lié au processus de **recristallisation dynamique discontinue** (RDD). La contrainte d'écoulement dépend de la vitesse de déformation et de la température. Dans tous les cas, elle augmente lorsque la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  augmente ou lorsque la température  $T$  diminue (cf. Fig. 9).

Dans les matériaux à forte énergie de faute d'empilement, soit quelques  $10^{-1} \text{ J/m}^2$  (aluminium, fer  $\alpha$ , titane  $\beta$ , aciers ferritiques), la courbe contrainte-déformation à chaud présente habituellement un domaine d'écrouissage, puis un maximum relativement peu accentué, suivi d'un lent adoucissement conduisant à un domaine stationnaire, dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante. Celui-ci n'est parfois atteint qu'après une déformation très élevée ( $\epsilon > 20$ ) obtenue généralement par essai de torsion. Un tel comportement est associé aux processus de **recristallisation dynamique continue** (RDC) (cf. Fig. 12) et de **recristallisation dynamique géométrique** (RDG) (cf. Fig. 11).

### 2.5.1. Déformations faibles

Aux déformations faibles ( $\epsilon < 1$ ), c'est-à-dire approximativement jusqu'au maximum de la courbe contrainte-déformation, la combinaison des processus d'écroutissage et de restauration dynamique se traduit par une évolution microstructurale analogue à la formation des cellules d'écroutissage observée lors de la déformation à froid des mêmes matériaux. Dans ce domaine, on observe une augmentation progressive de la densité de dislocations. Toutefois, contrairement au cas de la déformation à froid, cet accroissement lié à l'écroutissage est modéré par la restauration dynamique : le mouvement des dislocations est facilité par les mécanismes de glissement dévié et de montée, en particulier dans les métaux à forte énergie de faute d'empilement. Ainsi une partie des dislocations peut être éliminée, soit au cours d'annihilations par paires, soit par absorption dans les joints de grains. Simultanément, les dislocations s'organisent en sous-joints subdivisant les grains initiaux en sous-grains (Fig. 8), conformément à la théorie de Holt [1970].



**Fig. 8.** Représentation schématique du processus de restauration dynamique

Les transformations microstructurales dans le domaine des déformations faibles résultent donc d'un équilibre entre l'écroutissage (création de dislocations) et la restauration dynamique (réarrangement et annihilation continue des dislocations).

Les sous-joints apparaissent comme des arrangements plans d'une, deux ou trois familles de dislocations parallèles. Au maximum de la courbe contrainte-déformation, la désorientation cristallographique moyenne entre sous-grains adjacents est de quelques degrés.

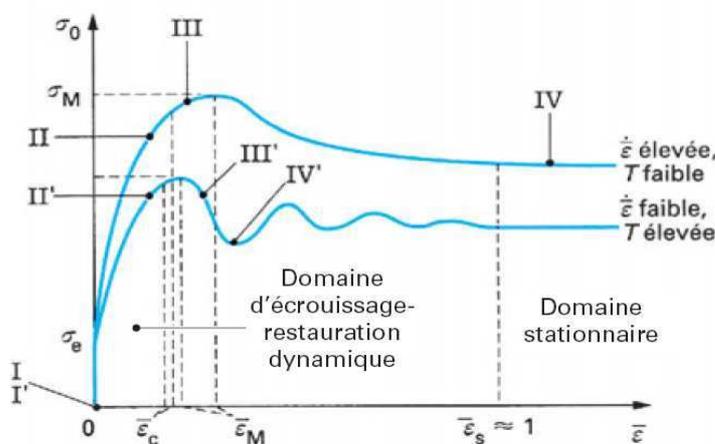
L'angle de désorientation  $\theta$  entre deux cristaux adjacents est le plus petit angle positif de rotation permettant d'amener les deux cristaux en coïncidence. La taille moyenne des sous-grains augmente lorsque la vitesse de déformation diminue ou lorsque la température augmente ; elle varie donc en sens inverse de la contrainte d'écoulement.

Dans le cas des matériaux donnant lieu au mécanisme de **recristallisation dynamique discontinue** (RDD), les premiers germes de grains recristallisés apparaissent un peu avant le maximum de la contrainte, ce qui termine la phase d'écroutissage-restauration dynamique.

En revanche, dans les matériaux où la RDD ne se produit pas, l'évolution progressive de la microstructure aux grandes déformations constitue ce qu'il est convenu d'appeler la **recristallisation dynamique continue (RDC)**.

- **Recristallisation dynamique discontinue (RDD)** [McQueen *et* Jonas, 1975 ; Sakai *et* Jonas, 1984 ; Montheillet *et* Jonas, 1996]

Dans les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, les dislocations sont fortement dissociées et par conséquent peu mobiles. Leur réarrangement en sous-joints est donc difficile et le processus de restauration dynamique décrit dans le paragraphe précédent peu efficace. L'écroutissage est donc important, ce qui conduit à l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations dans le matériau. L'énergie élastique ainsi stockée constitue une force motrice suffisante pour provoquer, à température élevée, la germination de nouveaux grains : pour une déformation critique  $\varepsilon_c$ , légèrement inférieure à la déformation  $\varepsilon_m$  correspondant au maximum de la courbe contrainte-déformation [ $\varepsilon_c \approx (5/6) \varepsilon_m$ ] [Jonas *et* al., 2009], des germes de nouveaux grains apparaissent dans le matériau écroui. Un germe est une région de faible volume (de l'ordre du micromètre), contenant une faible densité de dislocations et séparé de la matrice environnante par des interfaces à forte désorientation. Il semble que plusieurs mécanismes soient susceptibles de produire des germes, tels que par exemple la rotation accélérée d'un sous-grain particulier, la coalescence de sous-grains adjacents ou la migration locale d'un joint de grains à l'intérieur d'un grain voisin. Ces germes apparaissent le plus souvent à proximité des joints de grains initiaux. Les nouveaux grains ainsi créés croissent alors au détriment des anciens grains écrouis, la migration des joints de grains entraînant ainsi une diminution de l'énergie élastique du système. La contrainte d'écoulement passe alors par un maximum et la structure initiale déformée est rapidement remplacée par une structure recristallisée, ce qui empêche le déclenchement des processus plus lents de RDC et RDG (Fig. 9).



**Fig. 9.** Courbes contrainte-déformation d'alliages à faible énergie de faute d'empilement [Montheillet, 2009]

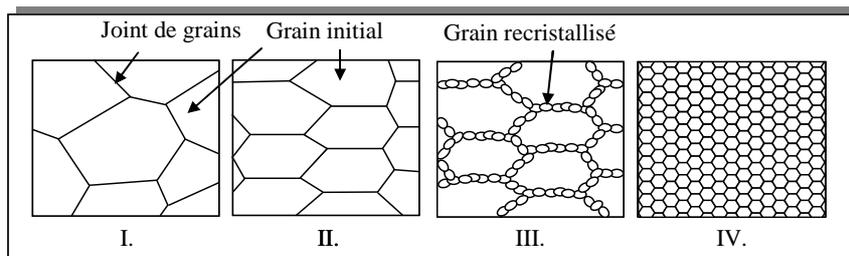
C'est alors la recristallisation dynamique discontinue (RDD) qui définit l'évolution structurale du matériau. La suite du processus dépend du rapport entre la taille de grains initiale  $D_0$  du matériau et la taille moyenne  $D_s$  des grains atteinte au régime stationnaire, celle-ci ne dépendant pour un matériau donné que de la température et de la vitesse de déformation imposée. On distingue donc deux cas :

Si le processus conduit à un **affinement des grains** (plus précisément si  $D_0 > 2D_s$ ), la recristallisation dynamique se produit « en collier » à partir des joints de grains initiaux déformés (Figure 10.a). Les nouveaux grains recristallisés envahissent progressivement les anciens à partir de leur périphérie, ce qui produit une décroissance de la contrainte d'écoulement. Cependant, les grains recristallisés se déforment sous l'action de la sollicitation imposée, de telle sorte que lorsque les grains initiaux ont entièrement disparu, l'état d'écroutissage du matériau est fortement hétérogène. La recristallisation dynamique va donc se poursuivre de manière non synchronisée, certaines zones du matériau se trouvant au stade de germination, et d'autres au stade de croissance-écrouissage des grains. Ceci se traduit par l'apparition d'une contrainte d'écoulement stationnaire après un maximum unique de la courbe  $\sigma_0 - \varepsilon$ .

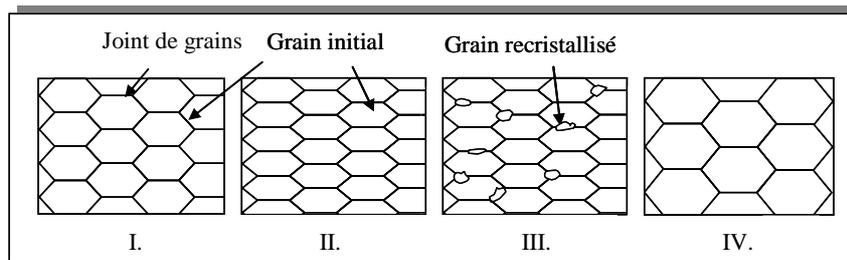
Si le processus conduit à un **grossissement des grains** (plus précisément si  $D_0 < 2D_s$ ), la croissance des premiers grains recristallisés aux joints des grains initiaux déformés est rapidement limitée par leur interaction mutuelle (Fig. 10.b). Ainsi, la première vague de recristallisation, qui se traduit par une première décroissance de la courbe contrainte-déformation, ne permet pas aux grains recristallisés d'atteindre leur taille stationnaire  $D_s$ .

L'ensemble du matériau s'écroute à nouveau de manière relativement homogène, jusqu'au déclenchement d'une deuxième vague de recristallisation accompagnée d'une deuxième décroissance de la courbe  $\sigma_0 - \varepsilon$ , et ainsi de suite. La recristallisation dynamique se produit donc de manière synchronisée, ce qui se traduit par les oscillations successives de la contrainte d'écoulement.

Finalement, le développement progressif d'hétérogénéités d'écroutissage dans le matériau conduit à l'amortissement des oscillations et à l'apparition d'une contrainte stationnaire.



**a.** Affinement des grains : recristallisation dynamique en collier ( $\dot{\varepsilon}$  élevée, T faible)



**b.** Grossissement des grains : recristallisation synchronisée ( $\dot{\epsilon}$  faible, T élevée)

**Fig. 10.** Modifications structurales subies au cours de la déformation à chaud dans le cas de la recristallisation dynamique discontinue [Montheillet, 2009]

Quelle que soit la nature de la phase transitoire, la microstructure est constituée au régime stationnaire d'un agrégat de grains à divers stades de leur existence : après germination, chacun d'entre eux croît au détriment de ses voisins, puis sa taille passe par un maximum ; le grain décroît alors au bénéfice de son voisinage, avant de disparaître. Les propriétés globales du matériau au régime stationnaire (contrainte d'écoulement, taille moyenne des grains...) correspondent à la moyenne des propriétés instantanées d'un grain à tous les stades de son existence.

De manière analogue aux sous-grains produits par la restauration dynamique ou aux cristallites issues de la RDD, la taille moyenne  $D_s$  des grains recristallisés au régime stationnaire augmente. Il en résulte que, partant d'une taille initiale de grains  $D_0$  constante, on observera une courbe à maxima multiples (grossissement des grains) aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, correspondant à une contrainte d'écoulement faible.

En revanche, on observera une courbe à maximum unique (affinement des grains) aux vitesses de déformation élevées et aux basses températures, correspondant à une contrainte d'écoulement élevée (Fig. 9).

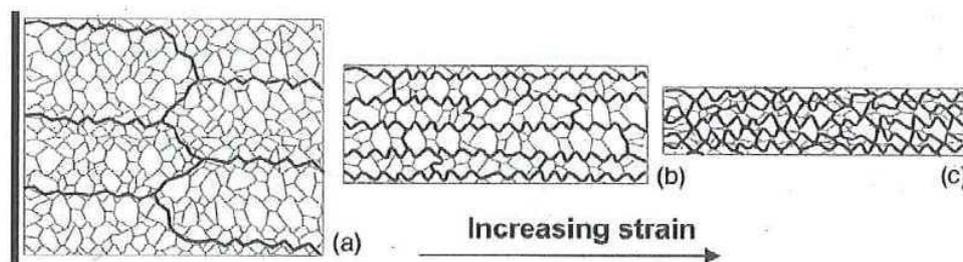
### 2.5.2. Déformations modérées

Dans ce domaine d'érouissage, on observe une augmentation progressive de la densité de dislocations. Simultanément, les dislocations s'organisent en sous-joints subdivisant les grains initiaux en sous-grains (Fig. 10).

Les grains initiaux sont de plus en plus déformés alors que les sous-grains demeurent approximativement équiaxes. Cela implique que les sous-grains se détruisent et se reforment continuellement (polygonisation) ou encore que les sous-joints subissent d'importants mouvements de migration.

À l'échelle microscopique, l'évolution microstructurale apparaît comme un équilibre entre l'érouissage, qui crée des dislocations, et la restauration, qui les réarrange et les annihile. Dans les matériaux à forte énergie de faute d'empilement, la RDC est déjà visible.

Un autre mécanisme générateur de "nouveaux grains" aux grandes déformations fait intervenir le changement de forme des grains initiaux qui s'accompagne de l'augmentation de la surface des joints par unité de volume. On observe que les joints de grains deviennent de plus en plus ondulés au cours de la déformation, ils forment des "serrations". Lorsque l'une au moins de leurs dimensions devient suffisamment faible, les grains peuvent subir des "pincements" locaux conduisant à leur fragmentation (Fig. 11). Ce processus est qualifié de **recristallisation dynamique géométrique** (RDG). Cela exige la présence de joints de grains préexistants dans le matériau avant déformation, alors que la RDC a été observée également dans des échantillons initialement monocristallins.



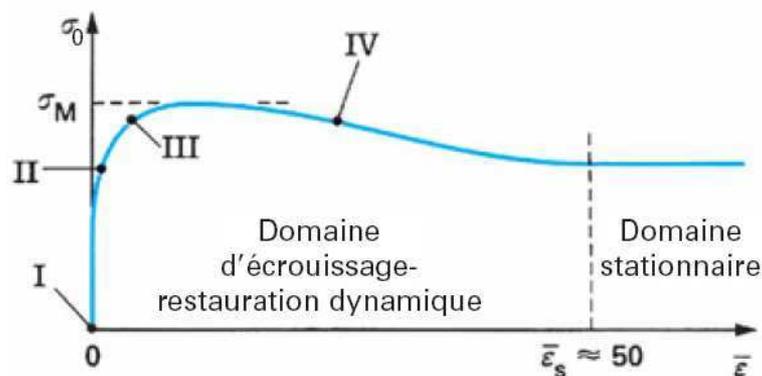
**Fig. 11.** Représentation schématique du mécanisme de recristallisation dynamique géométrique [Humphreys et Hatherly, 2004]

Les deux mécanismes de RDC et RDG opèrent simultanément.

### 2.5.3. Déformations élevées

- **Recristallisation dynamique continue**

La structure se modifie : la désorientation moyenne  $\theta$  entre cristaux adjacents s'accroît. Il existe deux types d'interfaces. Pour  $\theta < 15^\circ$ , c'est toujours un sous-joint, pouvant être décrit comme un arrangement de dislocations. Pour  $\theta > 15^\circ$ , l'interface est de type joint de grain. Il semble que c'est la désorientation progressive des sous-joints formés aux faibles angles qui génère ce phénomène, **c'est la recristallisation dynamique continue** [Rossard, 1960 ; Lombry et al., 1981 ; Perdrix et al., 1981 ; Montheillet, 2004]

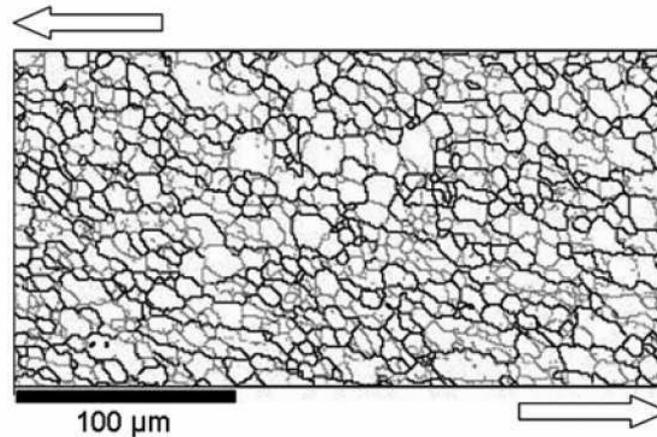


**Fig. 12.** Courbe contrainte-déformation d'alliages à forte énergie de faute d'empilement

La contrainte d'écoulement passe par un maximum en début de déformation et ensuite la courbe suit un long adoucissement jusqu'au régime stationnaire atteint à de fortes déformations (Fig. 12).

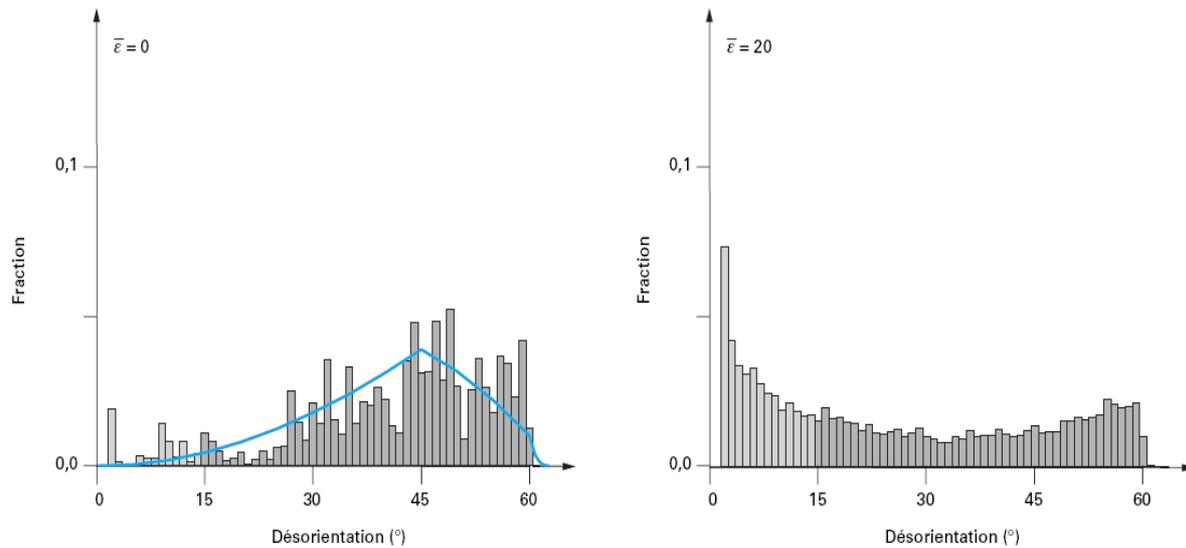
On considère qu'une interface entre deux cristaux est un sous-joint lorsqu'elle correspond à une désorientation minimale  $\theta < 15^\circ$  et un joint pour  $\theta > 15^\circ$ . Contrairement aux sous-joints, les joints de grains ne sont plus décrits en termes de dislocations, mais relèvent de la théorie des réseaux de coïncidence. Pour caractériser une telle microstructure, on introduit le terme de cristallite (Fig. 12, étape IV), qui désigne dans un agrégat polycristallin une entité d'orientation cristalline uniforme et délimitée en partie par des joints de grains, en partie par des sous-joints. En revanche, on convient de réserver les termes de grains et de sous-grains à des éléments d'agrégats exclusivement délimités par des joints et des sous-joints, respectivement.

Aux déformations élevées ( $\epsilon \gg 1$ ), le processus de RDC conduit à une microstructure illustrée par la figure 13, dans laquelle les joints de grains sont représentés par des lignes noires et les sous-joints par des lignes grises.



**Fig. 13.** Microstructure résultant de la recristallisation dynamique continue d'un alliage Al-Mg-Si (AA6060) déformé en torsion à 400 °C et  $0,1 \text{ s}^{-1}$  jusqu'au régime stationnaire ( $\bar{\epsilon} = 20$ ) [Chovet, 2000]

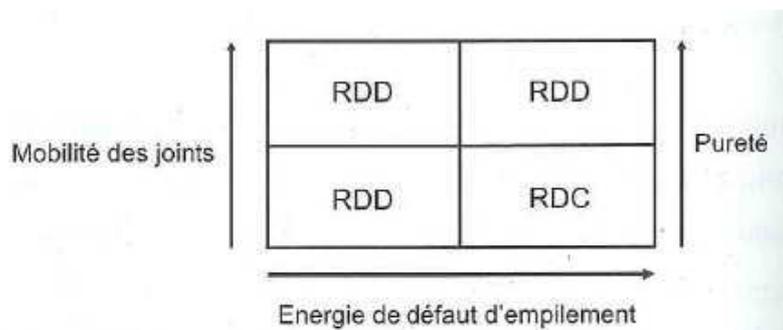
Au cours de la déformation, une partie des sous-joints formés durant la phase d'écroutissage-restauration dynamique se transforment progressivement en joints en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents. Cette création d'interfaces initialement à faible, puis à forte désorientation est illustrée par les histogrammes de la figure 14.



**Fig. 14.** Distribution des désorientations obtenue pour un alliage d’aluminium pour  $\bar{\epsilon} = 0$  et  $\bar{\epsilon} = 20$  [Chovet, 2000]

Avant déformation ( $\bar{\epsilon} = 0$ ), la distribution des désorientations est proche de celle correspondant à un agrégat de cristaux d’orientation et de position aléatoires (représentée par la courbe bleue : distribution de MacKenzie [1958]), avec peu de sous-joints et un maximum de joints de désorientation voisine de  $45^\circ$ . Après déformation ( $\bar{\epsilon} = 20$ ) l’histogramme est complètement différent : la fraction de sous-joints est beaucoup plus grande, tandis que les joints se répartissent de manière à peu près uniforme entre  $15^\circ$  et la désorientation maximale possible. (Pour des cristaux de structure cubique, celle-ci vaut :  $\cos^{-1}[(2\sqrt{2} - 1/4)] \approx 62,8^\circ$ ).

Les mécanismes élémentaires contrôlant la recristallisation dynamique discontinue et la recristallisation dynamique continue sont les mêmes (écrouissage, restauration dynamique et migration des joints) mais les cinétiques sont différentes. Certains auteurs comme Tanaka et al [1999] ont mis en évidence l’existence d’une compétition entre les deux mécanismes de déformation à chaud dans du fer  $\alpha$  et des aciers ferritiques (cubiques centrés). Une représentation schématique figure 15 montre les domaines d’apparition des deux types de recristallisation.

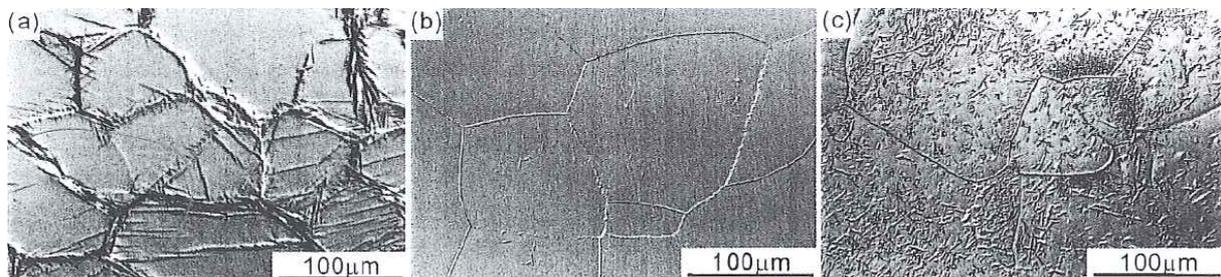


**Fig. 15.** Domaines d’apparition de la recristallisation dynamique discontinue et de la recristallisation dynamique continue [Tanaka et al., 1999]

Les figures ci-dessous montrent des exemples de microstructures obtenues à l'aide d'essais de compression uniaxiale pour différentes températures et vitesses de déformation pour des alliages de titane déformés en  $\beta$ .

#### 2.5.4. Cas des alliages de titane [Champin, 1981]

La figure 16 montre des micrographies optiques des grains initiaux juste avant la compression de l'alliage Ti-10-2-3 à différentes températures (la température de transus  $\beta$  est de 805 °C).



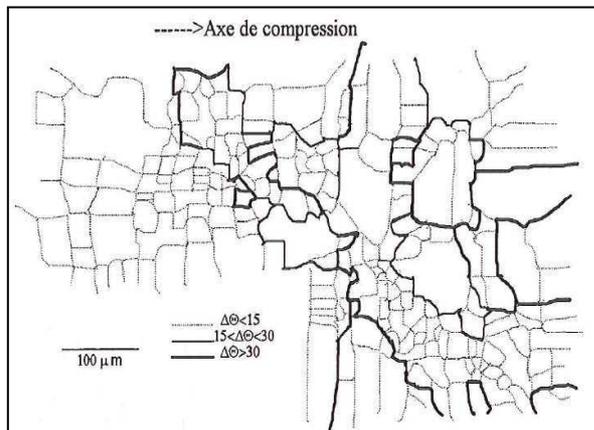
**Fig. 16.** Micrographies optiques des grains initiaux juste avant compression de l'alliage Ti-10-2-3 à différentes températures ; a) après mise en solution à 1123 K pendant 1h, b) après maintien à 1023 K pendant ½ h, c) à 923 K pendant ½ h [Furuhara et al., 2003]

La figure 16.a montre un échantillon trempé en  $\beta$ . Une structure  $\beta$  équiaxe est obtenue avec des grains de taille moyenne de 141  $\mu\text{m}$ . Il est observable que la phase  $\beta$  est partiellement transformée en martensite  $\alpha''$  par trempe à température ambiante.

A  $T = 1023 \text{ K}$  (figure 16.b), une très faible quantité de précipités  $\alpha$  est observée le long des joints de grains  $\beta$ . Aucune martensite n'est observée à l'intérieur des grains après la trempe ce qui montre que la stabilité de la phase  $\beta$  augmente avec la précipitation  $\alpha$ . A 923 K (figure 16.c), en plus de la précipitation  $\alpha$  au niveau des joints de grains, des précipités  $\alpha$  intragranulaires sont formés à l'intérieur des grains  $\beta$ .

Le titane totalement  $\beta$ , à forte énergie de faute d'empilement car présentant une structure cubique centrée, subit une restauration dynamique et une recristallisation dynamique continue associée à une recristallisation dynamique géométrique.

Si on maintient le matériau à chaud après déformation, il y a recristallisation métadynamique rapide. La figure 17 montre la désorientation progressive des parois pour une déformation de  $\varepsilon = 0,25$ . La figure 18 souligne l'aplatissement des grains initiaux après un essai de compression uniaxiale mais aussi les serrations (cf. § 2.5.2) qui se sont formées pendant la déformation, avec une vitesse de déformation modérée.



**Fig. 17.** Carte de désorientation (BêtaCez,  $\varepsilon = 0,25$ ) [Chaussy, 1996]

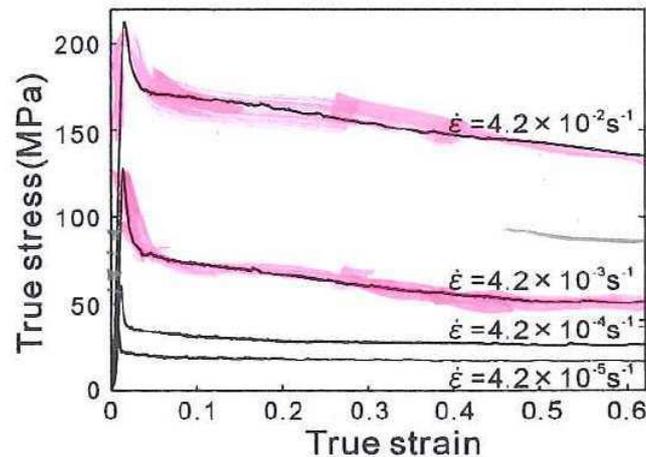


**Fig. 18.** Microstructure obtenue après compression à  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (Ti-10V-2Fe-3Al ;  $T = 840 \text{ °C}$  ;  $\varepsilon = 2$ ) [Girion, 1999]

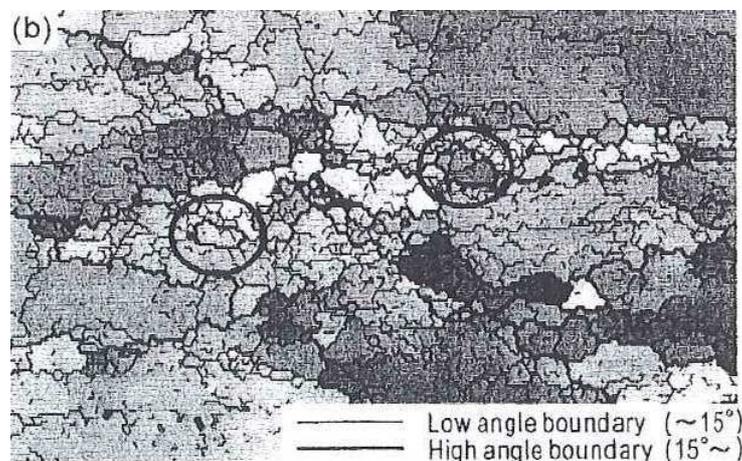
La figure 19 montre les courbes contrainte-déformation de l'alliage Ti-15-3-3-3 déformé en phase  $\beta$  à 1073 K / 800 °C (la température de transus  $\beta$  est donné à 750 °C). Chacune d'entre-elles atteignent un régime quasi-stationnaire après un pic de contrainte étroit typiquement observé pour ces alliages. Pour une vitesse de déformation élevée ou une température d'essai basse, la contrainte d'écoulement est plus grande.

La figure 20 représente la carte de désorientation de ce même alliage et pour le même essai. Elle indique que beaucoup de parois de faible désorientation sont présentes. De plus, de nouveaux grains  $\beta$  équiaxes sont apparus (entourés sur la carte). Les auteurs en déduisent que les nouveaux grains  $\beta$  sont sous-structurés et présentent une haute densité de dislocations et que ceux-ci sont formés par *recristallisation dynamique discontinue* (RDD). La taille des nouveaux grains est estimée à 126  $\mu\text{m}$ . Des résultats analogues ont été obtenus par Jones et al. [2008] sur le même alliage et plus récemment, par Warchomicka et al. [2011] sur un alliage voisin, le Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr.

En menant une autre analyse et connaissant comment réagissent ces types d'alliages, nous pensons que, malgré la faible déformation ( $\bar{\epsilon} = 0,6$ ), les nouveaux grains  $\beta$  ont été formés par recristallisation dynamique géométrique (RDG). De plus, à plus forte déformation, la RDC est le mécanisme de formation des nouvelles cristallites formées en concomitance avec la RDG.

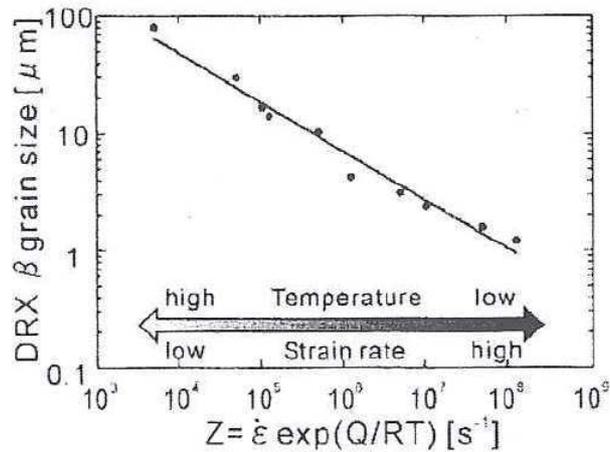


**Fig. 19.** Courbes contrainte-déformation de l'alliage Ti-15-3-3-3 déformé à 1073 K [Furuhara et al., 2003]



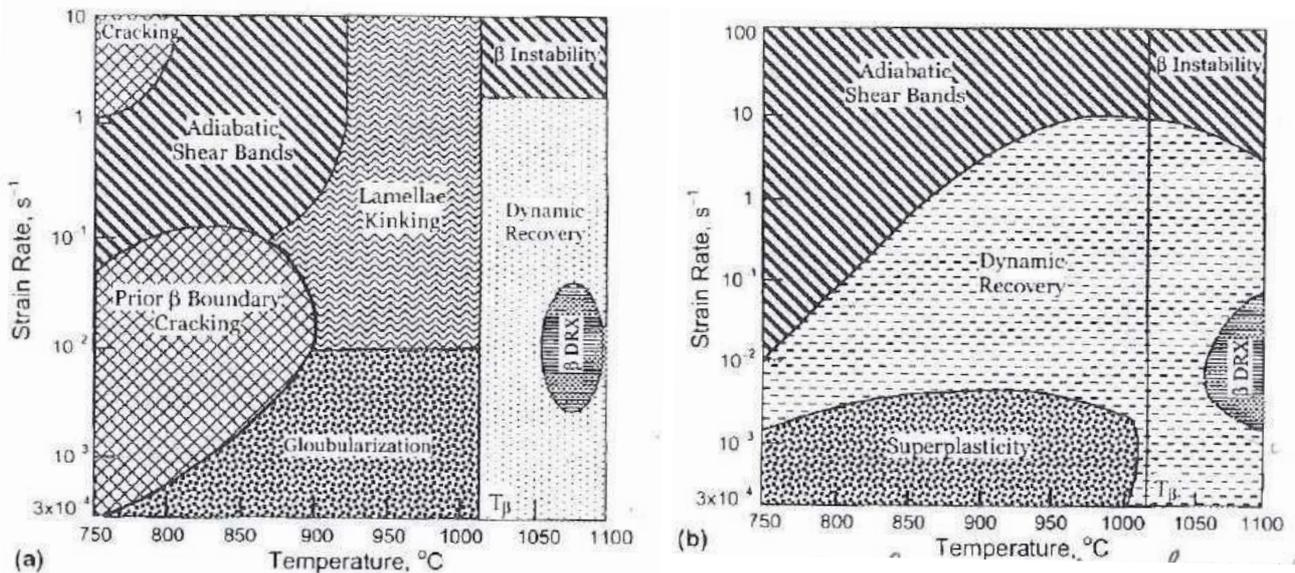
**Fig. 20.** Carte de désorientation de l'alliage Ti-15-3-3-3 déformé à  $T = 1073$  K,  $\epsilon = 0,55$  et  $\dot{\epsilon} = 4,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Furuhara et al., 2003]

La figure 21 illustre une relation linéaire entre la taille des grains  $\beta$  recristallisés et le paramètre Z (Zener-Hollomon). Une relation étroite existe même pour les premiers stades de la RDG.



**Fig. 21.** Courbe représentant la corrélation entre le paramètre Z (Zener-Hollomon) et la taille des grains  $\beta$  recristallisés dynamiquement pour l’alliage Ti-15-3-3-3 déformé à  $\epsilon = 0,55$  [Furuhara et al., 2003]

La figure 22 montre un schéma interprétant l’évolution microstructurale de l’alliage de pureté commerciale Ti-6Al-4V prédéformé en  $\beta$  (fig. 21.a) et prédéformé en  $\alpha+\beta$  (fig 21.b).



**Fig. 22.** Schéma interprétant l’évolution microstructurale de l’alliage de pureté commerciale Ti-6Al-4V : a) prédéformé  $\beta$  et b) prédéformé  $\alpha+\beta$  [Prasad et al., 2001]

Ces cartes sont de prime abord intéressantes car elles synthétisent les différentes transformations microstructurales qui se produisent dans cet alliage en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

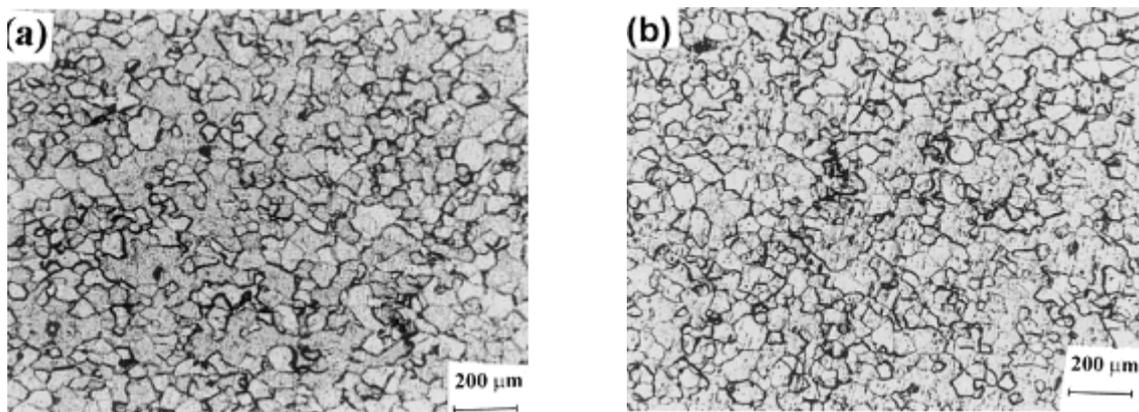
En approfondissant, les auteurs affirment que le mécanisme de RDD se produit en phase  $\beta$  et de façon non progressive.

Comme dans le paragraphe précédent, nous suggérons que c'est plutôt le mécanisme de RDG qui se produit dans ce type de matériau et de façon beaucoup plus progressive que ne le montre le schéma, c'est-à-dire avec une ligne qui ne se referme pas sur elle même.

Le prédéformé  $\beta$  (fig. 22.a) possède un stade de globularisation dans le domaine  $\alpha+\beta$  pour une déformation à une température inférieure à 1000 °C et une vitesse de déformation inférieure à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Pour des vitesses plus importantes, les lamelles subissent des pliages (kinking). La restauration dynamique de la phase  $\beta$  correspond plutôt à une coexistence de la RDG et la RDC selon le niveau de déformation.

Le prédéformé  $\alpha+\beta$  (fig. 22.b) possède un domaine de superplasticité car les grains initiaux sont plus fins. La même remarque qu'au paragraphe précédent peut être faite concernant la zone de restauration dynamique.

La figure 23 montre deux microstructures de l'alliage Ti-10V-4.5Fe-1.5Al déformé à 850 °C et à deux vitesses de déformation (transus à 750 °C). La figure 23.a correspond à la vitesse de déformation de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  et la figure 23.b correspond à la vitesse de déformation de  $1 \text{ s}^{-1}$ . On peut observer l'influence de la vitesse de déformation. En effet, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la taille de cristallites est faible.



**Fig. 23.** Microstructures de l'alliage Ti-10V-4.5Fe-1.5Al déformé à 850 °C (a) à  $0,1 \text{ s}^{-1}$  et (b) à  $1 \text{ s}^{-1}$  [Balasubrahmanyam et Prasad, 2001]

## Conclusion

Très souvent dans les études concernant les alliages de titane, les mécanismes de RDD sont évoqués pour expliquer l'évolution des microstructures pendant la déformation. Ces explications sont données sur la base d'anciennes notions, binaires, où doivent se produire soit de la restauration dynamique, soit de la recristallisation dynamique discontinue.

Dès que les joints de grains migrent, on peut considérer qu'il y a recristallisation. Il faut noter cependant que les études portent très souvent sur des quantités de déformation très faibles où la recristallisation dynamique continue est simplement naissante et où la recristallisation dynamique géométrique est prise pour de la recristallisation dynamique discontinue.

### 2.5.5. Les mécanismes statiques

L'écroissage introduit dans le métal des défauts cristallins et lui permet d'emmagasiner de l'énergie de déformation. Un maintien en température ou un recuit permet sa dissipation grâce à des mécanismes d'adoucissement statiques :

- la restauration statique,
- les recristallisations statique et métadynamique.

Concurrents, ces mécanismes peuvent tous intervenir.

- **La restauration statique**

Il s'agit d'un réarrangement des dislocations accompagné de l'annihilation de certaines d'entre elles. Ses modalités d'existence et de déroulement sont les mêmes que pour la restauration dynamique.

- **Les recristallisations statique et métadynamique**

Il y a création de nouveaux grains et migration de leurs joints. On distingue deux mécanismes de germination :

- germination par migration des sous-joints : les plus désorientés sont plus mobiles et donc le sous-grain qu'ils entourent est un germe potentiel ;
- germination par coalescence de sous-grains

La recristallisation statique nécessite un temps d'incubation du fait de la germination.

C'est la différence avec la recristallisation métadynamique qui elle, se produit par croissance de germes existants sans temps d'incubation. L'énergie nécessaire est supérieure à celle entraînant la restauration, donc nécessite des températures plus élevées.

## 2.6. Relations entre contrainte d'écoulement et paramètres microstructuraux

Les principaux paramètres qui caractérisent la microstructure d'un matériau déformé à chaud peuvent se classer en deux catégories :

- Les paramètres concernant l'intérieur des sous-grains

Certains auteurs font la distinction entre les dislocations véritablement mobiles et les autres, immobilisées par d'autres dislocations ou par des particules. Par la suite, toutes ces dislocations seront regroupées dans un même paramètre :

- la densité de dislocations  $\rho_i$  à l'intérieur des sous-grains.

➤ Les paramètres concernant les parois des sous-grains

- la taille des sous-grains  $D$ ,
- la désorientation des sous-joints  $\theta$ ,
- la densité de dislocations qui constituent les sous-joints  $\rho_{sj}$ ,
- l'espacement des dislocations dans les sous-joints  $d$ .

Ces paramètres sont reliés entre eux par les relations suivantes :

$$\theta \approx \frac{b}{d} \quad (1)$$

Avec  $b$  : longueur du vecteur de Burgers

$$\rho_{sj} \approx c \frac{\theta}{bD} \quad (2)$$

Ou en utilisant la relation 1 :

$$\rho_{sj} \approx \frac{c}{dD} \quad (3)$$

Ces deux dernières relations ne sont valables que si le sous-joint est parfaitement "propre" et ne contient pas de dislocations redondantes (dislocations de signes opposés qui ne sont pas annihilées). Le coefficient  $c$  est une constante géométrique qui, selon les auteurs varie entre 1 et 4. En assimilant les sous-joints à des cubes et en supposant que chaque sous-joint est constitué d'une seule famille de dislocations, on obtient  $c = 3$  [Orlova et Cadek, 1973]. Sur la base de nombreuses constatations expérimentales [Urcola et Sellars, 1987], la contrainte d'écoulement et la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains peuvent être reliées par la relation :

$$\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{\rho_i} \quad (4)$$

avec

$\sigma_0$  : composante de la contrainte qui regroupe la friction du réseau, les effets des solutés, des joints de grains, etc.,

$M$  : facteur de Taylor,

$\alpha$  : constante d'interaction ( $\alpha \approx 0,5-1$  dans les métaux cubiques),

$G$  : module de cisaillement.

Les densités  $\rho_i$  et  $\rho_{sj}$  étant proportionnelles [Urcola et Sellars, 1987], ce type d'équation s'applique aussi bien à la densité de dislocations dans les sous-joints qu'à la densité totale.

Des considérations théoriques et expérimentales permettent également de relier la contrainte d'écoulement à la taille des sous-grains :

$$\sigma = \sigma_0 + M\beta GbD^{-q} \quad (5)$$

$$0,5 \leq q \leq 1.$$

Cette équation est plus générale que (4) et est intermédiaire entre la relation associée aux sous-grains ( $q = 1$ ) et la loi de Hall-Petch ( $q = 0,5$ ).

## 2.7. Texture

Un **critère de plasticité**, ou **critère d'écoulement plastique**, est un critère permettant de savoir, sous des sollicitations données, si une pièce se déforme plastiquement ou si elle reste dans le domaine élastique. Pour cela, on peut utiliser par exemple, dans le cas isotrope, le critère de von Mises ou le critère de Tresca.

A cette échelle, nous restons dans la vision globale du matériau, considéré comme isotrope avec une contrainte d'écoulement basée sur le critère de von Mises. Ce domaine fait partie de la **métallurgie mécanique**, qui regroupe l'ensemble des **essais mécaniques** de laboratoire permettant d'étudier le comportement macroscopique des matériaux, en particulier d'établir des lois de comportement empiriques.

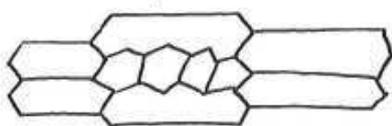
Les matériaux cristallins sont par nature hétérogènes. On peut descendre à l'échelle des grains du métal. Elle correspond à l'étude de la déformation des (mono)cristaux. On considère des polycristaux constitués d'agglomérats de grains monocristallins dans lesquels des défauts linéaires, les dislocations, propagent des cisaillements sur des plans cristallographiques. On étudie le comportement local de chaque grain suivant les lois de plasticité cristalline.

### 2.7.1. Définitions

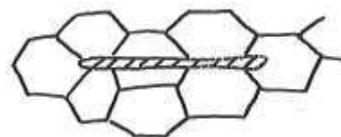
- *Texture morphologique*

La texture morphologique d'un agrégat polycristallin se définit par la forme de ses constituants, grains ou domaines de phase (Fig. 24 et Fig. 25).

Il n'est pris en compte que la taille, la forme et l'arrangement des cristaux dans l'agrégat, mais sans préciser leur orientation : c'est le point de vue de la métallographie quantitative ou, plus généralement, de la **stéréologie**.



**Fig. 24.** Métal partiellement recristallisé



**Fig. 25.** MnS dans l'acier

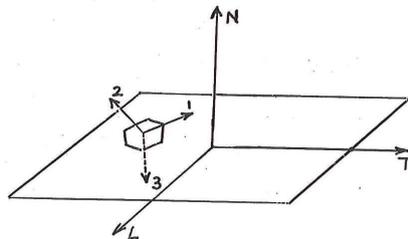
### *Texture topologique*

La texture topologique d'un agrégat cristallin se définit par la distribution de ses constituants, non isotrope à l'échelle du volume élémentaire représentatif.

- *Texture cristallographique*

La texture cristallographique représente la distribution non aléatoire des orientations cristallographiques des grains à l'échelle du volume élémentaire représentatif. Il est pris en compte uniquement l'orientation cristalline, négligeant tout renseignement sur la position (taille, forme et arrangement des cristallites individuels dans l'agrégat) : ce cas correspond à la définition conventionnelle de la **texture cristallographique**.

Dans les métaux, l'anisotropie des propriétés est due à la texture morphologique pour 10 à 20 % des cas et à la texture cristallographique pour 80 à 90 % des cas.



### 2.7.2. Origine des textures

La texture et les autres paramètres structuraux des agrégats polycristallins sont formés par toutes sortes de procédés de transformation solide, qui se sont déroulés au cours de l'histoire du matériau. Ces procédés sont plus particulièrement :

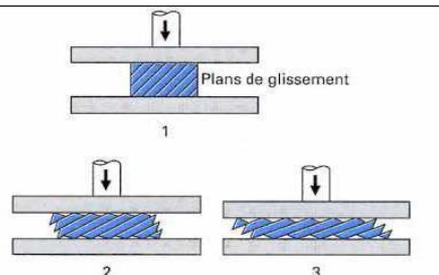
- *Les différents cas*

➤ **La cristallisation à partir d'un état non cristallin :**

vapeur, liquide, verre ;

➤ **La déformation plastique :**

Glissement de dislocations, maclage mécanique ;



**Fig. 26** : Changement continu d'orientation dû au glissement cristallographique  
(dans un seul système de glissement)

➤ **La recristallisation statique** : primaire, secondaire, grossissement de grain ;

La recristallisation primaire (Fig. 27 A. B. et C) est caractérisée par la formation de germes qui peuvent avoir différentes distributions par rapport à la position  $x$ , l'orientation  $g$  et le temps  $t$  de leur naissance. Le germe se développe dans la matrice déformée avec un taux de croissance qui dépend de la force motrice locale (sous-structure locale des dislocations) et de la mobilité locale des joints de grains mobiles.

La **mobilité** peut dépendre du caractère des joints de grains : désorientation et direction normale.

La **force motrice** peut décroître avec le temps, comme conséquence de la restauration. En fin de compte, les grains recristallisés vont se rencontrer au cours de leur croissance et cesseront donc de croître.

➤ **La transformation de phase** :

par diffusion, par transformation martensitique (Fig 27. D) ;

➤ **La rotation rigide des particules** :

due à des forces mécaniques, électriques ou magnétiques (Fig 27. D).

Chacun de ces procédés peut avoir différentes symétries telles l'isotropie, la symétrie axiale, orthorhombique, monoclinique ou triclinique.

Un autre facteur influençant la formation de textures est la structure cristalline. Tous les procédés se produisant dans les cristaux doivent respecter la symétrie cristalline (Fig. 27 D).

**A** : Un grain recristallisé d'orientation  $g^{\text{recrist}}$  croît à partir d'un germe au sein de grains de différentes orientations  $g_i$  dans la matrice déformée

**B** : La vitesse de croissance locale dépend de la désorientation  $\Delta g$  entre  $g^{\text{recrist}}$  et  $g^{\text{deform}}$ . Le chemin au sein de l'orientation  $g^{\text{deform}}$  est proportionnel à la fraction de volume  $f(g^{\text{deform}})$

**C** : La vitesse de croissance moyenne (compromis) d'un grain croissant dans deux composantes de texture de déformation  $g_1^{\text{deform}}$  et  $g_2^{\text{deform}}$

**D** : Classification des types de textures selon 3 paramètres principaux :

- Le mécanisme physique de formation de la texture ;
- La structure cristalline (symétrie cristalline) ;
- La symétrie du procédé (symétrie d'échantillon)

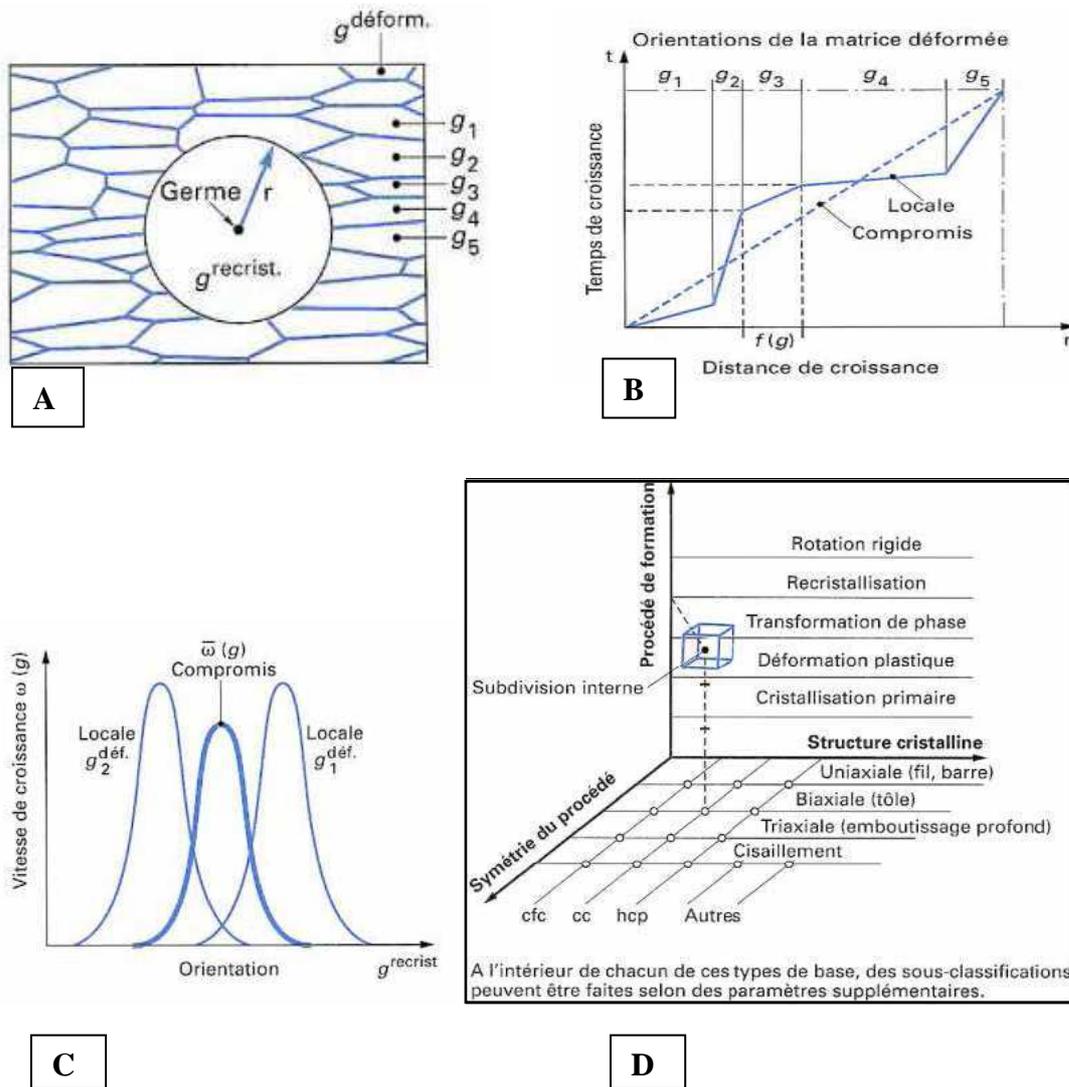
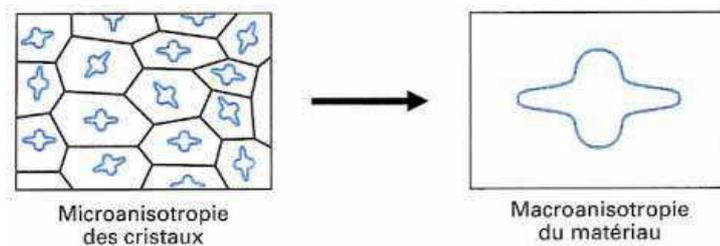


Fig. 27. : Principe de formation des textures

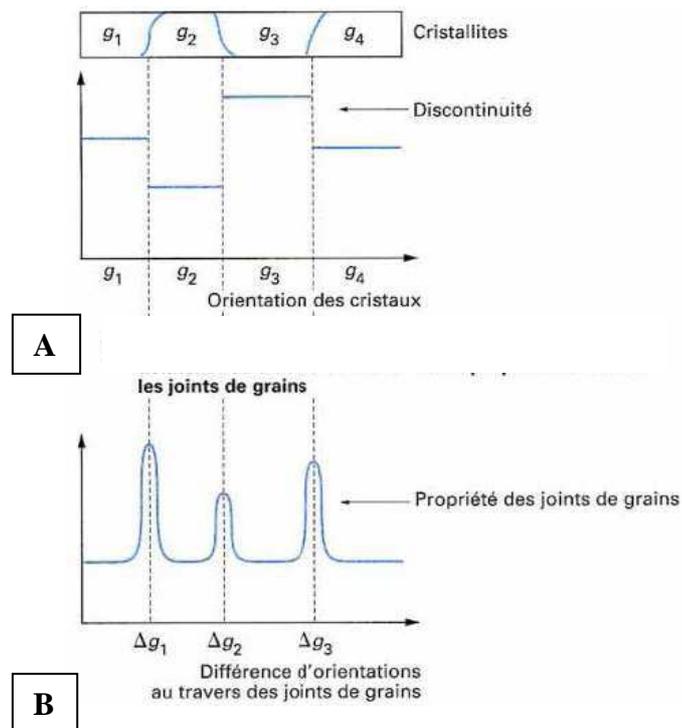
### 2.7.3. Anisotropie cristalline

L'orientation cristalline influence les propriétés des matériaux *via* l'**anisotropie cristalline** (Fig. 28) : dépendance des propriétés par rapport à la direction cristallographique. En particulier, trois influences différentes peuvent être distinguées comme le montre schématiquement la figure suivante :

- anisotropie macroscopique ;
- discontinuité des propriétés à travers les joints de grains ;
- propriétés particulières des joints de grains.



*La répartition non aléatoire des orientations cristallines peut conduire à une anisotropie macroscopique du matériau*



**Fig. 28.** Trois aspects de l'anisotropie cristalline

**A :** Les anisotropies des cristallites, orientées différemment, donnent lieu à des discontinuités de propriétés à travers les joints de grains.

**B :** Les joints de grains peuvent avoir des propriétés déviant de celles du matériau massif à l'intérieur des cristallites.

#### 2.7.4. Représentations des textures

- Méthode d'orientations individuelles : La FDO [Bunge, 1981]

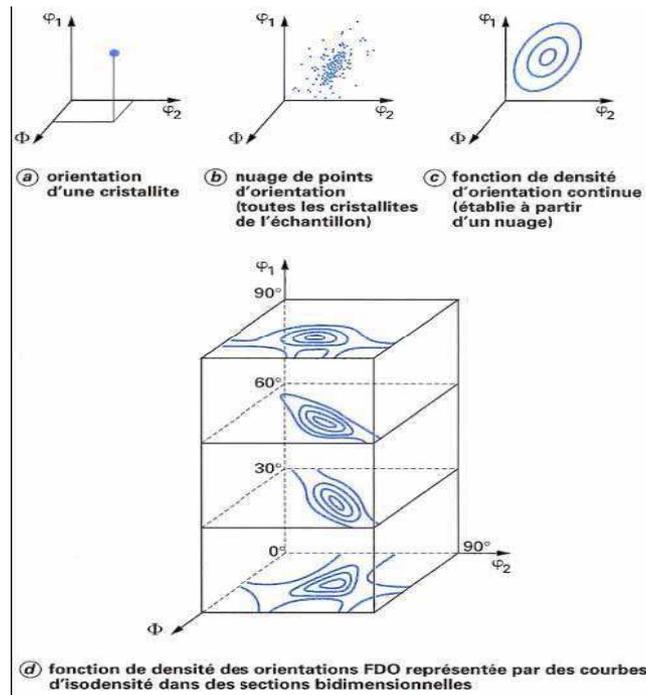
La Fonction de Densité des Orientations (**FDO**) (Fig. 30) des cristallites est définie par la fraction volumique  $dV/V$  du matériau ayant une orientation  $g$  à  $dg$  près :

$$\frac{dV/V}{dg} = f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$$

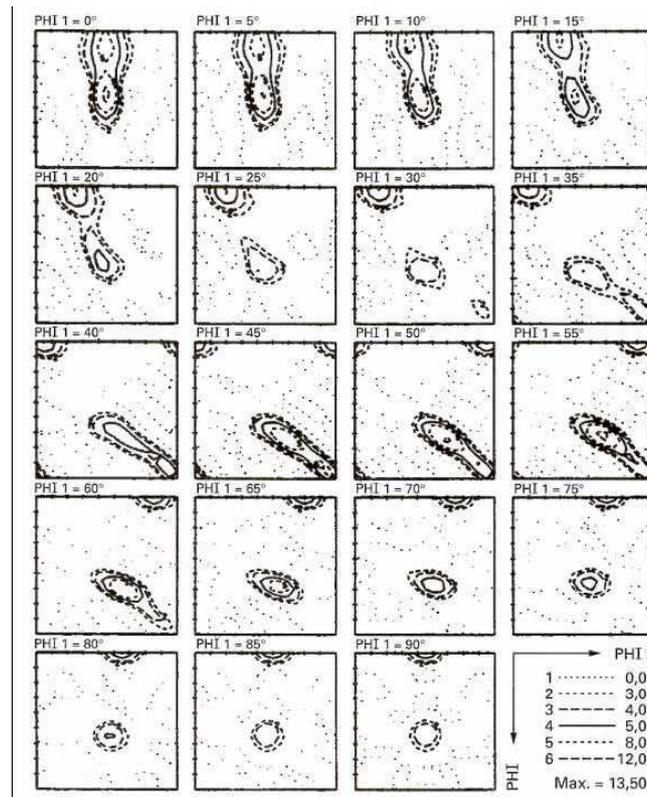
Cette orientation  $g$  (Fig. 29) peut être exprimée en termes d'angles d'Euler. L'élément différentiel d'orientation  $dg$  a la forme :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \cdot \sin\phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2$$

La fonction de texture  $f(g)$  est souvent représentée en traçant les valeurs des angles d'Euler comme coordonnées cartésiennes (Fig. 29). Chaque orientation est alors représentée par un point dans cet espace d'orientation et la fonction  $f(g)$  est représentée par des surfaces d'isodensité (en unité *mrd*, multiple of random distribution). Pour une bonne représentation de la fonction tridimensionnelle en deux dimensions, on utilise des coupes à travers cet espace d'orientation. Des coupes particulières telles que  $\varphi_1 = \text{cst}$  ou  $\varphi_2 = \text{cst}$  sont le plus souvent utilisées.



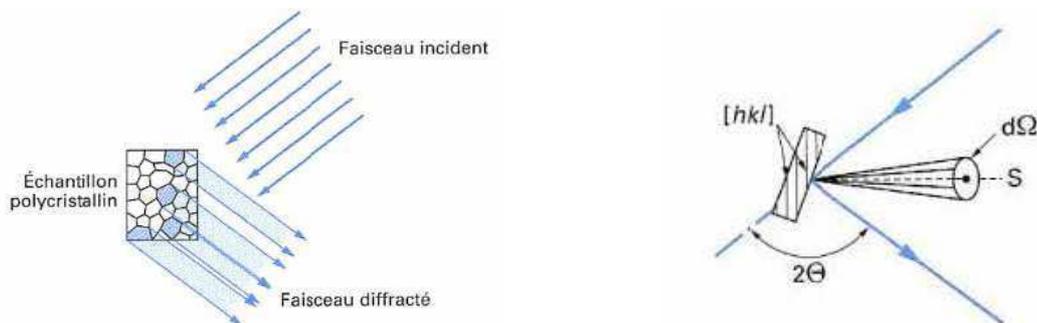
**Fig. 29.** Représentation des orientations g et des fonctions de densité d'orientations



**Fig. 30.** Fonction de densité des orientations FDO pour la texture du fer ARMCO laminé à froid à 90 %, tracée dans des sections à  $\phi_1 = \text{cst}$  (Les valeurs de la densité des orientations sont normalisées en multiples de la densité aléatoire)

➤ Méthode intégrale : Les figures de pôles

Dans les méthodes intégrales, certains effets intégrés sur un grand nombre de cristallites sont mesurés. Ceci est le cas pour les **méthodes de diffraction polycristalline** (Fig. 31).

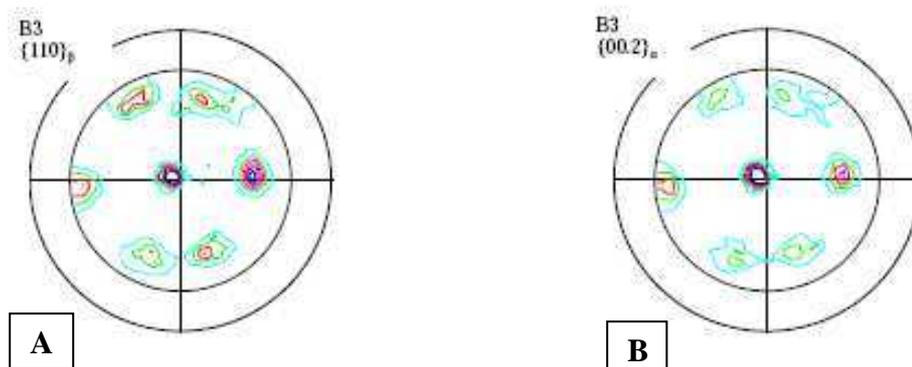


**Fig. 31.** Principes de diffraction polycristalline

Un faisceau incident large est réfléchi dans de nombreuses cristallites, chacune contribuant à l'intensité totale diffractée. La direction normale au plan de réseau  $(hkl)$  est parallèle au vecteur de diffraction  $S$  à un petit élément d'angle solide  $d\Omega$  près.

Afin de mesurer les figures de pôles, la condition de Bragg doit être remplie pour plusieurs  $(hkl)$  différents et la direction d'échantillon doit être balayée (Fig. 32 et Fig. 33).

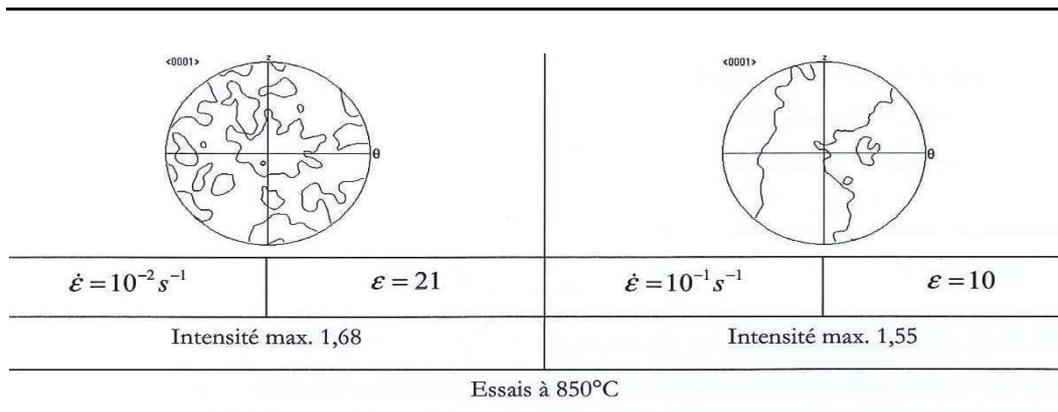
### 2.7.5. Exemples



A : Phase  $\beta$ , présence d'une texture de type  $\{110\}$ .

B : Phase  $\alpha$ , présence d'une texture  $\{00.2\}_\alpha$  représentée par les pôles de la famille  $\{00.2\}_\alpha$

**Fig. 32.** Compression – Ti-17 [Delfosse, 2005]

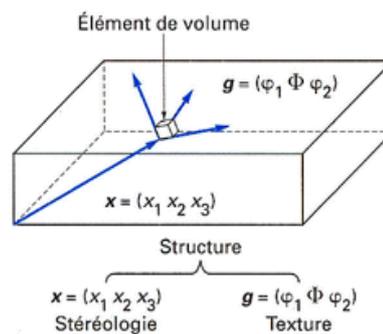


**Fig. 33.** Figures de pôles mesurées par EBSD dans le domaine  $\alpha + \beta$  - Torsion - Ta6V [A. Colin, 2007]

La texture est très faible.

### 2.7.6. Modélisation

- Texture induite par le glissement



Cette fonction précise l'orientation cristalline  $g$  pour chaque localisation  $x$   
 Cela comprend en particulier :  
 - stéréologie (seulement les coordonnées de position) ;  
 - texture (seulement les coordonnées d'orientation).

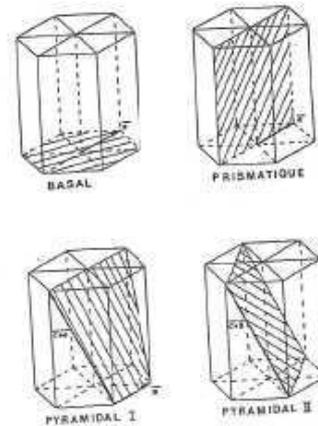
**Fig. 34.** Fonction d'agrégat  $g(x)$

La littérature montre que les cristaux se déforment plastiquement le long de certains plans privilégiés.

**Tab. 4.** Systèmes de glissement pour quelques métaux

Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement	Exemples de métaux
cfc	{111}	<110>	Al, Fe $\gamma$ , Cu, Ni, Au, Ag
cc	{110}, {112}, {123}	<111>	Fe $\alpha$ , Nb, Mo
hc	{0001}, {10 1 0 }	<1120 >	Mg, Ti, Zn, Zr $\alpha$ , Be

Dans un monocristal, plusieurs systèmes de glissement sont souvent activables (en fonction de la température notamment), et il faut donc considérer les contributions possibles des différents systèmes à la déformation (Fig. 35).



**Fig. 35.** Structure de l'Hexagonale compacte – plans de glissement

La plasticité donne des informations sur la rotation des cristaux. Deux types de matériaux se distinguent : les matériaux à forte énergie de faute d'empilement (tels l'aluminium, le fer  $\alpha$ , le titane  $\beta$ ) et les matériaux à faibles énergies d'empilement (tels le cuivre, le fer  $\gamma$ , le nickel).

Dans les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, la formation de germes aura tendance à annuler la texturation.

Au contraire, lorsque l'énergie de faute d'empilement est élevée, la restauration est le mécanisme prépondérant. Il n'y a pas de germination aléatoire et donc pas d'entrave à la texturation.

Le Ti-17 en phase  $\beta$  aura donc tendance à se texturer avec une atténuation du phénomène due au balayage des joints de grains, qui auront plutôt tendance à effacer cette texturation.

- Prise en compte de la recristallisation dynamique continue [Sze Mei LIM, 2008]

Les résultats obtenus par [Lim, 2008] semblent confirmer que la migration des joints de grains joue un rôle significatif dans l'évolution de la texture pendant la torsion à chaud des métaux c.c, et en particulier dans la formation de l'orientation D2 au régime stationnaire de la contrainte pendant des essais en cisaillement négatif.

Ses résultats mettent aussi en évidence l'importance des orientations D1, D2 et E1, E2 au cours de la déformation.

## 2.8. Lois de comportement

### 2.8.1. Loi d'évolution de la densité de dislocations

Il existe de nombreux modèles (cf. § 2.8.2) basés sur une loi d'évolution de la densité de dislocations de la forme :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} - \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} \quad (6)$$

En général, on admet que le terme d'écrouissage est proportionnel à  $\frac{1}{b\lambda}$ ,  $\lambda$  étant le libre parcours moyen des dislocations. Deux cas de figure se présentent :

- $\lambda$  ne dépend pas de  $\rho$ , c'est une constante fixée par la taille des grains, des sous-grains  $D$  ou la distance entre particules. Alors :

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} = h(\dot{\varepsilon}, T) \quad (7)$$

Selon les cas,  $h$  peut dépendre de  $\dot{\varepsilon}$  et  $T$  (par l'intermédiaire de  $D$ ) ou ne pas en dépendre.

- $\lambda$  dépend de  $\rho$ , ce sont les dislocations elles-mêmes qui sont le principal obstacle à leur propre mouvement. En considérant par exemple que ces dislocations sont disposées selon un réseau cubique (réseau de Frank), on obtient  $\lambda = \sqrt{3/\rho}$ . D'où :

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} = h\sqrt{\rho} \quad (8)$$

Dans ce cas,  $h$  est une constante géométrique qui ne dépend pas de  $\dot{\varepsilon}$  et  $T$ .

Le terme de restauration est souvent choisi proportionnel à  $\rho l/b$ , où  $l$  représente la longueur de dislocations annihilée à chaque rencontre. Là encore, deux cas de figure se présentent :

- $l$  ne dépend pas de  $\rho$ , cette longueur est par exemple fixée par la taille des sous-grains.

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} = r(\dot{\varepsilon}, T)\rho \quad (9)$$

- $l$  dépend de  $\rho$ , c'est par exemple le paramètre de maille du réseau de Frank ( $l \approx \sqrt{3/\rho}$ ).

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} = r\sqrt{\rho} \quad (10)$$

### 2.8.2. Modèles microscopiques de comportement à chaud

La plupart des modèles exposés ci-dessous sont basés sur la combinaison d'une équation d'évolution de la densité de dislocations avec la relation  $\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{\rho_i}$  (éq. 4), ce qui permet, entre autres, d'évaluer l'évolution de la contrainte avec la déformation.

- **Le modèle de Kocks et Mecking** [Mecking et Kocks, 1981 ; Estrin et Mecking, 1984]

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (11)$$

Le paramètre  $h$  est une constante athermique alors que  $r$  dépend fortement de l'activation thermique. Ce modèle semble plutôt adapté aux déformations à basses températures ( $0,1 \leq T/T_f \leq 0,5$ ). Il permet en outre de retrouver la loi de Voce :

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_0) \exp\left(-\frac{r}{2}\varepsilon\right) \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha Gb \frac{h}{r} \quad (12)$$

- **Le modèle de Laasraoui et Jonas**

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho \quad (13)$$

qui donne après intégration :

$$\sigma = [\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_0^2) \exp(-r\varepsilon)]^{1/2} \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha Gb \sqrt{\frac{h}{r}} \quad (14)$$

Ce modèle suppose que les sous-grains et les précipités jouent un rôle prépondérant par rapport à la densité de dislocations. Cela implique que la microstructure doit être bien établie, ce qui est plutôt une caractéristique de la déformation à chaud.

Ces équations ont été testées par Laasraoui et Jonas dans le cas des aciers bas carbone déformés à chaud [Laasraoui et Jonas, 1991].

➤ **Le modèle empirique de Rakotonoelina [1999] sur l'alliage Ti-17**

Écrouissage (terme positif) analogue à Kocks-Mecking

$$\frac{d\rho}{dt} = \rho_0 B_1 \left[ \sqrt{\frac{\rho}{\rho_0}} \dot{\epsilon} - B_2 \left( \frac{\rho}{\rho_0} - 1 \right)^\beta \exp\left(-\frac{Q_r}{RT}\right) \right] \quad (15)$$

Restauration dynamique (terme négatif)

La relation (15) caractérise la variation de la densité de dislocations en fonction du temps. Elle est composée d'un terme de restauration (négatif) et d'un terme d'écrouissage (positif). Elle permet de calculer à tout instant en fonction de l'évolution de la température et de la vitesse de déformation la densité de dislocations  $\rho$ . Cette loi met en œuvre 5 paramètres  $\rho_0$ ,  $Q_r$ ,  $\beta$ ,  $B_1$  et  $B_2$ .

**$\rho_0$**  : Densité de dislocations minimale présente dans un matériau métallique polycristallin. Cette constante est fixée à  $10^6 \text{ cm}^{-2}$  (10 km de dislocations dans un centimètre cube de matière).

**$Q_r$**  : Energie d'activation du phénomène de restauration dynamique. Il est ajusté par rapport aux données expérimentales sur des petits échantillons de manière à obtenir la linéarité de la variation de la contrainte d'écoulement avec la racine carrée de la densité de dislocations  $\sqrt{\rho} = f(\sigma)$ ,  $\sigma$  correspond à la contrainte expérimentale et  $\rho$  est la densité de dislocations obtenue par le modèle. Rakotonoelina [1999] obtient un  $Q_r$  de 272 kJ/mol.

**$\beta$**  : Sensibilité au phénomène de restauration dynamique. Ce paramètre est ajusté pour obtenir la linéarité de la contrainte d'écoulement avec la racine carrée de la densité de dislocations  $\sqrt{\rho} = f(\sigma)$ .

**$B_1$**  : Fixe la cinétique du phénomène d'écrouissage. Il est déterminé à l'aide des courbes expérimentales contrainte-déformation.

**$B_2$**  : Donne la valeur d'écrouissage en régime stationnaire. Pour déterminer cette valeur, il a été choisi arbitrairement une densité de dislocations de  $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$  soit  $5 \mu\text{m}/\mu\text{m}^3$  pour l'alliage Ti-17, pour une température de 1193 K et une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  soit une valeur très faible par rapport aux autres matériaux [Rakotonoelina, 1999].

➤ **Modèle de recristallisation de Satger [1995]**

L'équation (16) est basée sur une loi d'Avrami et inspirée d'un modèle sur l'Inconel 718 [Marty, 1997]. Cette modélisation fait suite à l'étude de Satger [1995] qui utilise un modèle établi sur la croissance des grains, reposant sur une loi d'Arrhénius. Cette équation de recristallisation métadynamique est définie par la fraction recristallisée en fonction du temps  $t$ . Elle est basée sur le modèle de recristallisation statique de JMAK (Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov) :

$$X = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (16)$$

Cette équation donne la fraction volumique  $X$  de phase recristallisée en fonction du temps  $t$ . Dans ce cas, c'est la formation de nouveaux grains  $\beta$ . Dans l'équation d'Avrami, la constante  $K$  est une constante globale de vitesse de transformation dans laquelle figurent les différents paramètres intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance.  $K$  dépend fortement de la température (Dans le cas général,  $K$  dépend de la vitesse de germination, de l'énergie de formation du grain et de la température).  $n$  est l'exposant de sensibilité au temps. Cette équation d'Avrami dérivée devient alors :

$$\frac{dX}{dt} = nKt^{n-1}(1-X) \quad (17)$$

$K$  est proportionnel à  $\rho$  et  $\varepsilon^a$ , et dépend de la température et de l'énergie permettant la recristallisation. Cette constante  $K$  est définie par la relation :

$$K = K_2 \rho_f \varepsilon^a \exp\left(-\frac{Q_x}{RT}\right) \quad (18)$$

La relation (17) devient :

$$\frac{dX}{dt} = K_3 \rho_f \varepsilon^a (1-X)t^n \exp\left(-\frac{Q_x}{RT}\right) \quad (19)$$

$\rho_f$  : densité de dislocations en fin de déformation

$a$  : coefficient de sensibilité à la déformation

$\varepsilon$  : déformation finale totale

$K_3$  : constante

Par ailleurs, les différents paramètres de forgeage (température de chauffe, temps de chauffe, vitesse de forgeage...) sont à intégrer dans le logiciel Forge 2 pour obtenir la modélisation.

Les données de sortie de Forge 2, extraites après calcul, sont la déformation, la vitesse de déformation, la contrainte et la température en tout point de la pièce.

Les modèles de Rakotonoelina et Satger sont des modèles empiriques de la recristallisation métadynamique, basés sur une loi d'Avrami. Le modèle présenté ci-après, dit de Gourdet-Montheillet, est un modèle plus physique, basé sur l'évolution de la répartition de la densité de dislocations dans les joints et les sous-joints au cours de la déformation. Il s'intéresse, quant à lui, à la recristallisation dynamique continue.

➤ **Modèle de recristallisation dynamique continue** [Gourdet et Montheillet, 2003]

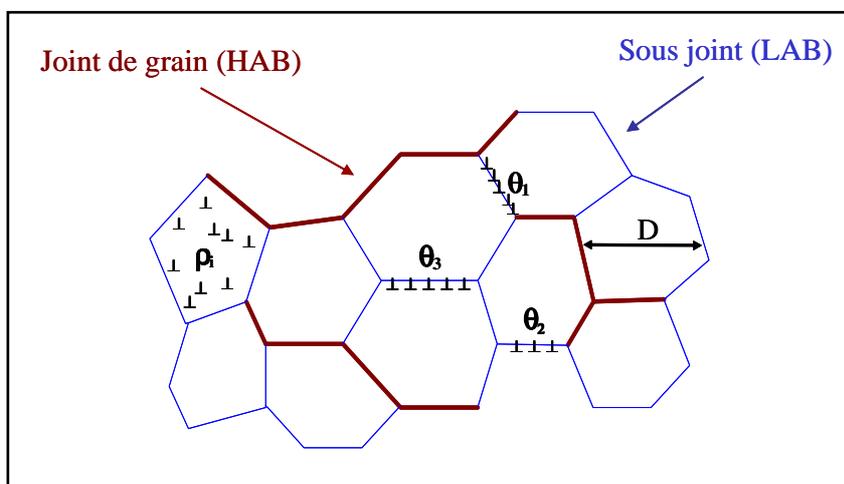
La structure considérée est un ensemble de parois constitué de sous-joints et de joints. Les dislocations sont classées en deux catégories : les dislocations libres à l'intérieur des cristaux et les dislocations organisées en sous-joints (Fig. 36). L'évolution de cette structure avec la déformation  $\epsilon$  est caractérisée par les paramètres suivants :

- la densité de dislocations à l'intérieur des cristaux  $\rho_i(\epsilon)$
- la surface totale de parois par unité de volume  $S(\epsilon)$ .  $S$  est reliée à l'intercept moyen des cristaux  $D$ , mesuré dans toutes les directions de l'espace, par la relation classique :

$$S = \frac{2}{D} \quad (20)$$

- la distribution des angles de désorientation  $\theta$  des sous-joints définie par la fonction  $\varphi(\theta, \epsilon)$  :

$$\varphi(\theta, \epsilon) \delta\theta = \delta S(\theta, \epsilon) / S(\epsilon) \quad (21)$$



**Fig. 36.** Représentation des différents éléments microstructuraux pris en compte dans le modèle [Gourdet et Montheillet, 2003]

- **Equations du modèle**

Equation de Yoshie-Laasraoui-Jonas modifiée :

$$d\rho_i = (h - r\rho_i)d\varepsilon - \rho_i dV \quad (22)$$

$d\rho_i^+$   
 Ecrouissage

$d\rho_i^-(1)$   
 Restauration  
 dynamique

$d\rho_i^-(2)$   
 Annihilation par  
 migration des joints

- **Taux de croissance des désorientations des sous-joints (LAB) :**

$$d\theta = \frac{b}{2n}(1 - \alpha)r\rho_i D d\varepsilon \quad (23)$$

$b$  est le vecteur de Burgers

$n$  représente le nombre de familles de dislocations dans les LAB ( $1 \leq n \leq 3$ )

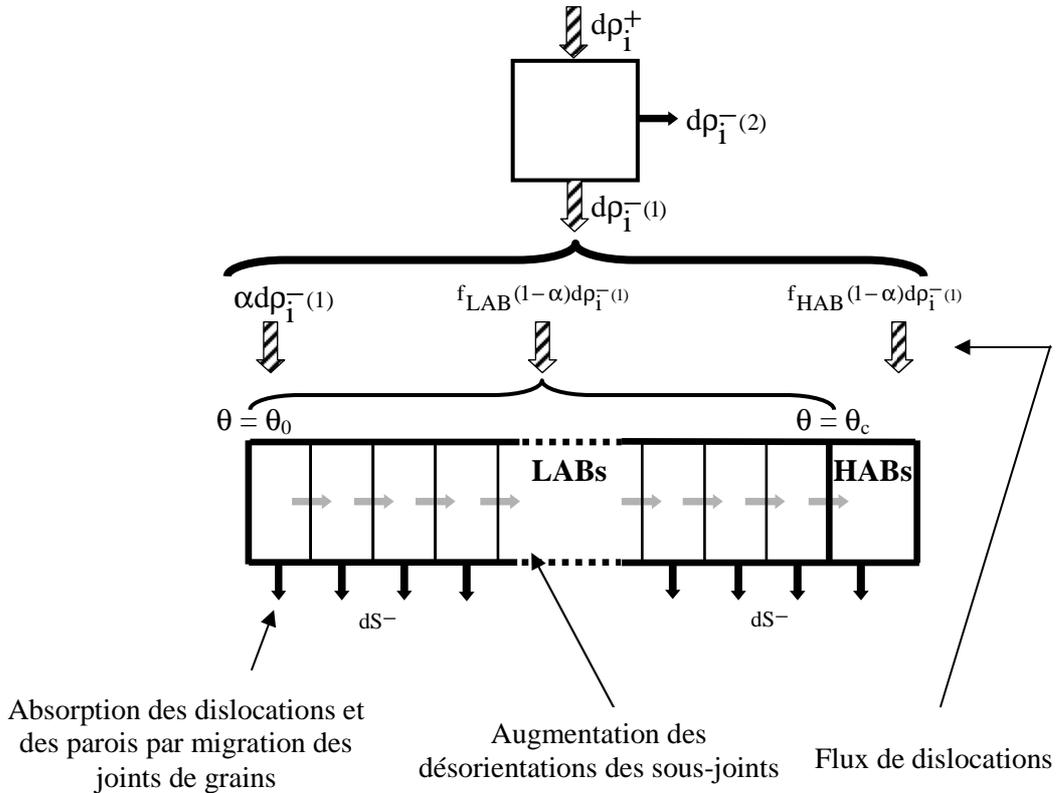
$D$  représente la taille de la cristallite

$r$  représente le paramètre de restauration dynamique

Ce modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement :

- Formation de sous-joints de très faible désorientation
- Augmentation de la désorientation des sous-joints par accumulation de dislocations
- Transformation de sous-joints en joints quand une désorientation critique est atteinte ( $\theta_c = 15^\circ$ )
- Migration des joints de grains

**Comportement des dislocations**



$\alpha$  représente la fraction de dislocations consommées par la génération de nouveaux sous-joints.

**Fig. 37.** Répartition des dislocations entre les différents éléments structuraux

Ce schéma (fig. 37) montre la façon dont les dislocations produites par écrouissage sont réparties entre les différents éléments microstructuraux. L'absorption des dislocations et des frontières par migration des HABs est symbolisée par les flèches noires. Les flèches grises montrent l'augmentation continue des désorientations des LABs à partir de  $\theta = \theta_0$  jusqu'à  $\theta = \theta_c$ .

La contrainte d'écoulement est définie dans le modèle comme suit :

$$\sigma = Gb(A_1\sqrt{\rho_i} + A_2\sqrt{\rho_{LAB}}) \quad (24)$$

La contrainte d'écoulement du matériau dépend tout d'abord de la densité de dislocations  $\rho_i$  à l'intérieur des sous-grains. Un deuxième terme comprenant la densité de dislocations  $\rho_{LAB}$  à l'intérieur des sous-joints est parfois ajouté, bien que sa contribution soit faible car ces dislocations possèdent un effet moins important sur la contrainte (faible portée dû à l'effet d'écrantage). Le coefficient  $A_1$  est souvent de l'ordre de 0,9 et  $A_2$  de l'ordre de 0,1.

# **Chapitre III**

## **Techniques expérimentales**

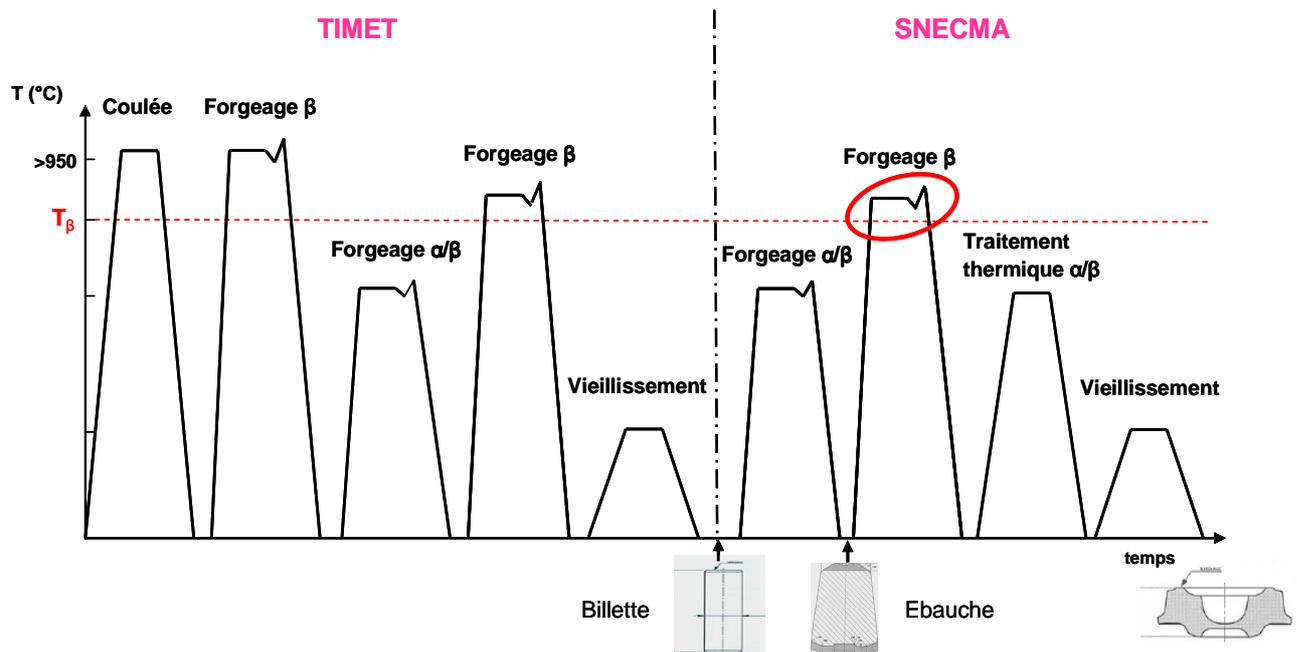


### 3. Techniques expérimentales

#### 3.1. Procédure industrielle

Chaque pièce subit un cycle de traitement thermomécanique propre. Différentes presses hydrauliques sont utilisées selon la massivité des pièces à forger. Le forgeage est réalisé sous presse hydraulique de différentes puissances. Le choix de la gamme de forgeage est fait en fonction de la massivité des pièces et des puissances requises. Les pièces sont préalablement chauffées dans un four à une température située au dessus du transus  $\beta$ , puis forgées et enfin refroidies.

##### 3.1.1. Les différentes étapes de forgeage du matériau



**Fig. 38.** Schéma thermomécanique complet

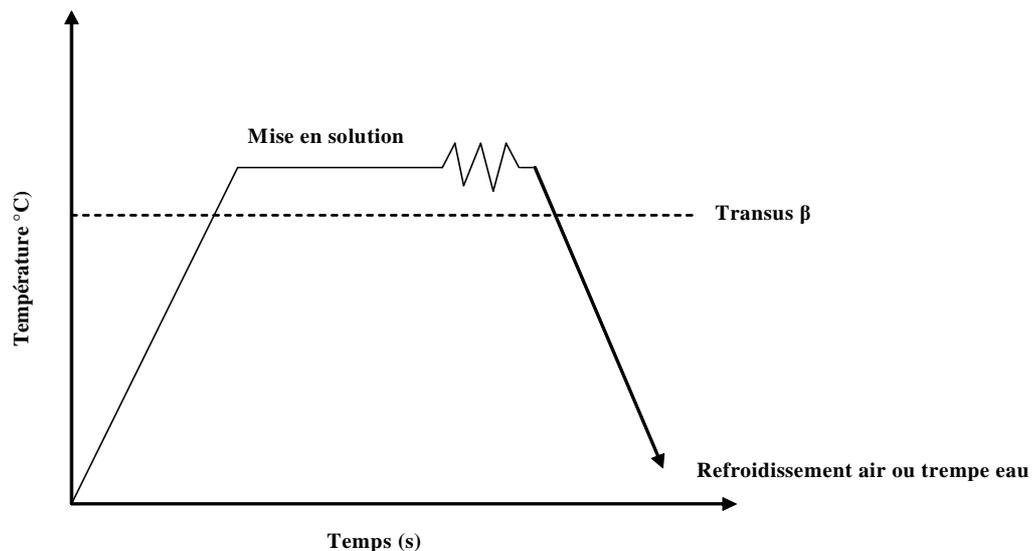
Timet Savoie SA fournit le matériau à Snecma sous forme de billettes. Timet commence par faire une coulée de l'alliage et obtient un lingot. Ce lingot subit différentes passes de forgeage et des traitements thermiques. La dernière passe en  $\beta$  donne une microstructure équiaxe mais le refroidissement en  $\alpha+\beta$  fait apparaître des lamelles  $\alpha$ .

La billette est ensuite de nouveau forgée et traitée thermiquement par Snecma de façon à obtenir le produit semi-fini (Fig. 38).

### Température de chauffe

La température du transus  $\beta$  est fournie par le certificat de conformité du fournisseur matière, dans notre cas TIMET Savoie SA. D'une billette à l'autre ou d'un fournisseur à l'autre, cette température peut varier de quelques degrés en fonction des éléments d'addition.

Il est donc indispensable de connaître la valeur précise du transus afin de déterminer la température de chauffe avant forgeage (Fig. 39). Dans notre cas, la température de transus de la billette est établie par TIMET à 892 °C.



**Fig. 39.** Partie du cycle thermomécanique du Ti-17

### 3.1.2. Temps de chauffe, vitesse de forgeage et mode de refroidissement

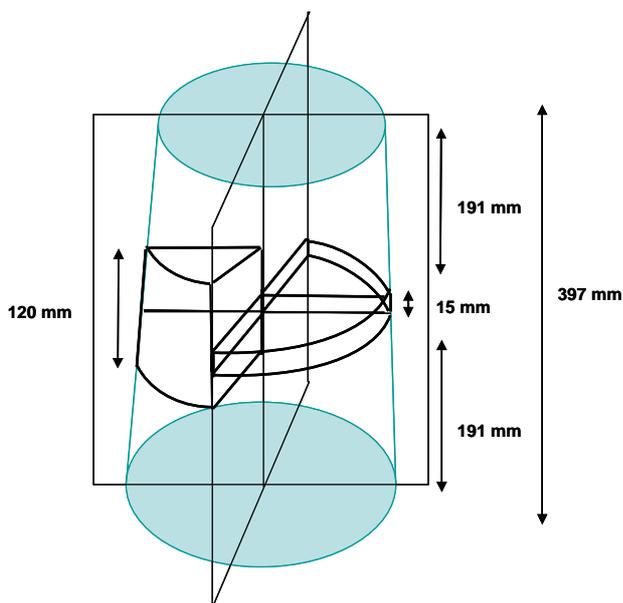
Le temps de chauffe est défini en fonction de la massivité de la pièce. Plus la pièce est de faible massivité, plus le temps de chauffe sera de courte durée. Il est considéré qu'en fin de cycle de chauffe, la pièce présente en tout point une température homogène et est chimiquement homogène.

Dans le cas de l'alliage Ti-17, la vitesse de refroidissement appliquée est une vitesse relativement rapide. Chez Snecma, toutes les pièces en Ti-17 sont trempées à l'eau après forgeage  $\beta$ .

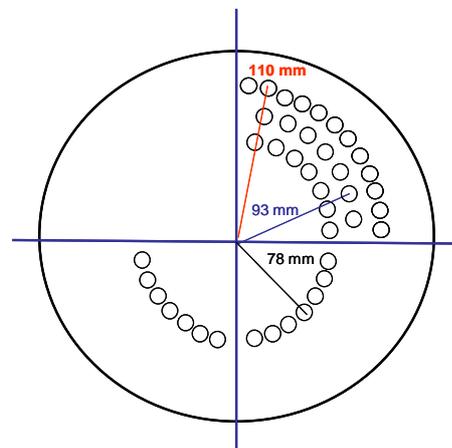
## 3.2. Procédure expérimentale

### 3.2.1. Usinage des éprouvettes

Le matériau étudié provient du lot DL234891 issu de la coulée 304820B, fourni par Timet Savoie, qui a déterminé le transus. La matière est fournie sous la forme d'une billette forgée en  $\alpha/\beta$  et transformée en ébauche par Snecma. Cette dernière est schématisée par la figure 40 :



**Fig. 40.** Schéma de découpage de la billette



**Fig. 41.** Schéma de prélèvement des échantillons (vue de dessus)

La billette initiale est tronçonnée en quatre parties égales. Deux tranches de 15 mm d'épaisseur sont découpées dans deux des quatre quarts pour prélever les échantillons de compression (Fig. 40).

Une troisième tranche de 120 mm d'épaisseur est découpée dans le troisième quart pour prélever des barreaux cylindriques destinés à produire des échantillons de torsion.

Les échantillons de compression et les barreaux de torsion sont prélevés dans le disque en évitant le cœur et la peau afin de caractériser une zone homogène (Fig. 41).

### 3.3. Essais de compression

#### 3.3.1. Conditions expérimentales

Ces essais, pilotés par ordinateur, ont été effectués sur une machine servo-hydraulique Schenck (Fig. 42) d'une capacité de 100 kN. Le programme impose au vérin une vitesse de déplacement  $\dot{H} = \dot{H}_0 \exp(-\varepsilon)$  décroissante afin de maintenir la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  constante. Ce dispositif permet d'atteindre des vitesses de  $10 \text{ s}^{-1}$ . Deux cellules de force sont disponibles, l'une d'une capacité de 10 kN, l'autre de 100 kN.

Un four à rayonnement infrarouge relié à deux thermocouples situés dans les tas de compression assure le maintien en température. Grâce à un système de vases communicants, il est possible de remplir d'eau le bas du montage en fin d'essai.



Force maximale : 100kN ou 10kN  
Température de fonctionnement : 20°C à 1200°C  
Temps de montée en température : 10 minutes  
(20°C à 1200°C)  
Précision de la température : + ou - 1°C  
(sur la longueur de l'échantillon)  
**Déformation maximale : 1,5 (Von Mises)**  
Vitesse de déformation maximale : 20 s<sup>-1</sup>  
Vitesse de déformation minimale : 5 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>  
Temps de trempe : 0.5 s

**Fig. 42.** Machine de compression

### 3.3.2. Choix du lubrifiant

Il est nécessaire de choisir le meilleur lubrifiant afin de limiter les frottements inhérents à l'interface entre le tas de presse et l'éprouvette pendant l'essai de compression. Le frottement engendre deux effets néfastes : d'une part, il augmente la contrainte appliquée, ce qui complique l'étude rhéologique, d'autre part, il rend la déformation hétérogène. Le centre de l'éprouvette subit une déformation plus importante et il existe une zone faiblement déformée sous les tas [Dumanowski, 1997].

Deux lubrifiants ont été à notre disposition. Une suspension de graphite (C) et une suspension de nitrure de bore (BN). Pour l'alliage Ti-17, le graphite a été retenu car son coefficient de frottement est inférieur à celui du nitrure de bore pour des alliages de ce type et dans ces gammes de température. Il en va de même pour les alliages d'aluminium (Tab. 5).

**Tab. 5.** Variation du coefficient de frottement de Tresca en fonction du lubrifiant pour deux types d'aluminium polycristallin. Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes obtenues dans le domaine de température 300-500 °C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $\epsilon = 0.1 - 0.7$  [Gourdet, 1997].

	C	BN
Aluminium 1199	0.13	0.17
Aluminium 1200	0.12	0.17

### 3.3.3. Dispositif de l'essai de compression uniaxiale à chaud

L'éprouvette, préalablement lubrifiée, est posée au centre du tas inférieur. On fait alors descendre le piston du vérin hydraulique jusqu'à ce que le tas supérieur affleure l'éprouvette.

Pour cela, on contrôle ses déplacements par un asservissement en force. La force imposée doit être suffisamment élevée pour qu'il y ait contact mais pas trop pour ne pas comprimer l'éprouvette. Une fois le four fermé et la circulation d'argon en marche, la montée en température peut commencer. La température de l'essai est atteinte après 8 min et est maintenue 10 min avant de lancer la compression, ce qui permet d'homogénéiser les éprouvettes. Les courbes contrainte-déformation sont beaucoup plus reproductibles que lorsque les éprouvettes sont comprimées sans maintien. Pendant cette phase, la dilatation thermique allonge l'éprouvette et surtout le montage.

L'asservissement en force provoque une légère remontée du piston, il continue donc à toucher l'éprouvette sans la comprimer. Il est important de noter la valeur de la force appliquée à la fin du maintien (cette force résulte en grande partie du poids du montage et de la pression des soufflets) afin de la soustraire à la charge mesurée pendant l'essai.

On passe d'un asservissement en force à un asservissement en déplacement juste avant de lancer l'essai de compression. Le piston descend alors suivant une loi exponentielle décroissante et remonte automatiquement à la fin de l'essai. Ce dernier se déroule sous atmosphère protectrice. Il suffit alors de faire basculer l'échantillon dans l'eau. La trempe s'effectue environ une seconde après l'arrêt de la déformation.

### 3.3.4. Exploitation des résultats

Pendant l'essai, le déplacement du piston  $\Delta H$  et la force appliquée  $F$  sont enregistrés. On en déduit facilement la valeur de la déformation et de la contrainte :

$$\varepsilon = -\ln\left(1 - \frac{\Delta H_0}{H_0}\right) \quad (25)$$

$$\sigma = \left(\frac{F}{S_0}\right) \exp(-\varepsilon) \quad (26)$$

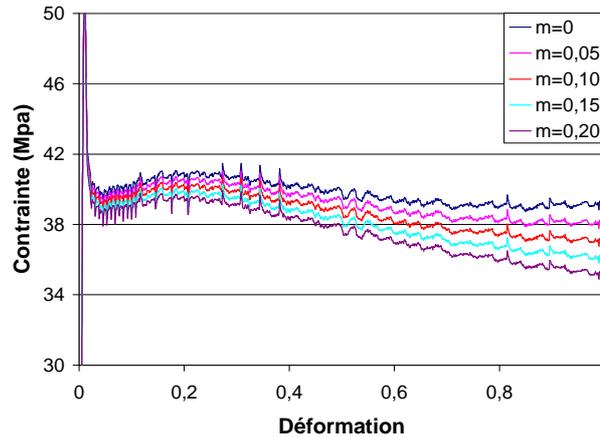
( $H_0, S_0$  : hauteur et section initiales de l'éprouvette).

### 3.3.5. Correction de l'effet du frottement

Les courbes contrainte-déformation ont été corrigées du frottement (Fig. 43). Ce dernier a pour principal effet de modifier le chemin d'écoulement de la matière. On observe en effet une remontée des flancs des éprouvettes lubrifiées au graphite sous les tas de compression.

Une correction du frottement est donnée par :  $\bar{\sigma} = \sigma_a \left(1 + \bar{m} \frac{1}{3\sqrt{3}\lambda_0} \exp(3\bar{\epsilon}/2)\right)^{-1}$

Il reste alors à évaluer le coefficient de frottement  $\bar{m}$ . Le coefficient de frottement retenu dans cette étude est  $\bar{m} = 0.10$  car la courbe se termine alors par un palier (Fig. 43).



**Fig. 43.** Evaluation du coefficient de frottement avec  $T = 945 \text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

### 3.4. Essais de torsion

#### 3.4.1. Intérêt de l'essai de torsion

Il existe de nombreux procédés de mise en forme des métaux. Les essais de torsion ont la particularité, d'une part, que les déformations plastiques peuvent atteindre de grandes amplitudes, et d'autre part, qu'ils se mettent souvent en œuvre à températures et à vitesses élevées.

Dans l'essai de torsion usuel, la longueur de l'échantillon reste constante, de telle sorte que sa forme globale demeure inchangée (conservation du volume en plasticité). Cette particularité permet d'imposer de très grandes déformations à chaud au matériau, en théorie illimitées, à condition toutefois que l'on puisse assurer l'uniformité et la constance de la température tout au long de l'essai afin d'éviter une localisation de la déformation. Ainsi, l'essai de torsion est bien approprié à l'étude des états stationnaires typiques des grandes déformations à chaud. En revanche, le caractère non uniforme du tenseur des vitesses de déformation implique un traitement mathématique et informatique des données expérimentales pour en extraire les courbes contrainte-déformation. Ceci rend son utilisation plus lourde.

Dans cette étude, une série d'essais de torsion à chaud a été effectuée afin de déterminer le régime stationnaire des courbes contrainte-déformation et aussi d'accéder à une taille de grain stationnaire. Ces deux paramètres sont indispensables pour la suite de l'étude car ils correspondent aux données d'entrée du modèle proposé dans la partie Modélisation de la déformation à chaud (chapitre 5).

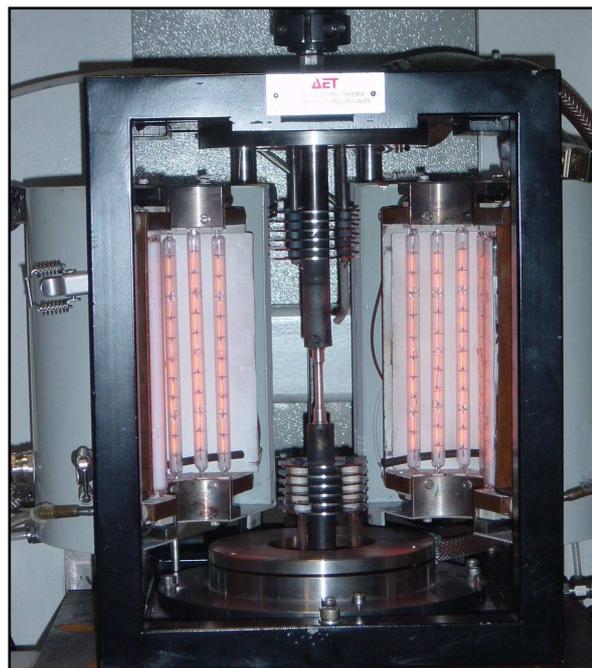
Dans un premier temps, les paramètres rhéologiques  $m$  et  $Q$  seront déterminés, correspondant respectivement à la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation et à la sensibilité à la température (énergie d'activation apparente). Ils seront comparés aux résultats des essais de compression. Les paramètres d'écrouissage ( $h$ ) et de restauration dynamique ( $r$ ) seront calculés ultérieurement.

### 3.4.2. Conditions expérimentales

L'essai de torsion permet donc la caractérisation rhéologique de matériaux pour lesquels la déformation dépasse  $\epsilon = 1,5$ . La machine enregistre le couple en N.m et l'angle en fractions de tours. Le signal doit être filtré pour permettre le calcul de la dérivée logarithmique de la formule de Fields et Backofen (*cf.* 3.4.3). Le principe du filtrage est le suivant : diminution des dérivées secondes locales qui nécessite d'optimiser le nombre de passages du filtre. On évite ainsi de changer la valeur intrinsèque du couple mesuré. Le solveur d'Excel permet de lisser la courbe lors du dépouillement. Une fois le couple filtré on peut appliquer la formule de Fields et Backofen pour recalculer la contrainte à la surface de l'échantillon.

Comme en compression, la machine de torsion (Fig. 44) possède un four à infrarouge et permet d'atteindre la température de l'essai ; celle-ci est mesurée par un thermocouple placé près de la surface de l'échantillon. La trempe s'opère en refroidissant l'échantillon sur le site où il a été déformé en injectant de l'eau ou du gaz (argon ou hélium). Ce refroidissement peut ainsi avoir lieu immédiatement après la fin de l'essai.

De ce fait, dans le cas général, la trempe au gaz est plus efficace que l'eau dans les premières secondes. Le refroidissement est rapide en surface mais plus lent au cœur de l'échantillon et crée un gradient de température. Ceci n'est pas gênant car l'observation microscopique se fait en surface de l'échantillon. Dans le cas présent, la trempe se fait à l'argon, le Ti-17 ne nécessitant pas une vitesse de refroidissement très grande. La vitesse de refroidissement initiale mesurée pour un essai à 1000 °C avoisine les 200 °C.s<sup>-1</sup>, puis l'inertie thermique des outils commence à agir et la vitesse retombe à des valeurs beaucoup plus faibles.



**Fig. 44.** Machine de torsion de l'Ecole des Mines

### 3.4.3. Exploitation des résultats [Fields et Backofen, 1957 ; Montheillet et Desrayaud]

L'échantillon cylindrique (plein) de section circulaire de longueur utile  $L$  et de rayon  $R$  est fixé à l'une de ses extrémités et entraîné à l'extrémité opposée à la vitesse angulaire  $\dot{\Omega} = 2\pi\dot{N}$  (rd.s<sup>-1</sup>) où  $\dot{N}$  désigne la vitesse de rotation imposée en tours par seconde. Comme on le verra ci-dessous, le champ de vitesse en tout point est un *cisaillement simple* dans le repère cylindrique local ( $r\theta z$ ).

L'hypothèse d'homogénéité du matériau amène à supposer une distribution linéaire de la vitesse de rotation  $\dot{\omega}(z)$  le long du fût de l'éprouvette :

$$\dot{\omega}(z) = \frac{z}{L} \dot{\Omega} \quad (27)$$

avec  $\dot{\Omega}$  vitesse de rotation (rd.s<sup>-1</sup>),  
 $L$  longueur de la partie utile (m).

Comme le rayon  $R$  et la longueur  $L$  ne varient pas au cours de l'essai, on peut supposer en outre que les composantes correspondantes du champ de vitesse sont nulles, soit  $\dot{u}_r = \dot{u}_z = 0$ .

Enfin, on admet que la distribution de  $\dot{u}_\theta$  le long du rayon est linéaire, ce qui signifie que les rayons demeurent rectilignes pendant la torsion de l'échantillon (Fig. 48). Autrement dit, chaque section normale à  $z$  tourne autour de cet axe sans se déformer. D'où l'expression du champ de vitesse :

$$\begin{cases} \dot{u}_r = 0 \\ \dot{u}_\theta = \frac{\dot{\Omega}}{L} r z \\ \dot{u}_z = 0 \end{cases} \quad (28)$$

La trajectoire d'un point matériel  $M$  de coordonnées initiales  $(r_0, \theta_0, z_0)$  est donc le cercle d'axe  $z$  situé dans le plan  $z = z_0$  et de rayon  $r_0$ .

La **vitesse de déformation** équivalente de von Mises s'écrit :

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \frac{\dot{\Omega}}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} = \frac{2\pi\dot{N}}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} \quad (29)$$

Cette expression montre que  $\dot{\bar{\epsilon}}$  ne dépend que de  $r$  et demeure donc constante au cours du temps pour tout élément de matière. Il est donc aisé de calculer la déformation équivalente de tout élément situé au rayon  $r$  :

$$\bar{\epsilon} = \frac{\Omega}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} \quad (30)$$

où  $\Omega$  désigne l'angle de torsion imposé, correspondant au nombre de tours  $N = \Omega / 2\pi$ . Ainsi, dans l'essai de torsion, les grandeurs  $\dot{\bar{\epsilon}}$  et  $\bar{\epsilon}$  sont intrinsèquement hétérogènes : elles varient linéairement de 0 sur l'axe de l'éprouvette à une valeur maximale à la surface de celle-ci ( $r = R$ ).

### Contrainte d'écoulement

Le couple de torsion  $\Gamma$  est l'intégrale suivant  $r$  du moment de la cisssion  $\tau = \sigma_{\theta z}$  :

$$\Gamma = 2\pi \int_0^R \tau r^2 dr \quad (31)$$

avec  $R$  rayon de la partie utile.

Dans le cas d'un matériau rigide parfaitement plastique isotrope dont le comportement est régi par le critère de von Mises,  $\tau = \sigma_0 / \sqrt{3}$ , où  $\sigma_0$  désigne la contrainte d'écoulement. Le couple s'écrit alors :

$$\Gamma = 2\pi \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \frac{R^3}{3} \quad (32)$$

d'où l'on déduit la contrainte d'écoulement :

$$\sigma_0 = \frac{3\sqrt{3}}{2\pi R^3} \Gamma \quad (33)$$

En revanche dans le cas général, en particulier à haute température, la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  et par suite la cisssion  $\tau$  sont des fonctions (inconnues) de  $\bar{\epsilon}$  et  $\dot{\bar{\epsilon}}$  et le calcul ci-dessus n'est plus possible. La formule généralisée de Fields et Backofen est donnée sous la forme :

$$\sigma_0(\mathbf{R}) = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3} (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \quad (34)$$

avec

$$\tilde{n} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N}$$

$$\tilde{m} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}}$$

où l'on retrouve le cas parfaitement plastique en faisant  $\tilde{n} = \tilde{m} = 0$  [*cf.* relation 33].

On notera le caractère général de cette relation de Fields et Backofen : contrairement à une croyance largement répandue, elle ne présuppose aucune forme particulière de la fonction  $\tau(\bar{\epsilon}, \dot{\bar{\epsilon}})$ .

### 3.5. Détermination des paramètres rhéologiques

Le paramètre  $m$  correspond à la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation à une température et à une déformation données. Il a pour expression :

$$m = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_{T, \epsilon} \quad (35)$$

Nous allons dans un premier temps tracer les courbes contrainte-déformation correspondant à trois vitesses de déformation effectuées à une température donnée. Ensuite, nous tracerons un graphe  $(\ln \dot{\epsilon}_i, \ln \sigma_i)$  comportant trois points de mesures. Après une régression linéaire, la pente donnera la valeur de  $m$ .

Le paramètre  $Q$  correspond à la sensibilité à la température (ou énergie d'activation apparente) à une déformation et une vitesse de déformation données. Il a pour expression :

$$Q = \left. \frac{R}{m} \cdot \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\epsilon}, \epsilon} \quad (36)$$

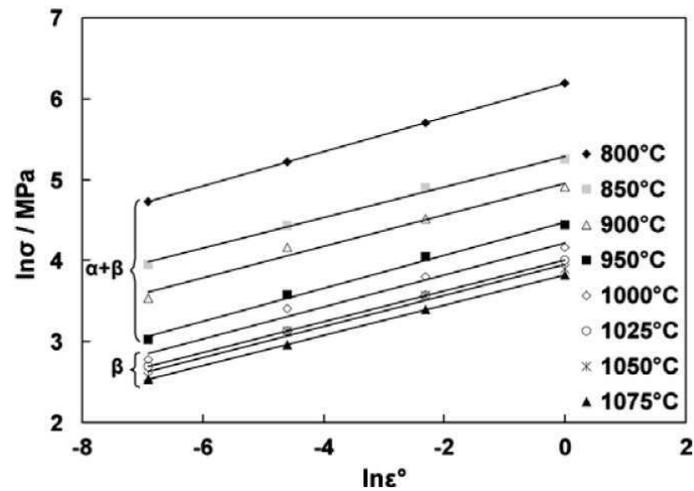
$R$  : constante universelle des gaz ( $8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )

$m$  : sensibilité à la vitesse de déformation

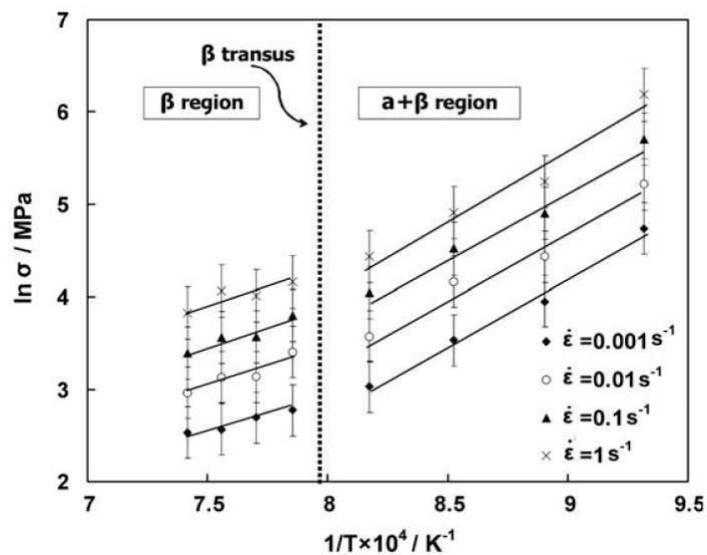
$T$  : température (K)

Nous tracerons un graphe  $(\ln \sigma_0, 1/T)$  pour les trois vitesses de déformation. Connaissant la valeur de  $m$  pour chacune des trois températures et en calculant la valeur de la pente pour chacune des trois vitesses de déformation, nous déterminerons l'énergie d'activation  $Q$  associée à une vitesse de déformation et à une température données (cf § 4.1.1.3).

Les figures 45 et 46 montrent pour l'alliage Ti-6Al-4V les graphes obtenus pour déterminer les paramètres  $m$  et  $Q$ .



**Fig. 45.** Variation de la contrainte d'écoulement avec la vitesse de déformation pour une déformation de 0,5 – alliage Ti-6Al-4V – [Momeni & Abbasi, 2009]

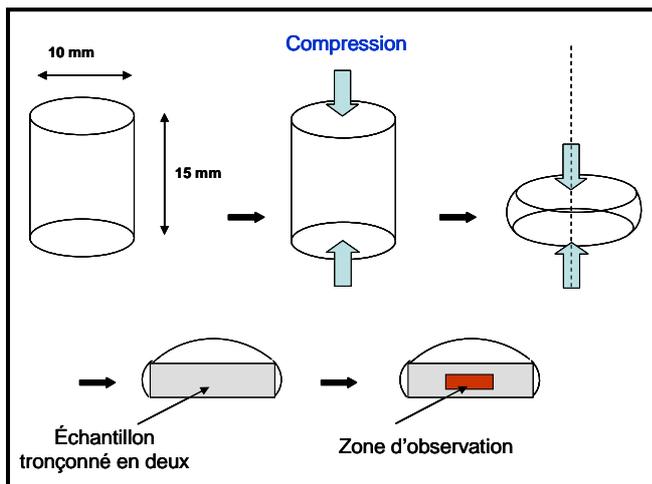


**Fig. 46.** Variation de la contrainte d'écoulement avec la température de déformation pour une déformation de 0,5 – alliage Ti-6Al-4V – [Momeni & Abbasi, 2009]

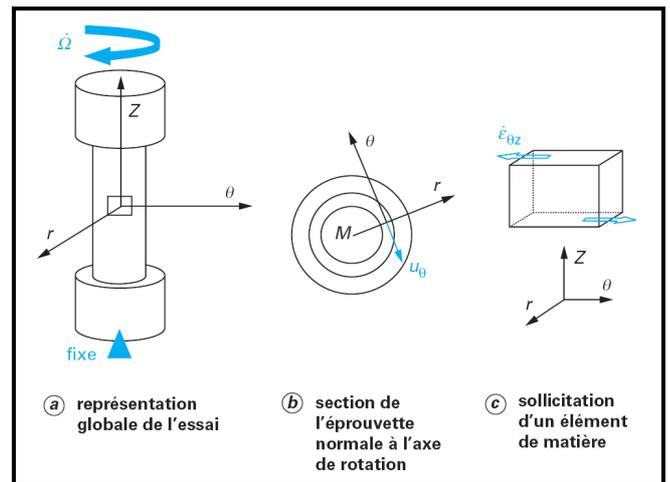
### 3.6. Caractérisation de la microstructure

#### 3.6.1. Prélèvements des échantillons

Les figures 47 et 48 montrent l'évolution des échantillons subissant les essais de compression et les essais de torsion.



**Fig. 47.** Représentation d'un échantillon de compression

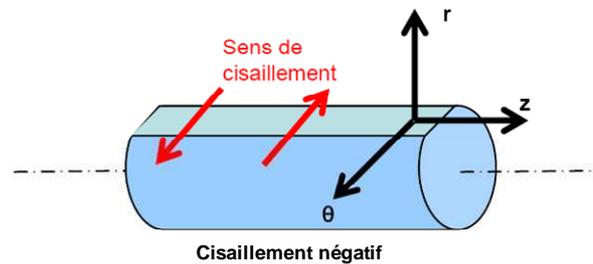


**Fig. 48.** Représentation d'un échantillon et de ses différents états de torsion

L'échantillon de compression est un petit cylindre de 15 mm de hauteur et 10 mm de diamètre. Il est comprimé à l'aide de la machine de compression de l'Ecole des Mines (c.f. § 3.3.1) et tronçonné de façon à dégager une zone d'observation au centre de la section, comme le montre la figure 47. C'est au centre de l'échantillon que la déformation nominale est la plus importante.

L'échantillon de torsion standard présente un diamètre de 6 mm et une longueur de 27 mm pour la zone efficace avec double épaulement pour limiter les pertes thermiques vers la tête de l'échantillon (de diamètre 12 mm). Cependant on dispose de degrés de liberté appréciables pour augmenter la vitesse de déformation accessible, en limitant la longueur de la partie efficace. La section de l'éprouvette est normale à l'axe de rotation (Fig. 48). On peut aussi, en cas d'étude d'alliages particulièrement durs à chaud, réduire le diamètre (en réduisant aussi la longueur pour ne pas favoriser de manière trop marquée l'auto-échauffement).

L'observation des échantillons au microscope optique ou au microscope électronique à balayage, après déformation à chaud par un essai de torsion, s'effectue sur un plan  $\theta z$  situé à une distance de  $0,9 \times \text{rayon}$  (Fig. 49)



**Fig. 49.** Plan d'observation d'une éprouvette de torsion

### 3.6.2. Microscopie optique

Le polissage mécanique s'effectue sur papier abrasif au carbure de silicium jusqu'au grade 1200, puis grâce à des pâtes diamantées d'une granulométrie variant de  $6 \mu\text{m}$  à  $1 \mu\text{m}$ . Une solution de silice colloïdale (OPS) permet ensuite de supprimer les fines rayures résiduelles. Cet état de surface est suffisant pour effectuer des analyses par rayons X ou des attaques.

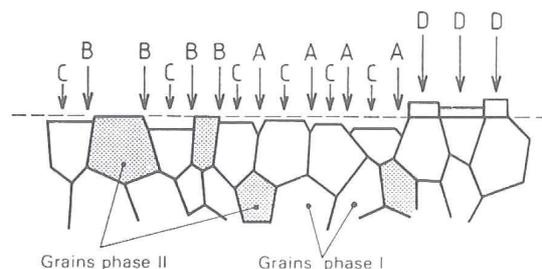
Un réactif d'attaque macroscopique a été utilisé pour révéler les grains avant et après déformation. C'est une solution aqueuse d'acide fluorhydrique à 15 % et d'acide nitrique à 15 %. Il y a attaque préférentielle ou coloration de certains constituants par rapport à d'autres. L'attaque micrographique donne des différences de relief ou de coloration entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase (c'est le cas de l'alliage Ti-17), ce qui permet de les observer. La figure 50 schématise ces effets :

A : dissolution des joints de grains d'une même phase ;

B : dissolution des joints interphase ;

C : dissolution des surfaces des grains en fonction de leur orientation cristallographique ;

D : formation d'une couche superficielle adhérente de produits de réaction et dont l'épaisseur est fonction de l'orientation du grain sur lequel elle se développe : ces couches sont épitaxiales et d'épaisseur assez faible pour donner des couleurs d'interférence, en lumière polarisée.



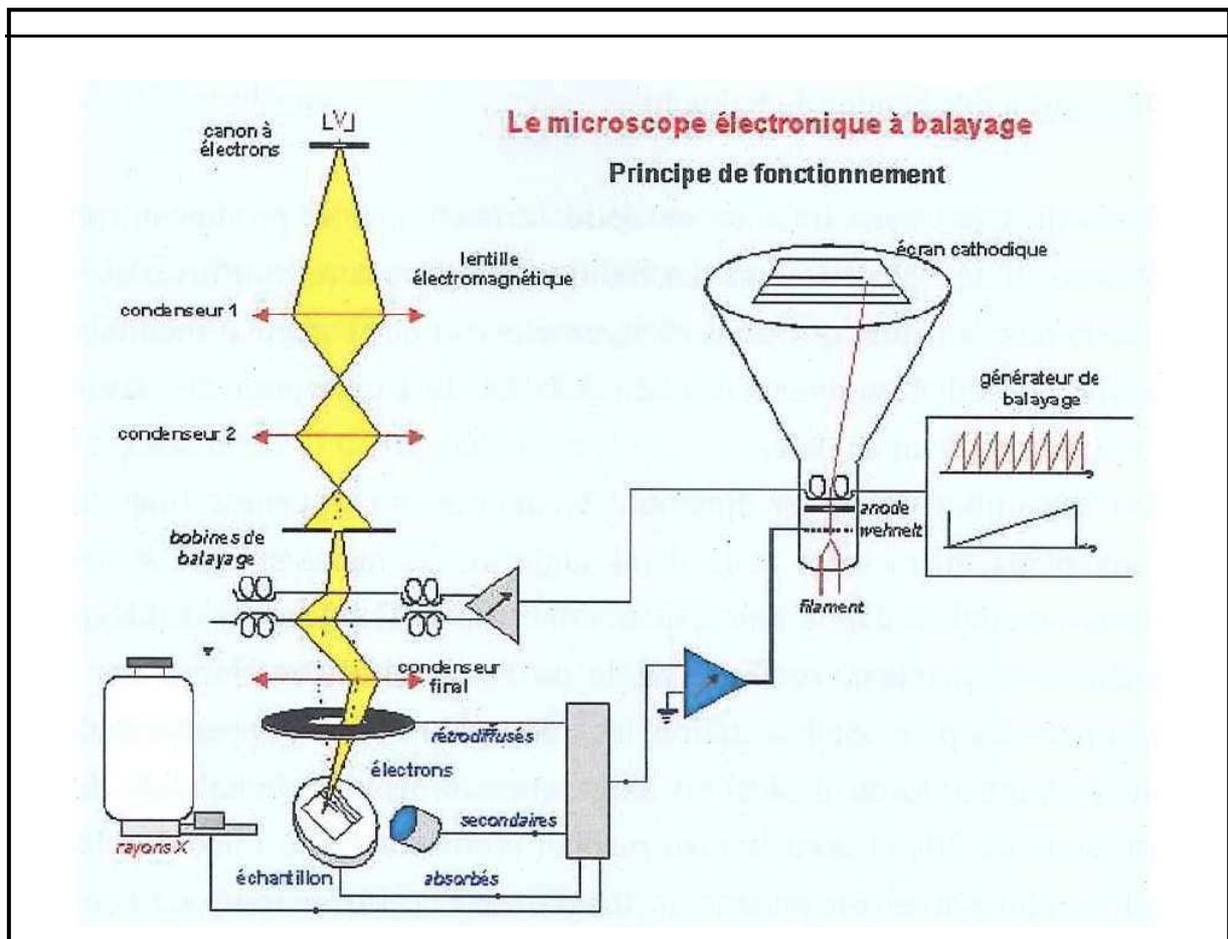
**Fig. 50.** Schéma représentant les différents effets liés à l'attaque chimique d'un échantillon [Barralis et Maeder, 1991]

### 3.6.3. Microscopie électronique à balayage et mesures de texture locale (EBSD)

Afin de caractériser plus précisément la microstructure (sous-joints / joints de grains) et d'étudier la texture des échantillons déformés par essais de compression ou de torsion, la technique EBSD a été utilisée (electron backscattering diffraction – diffraction des électrons rétrodiffusés) sur un MEB équipé d'un FEG (field emission gun – canon à émission de champ). En comparaison avec la méthode conventionnelle d'analyse cristallographique qu'est la diffraction des rayons X, la technique EBSD a la particularité d'offrir une analyse beaucoup plus locale, nécessaire à la compréhension des mécanismes de recristallisation, mais présente aussi le grand intérêt de pouvoir fournir, à partir d'un grand nombre d'informations locales, une information globale et statistique sur plusieurs mm<sup>2</sup> de surface. Cette technique permet, de plus, d'étudier séparément différentes entités en fonction de leurs caractéristiques (zones recristallisées ou non, taille de grains, orientations...)

#### 3.6.3.1. Principe du MEB [Ruste]

C'est une *microscopie*, essentiellement une technique d'observation, électronique, c'est-à-dire qu'elle utilise un faisceau d'électrons pour obtenir les informations sur la cible, à balayage. L'image de la cible est obtenue non pas comme dans un microscope classique par un traitement optique mais par balayage du faisceau d'électrons focalisé sur la cible. Plus précisément, un microscope électronique est constitué d'une source d'électrons, le canon, d'une colonne composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible (Fig. 51). Les échantillons doivent supporter le vide sans le polluer et être conducteurs.



**Fig. 51.** Schéma de principe de fonctionnement du MEB [Ruste]

Le microscope électronique à balayage utilisé à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne est un JEOL JSM 6500F possédant une résolution spatiale de 50 nm et une précision angulaire de 1°.

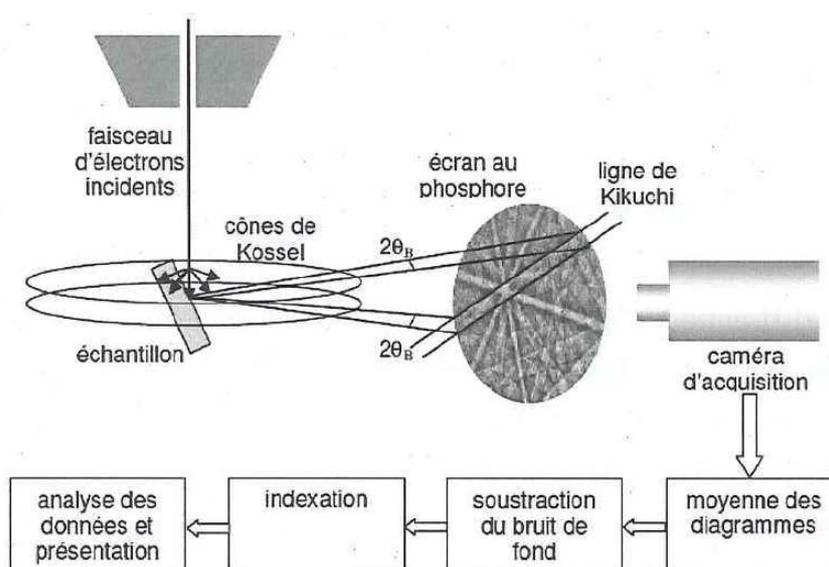
### 3.6.3.2. Principe de l'EBSD

Les électrons rétrodiffusés permettent simultanément d'obtenir une image de la structure et de mesurer la texture locale (Fig. 52). Lorsque le faisceau balaye la surface de l'échantillon, l'intensité rétrodiffusée par chaque grain est uniforme et dépend de son orientation. Le niveau de gris obtenu ne donne cependant aucune indication sur l'orientation des cristaux : des cristaux fortement désorientés entre eux peuvent tout à fait présenter la même nuance ; inversement, des cristaux d'orientations très voisines peuvent apparaître fortement contrastés. On obtient ainsi une image en contraste cristallin.

La texture locale est mesurée par la technique de microdiffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). L'échantillon est incliné à  $70^\circ$  par rapport au faisceau incident pour augmenter l'intensité de la rétrodiffusion (qui l'emporte alors sur l'absorption). Dans ces conditions, il est encore possible d'obtenir une image de la structure, mais de qualité moindre.

Elle est cependant très utile car elle permet de positionner le faisceau sur le cristal dont on veut mesurer l'orientation. Le signal est recueilli sur un écran phosphore. Chaque plan atomique donne lieu à un cône de diffraction très aplati (l'angle de Bragg est extrêmement faible dans le cas de la diffraction des électrons) ; les intersections de ces cônes avec l'écran peuvent donc être assimilées à des droites (bandes de Kikuchi). Des logiciels permettent alors d'indexer le diagramme obtenu et de calculer l'orientation du cristal concerné.

Le microscope de l'Ecole est équipé d'un système EBSD SINTEF. Un logiciel d'indexation des diagrammes de Kikuchi (Channel de Schmidt) indexe les lignes automatiquement après analyse d'image.



**Fig. 52.** Principe de la technique EBSD [Humphreys, 2001 ; Ringeval, 2006 ; Baudin]

- **Préparation des échantillons**

Un polissage électrolytique est nécessaire pour la microscopie électronique à balayage et l'EBSD. Ces techniques requièrent en effet un excellent état de surface ; il faut en particulier veiller à éliminer tout écrouissage superficiel et à limiter au maximum l'oxydation de la surface. Pour les échantillons testés en Ti-17 en phase  $\beta$ , le polissage s'effectue pendant environ 15 s sous 30 V. Plus la vitesse de déformation est importante, plus il faut augmenter le temps de réaction avec l'électrolyte. Ce dernier est une solution de méthanol à 6% d'acide perchlorique maintenue à 0 °C. Les échantillons, après attaque au réactif, sont observés en lumière polarisée. L'onde réfléchiée par l'échantillon à observer est captée par un objectif qui la concentre et passe par un oculaire qui crée une image observable.

- **Paramètres d'analyse**

Les analyses EBSD ont été effectuées à une inclinaison de 70° ce qui correspond à un bon compromis entre l'obtention d'une émission maximale d'électrons rétrodiffusés et la nécessité de limiter les effets néfastes de la rugosité résiduelle de l'échantillon. Une tension de 20 kV a été utilisée.

D'un point de vue expérimental, on aura généralement à trouver un compromis acceptable entre la dimension du champ exploré, le nombre de points analysés sur ce champ, et le temps d'acquisition en chaque point. Celui-ci doit être suffisant pour que la qualité des diagrammes obtenus soit acceptable, mais il ne doit pas conduire à un temps total d'expérience déraisonnable.

- **Représentation des résultats**

Trois types principaux de représentation des résultats sont disponibles :

- Les cartes : elle peuvent représenter les phases en présence, les joints et sous-joints d'un grain correspondant à un intervalle donné de désorientation, l'orientation locale, l'écart local à une orientation donnée...
- Les graphes de distribution : ils permettent de représenter diverses grandeurs telles que la distribution des tailles de grains, la distribution des désorientations associées aux diverses interfaces...
- Les figures de pôles et les fonctions de distribution des orientations : elles sont utilisées pour représenter la texture globale ou locale d'un échantillon.

# **Chapitre IV**

## **Résultats expérimentaux**



## 4. Résultats expérimentaux

Dans la section 4.1 sont présentés les résultats des études rhéologiques et microstructurales dans le domaine des faibles déformations ( $\varepsilon < 1$ ). En effet, pour ce domaine de déformation, les mécanismes de recristallisation dynamique continue ne font que commencer et ont un impact encore limité sur la microstructure déformée. Les grains initiaux sont encore presque tous présents et sont aplatis par la déformation. La recristallisation dynamique géométrique se produit dans ce domaine de déformation et se manifeste par la présence d'ondulations des joints de grains. La présence d'une texture marquée est à noter.

La section suivante 4.2 est consacrée aux domaines des grandes déformations ( $\varepsilon > 10$ ) où la recristallisation dynamique continue se produit et conduit au régime stationnaire. Des études rhéologiques et microstructurales sont présentées. Ces études sont indispensables car la connaissance des paramètres comme la contrainte d'écoulement stationnaire ou encore la taille de cristallites en régime stationnaire est requise pour la modélisation.

Enfin, la section 4.3 est consacrée à l'étude des microtextures et des désorientations de parois à faibles déformations. Une étude complète d'analyse de texture, statistique et quantitative, n'a pas pu être réalisée, mais nous présentons une analyse d'un domaine local, choisi au centre de l'échantillon et représentant quelques dizaines de grains. En effet, il a fallu choisir cette échelle pour l'analyse des microstructures. Cette échelle ne convient pas pour analyser la texture globale de l'échantillon, cependant, elle rend compte qualitativement de l'orientation préférentielle des grains pendant la déformation.

## 4.1. Etude de l'alliage Ti-17 aux faibles déformations (compression uniaxiale)

### 4.1.1. Rhéologie de l'alliage Ti-17 ( $\varepsilon \approx 1$ )

#### 4.1.1.1. Plan d'essai

Le tableau 6 regroupe les essais de compression uniaxiale réalisés. La gamme de température comprise entre 885 °C et 945 °C a été choisie par rapport à la température de forgeage chez Snecma et par rapport à la température de transus  $\beta$  de l'alliage.

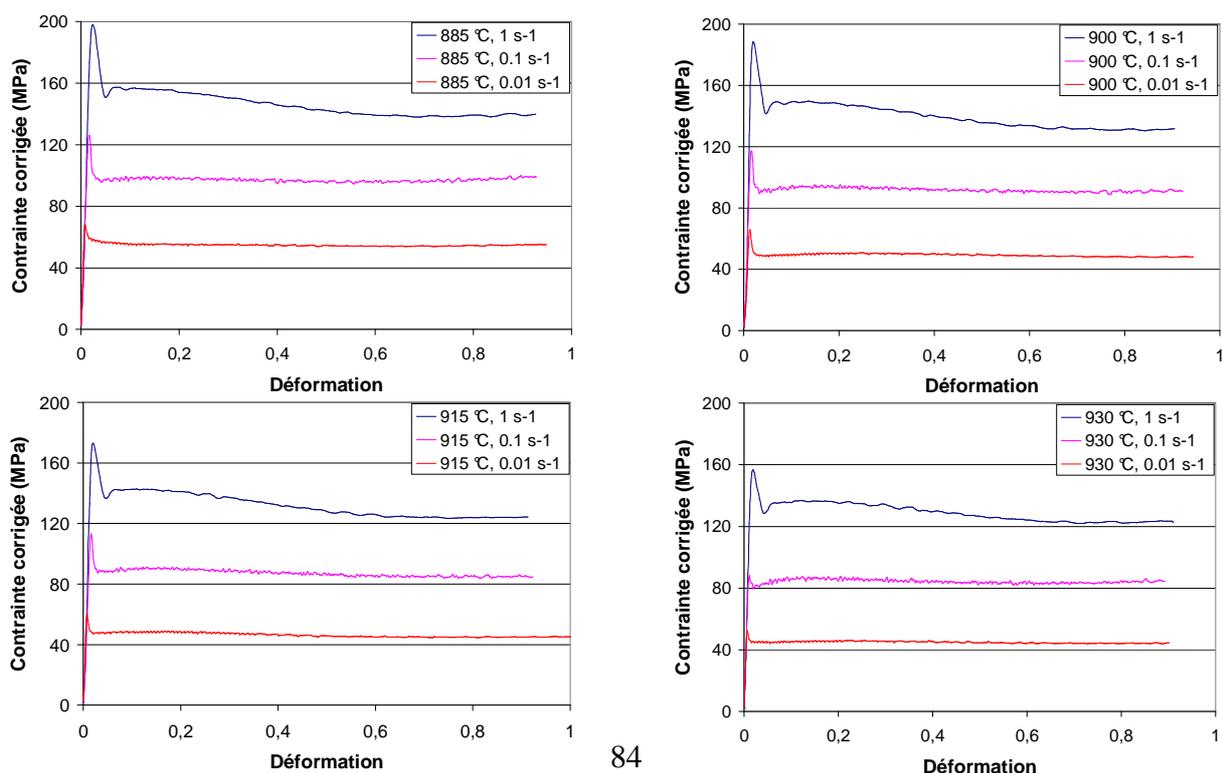
**Tab. 6.** Essais de compression uniaxiale réalisés

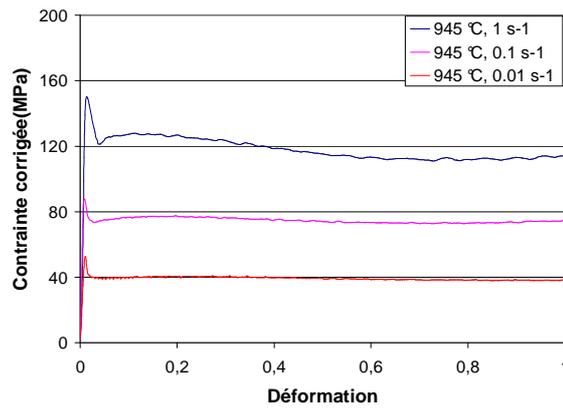
	885 °C	900 °C	915 °C	930 °C	945 °C
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	1	1	1	1	1
$3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$			1		
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	1	1	3*	1	1
$3 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$			1		
$1 \text{ s}^{-1}$	1	1	1	1	1

\* Un essai à four coupé et un essai avec refroidissement air

#### 4.1.1.2. Courbes contrainte-déformation de l'alliage Ti-17 en compression uniaxiale dans le domaine $\beta$

La figure 53 présente les courbes contrainte-déformation de l'alliage Ti-17 à différentes températures dans le domaine  $\beta$  et pour trois vitesses de déformation ( $0.01 \text{ s}^{-1}$ ,  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \text{ s}^{-1}$ ). Les contraintes sont corrigées de l'effet du frottement (Fig. 43). Après l'étude des courbes contrainte-déformation, la microstructure est observée par microscopie optique et par microscopie à balayage couplée à l'EBS.





**Fig. 53.** Courbes contrainte-déformation en compression de l'alliage Ti-17 jusqu'à  $\varepsilon = 1$

Les courbes contrainte-déformation obtenues sont typiques des alliages de titane en phase  $\beta$ . Elles présentent tout d'abord un pic caractéristique, lié certainement à l'ancrage des dislocations par les atomes de solutés, éléments durcissants. L'alliage Ti-17 n'est pas le seul à présenter un tel pic, l'alliage BêtaCez [Chaussy, 1996] et l'alliage Ti-10-2-3 [Girion, 1995] présentent le même pic initial. Il est difficile de corréler l'importance de ce pic et la vitesse de déformation. Néanmoins, plus la vitesse est élevée, plus le pic semble important.

Un affaiblissement apparent de la contrainte est observable, juste après le pic initial (c'est un artefact de la machine), suivi d'un lent adoucissement conduisant à un état quasi-stationnaire dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante. En fait, le régime stationnaire est réellement atteint pour des déformations assez élevées, de l'ordre de  $\varepsilon = 20$ , obtenues à l'aide d'essais de torsion (cf. § 4.2).

On observe également que plus la température augmente plus la contrainte diminue et plus la vitesse de déformation est élevée, plus la contrainte est élevée (Tab. 7).

Les paramètres, souvent notés  $h$  (*hardening*=écrouissage) et  $r$  (*recovery*=restauration) doivent être déterminés dans le domaine des déformations modérées, avant que les effets de la recristallisation dynamique n'interviennent. Ainsi, dans le cas d'un matériau donnant lieu à la recristallisation dynamique discontinue, qui débute un peu avant la déformation  $\bar{\varepsilon}_M$  correspondant au maximum de la contrainte, on se limite (par exemple) au domaine  $\bar{\varepsilon} < (5/6)\bar{\varepsilon}_M$ .

On notera que non seulement les valeurs numériques, mais aussi la dimension des paramètres  $h$  et  $r$  dépendent de la loi choisie pour décrire le comportement du matériau. Les relations couramment utilisées, telles que les lois de Kocks-Mecking ou de Laasraoui-Jonas, conduisent à une expression simple de la contrainte d'écoulement stationnaire  $\sigma_\infty$  en fonction de  $h$  et  $r$ . Toutefois la contrainte  $\sigma_\infty$  n'est pas connue : elle ne serait observée effectivement qu'en l'absence de recristallisation dynamique et ne s'identifie pas à la contrainte d'écoulement stationnaire réelle  $\sigma_s$ . Les paramètres  $h$  et  $r$  doivent donc être déterminés par ajustement numérique direct sur les courbes expérimentales.

Le problème réside dans le fait que ces courbes ne présentent pas de domaine d'écroutissage. Il est donc impossible de déterminer ces paramètres de cette façon. Une alternative consiste à utiliser l'essai de torsion et le modèle pour approcher les valeurs de  $h$  et  $r$  (cf. § 4.2.1).

- **Contraintes d'écoulement maximales**

Le tableau 7 et le tableau 8 présentent les valeurs de contraintes maximales d'une part et les contraintes stationnaires d'autre part, en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

**Tab. 7.** Valeurs des contraintes d'écoulement maximum (en MPa) en fonction de la température et de la vitesse de déformation de l'essai

	885 °C	900 °C	915 °C	930 °C	945 °C
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	66	64	59	52	50
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	126	117	113	89	87
$1 \text{ s}^{-1}$	198	187	172	157	149

Les valeurs de ces contraintes augmentent progressivement quand la vitesse de déformation augmente et diminuent quand la température augmente.

- **Contraintes d'écoulement quasi-stationnaires**

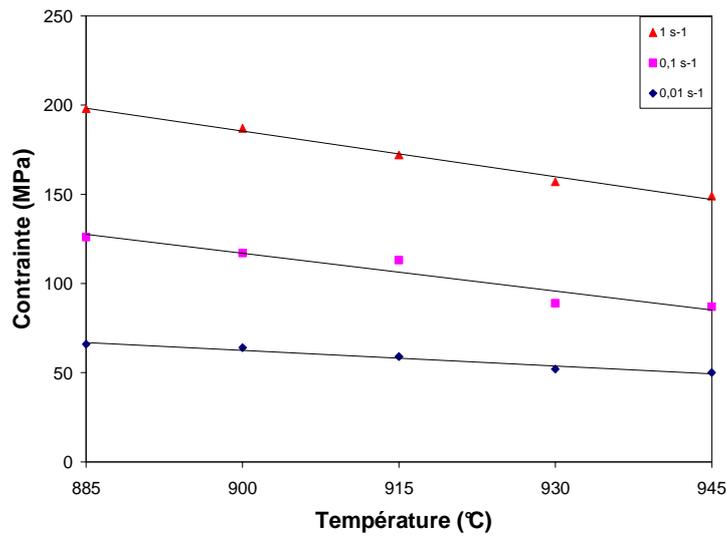
**Tab. 8.** Valeurs des contraintes d'écoulement quasi-stationnaires (en MPa) en fonction de la température et de la vitesse de déformation de l'essai

	885 °C	900 °C	915 °C	930 °C	945 °C
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	55	48	46	45	38
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	99	91	85	84	75
$1 \text{ s}^{-1}$	140	132	124	122	113

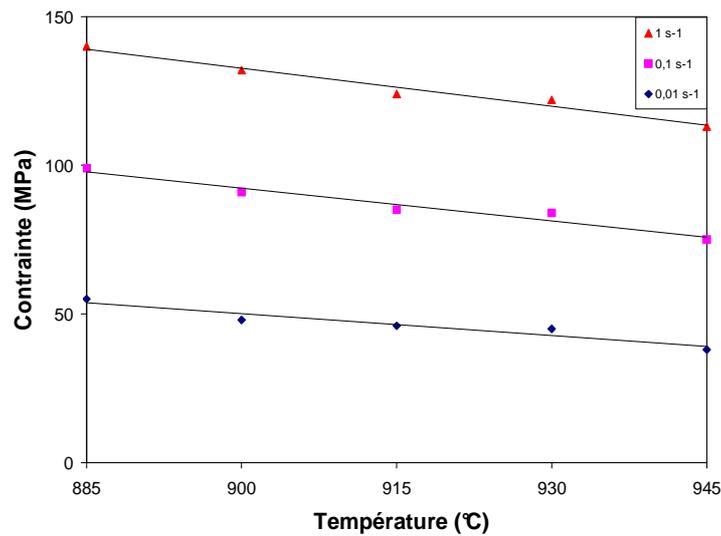
Les contraintes d'écoulement quasi-stationnaires sont obtenues pour une déformation voisine de  $\varepsilon=1$ . Les valeurs de ces contraintes augmentent progressivement quand la vitesse de déformation augmente et diminuent quand la température augmente.

Plus la vitesse de déformation est élevée, plus les dislocations sont nombreuses et durcissent le matériau, ce qui explique l'augmentation de la contrainte. De plus, à ces vitesses de déformation, les dislocations ont moins de temps pour se réarranger (restauration dynamique) ce qui contribue également à une valeur plus élevée de la contrainte.

Cependant, quand la température augmente, la restauration dynamique est plus active, les dislocations se réarrangent plus rapidement pour former des sous-joints, par conséquent, les valeurs des contraintes diminuent.



**Fig. 54.** Diagramme contrainte maximale-température à trois vitesses de déformation

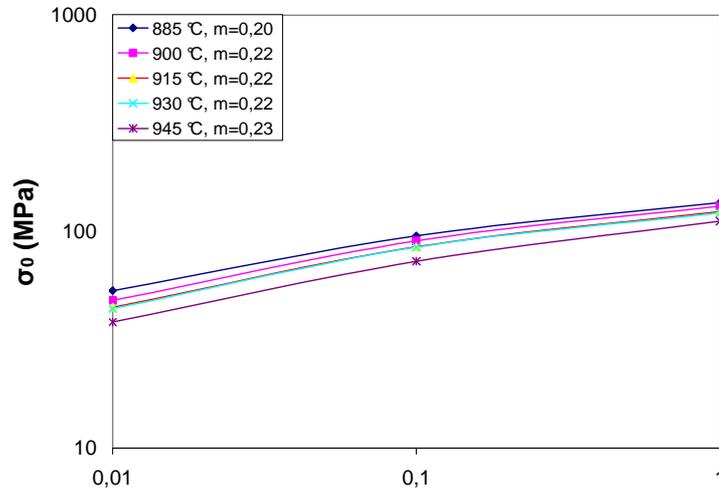


**Fig. 55.** Diagramme contrainte stationnaire-température à trois vitesses de déformation

D'après la théorie de l'activation thermique, les points représentant les contraintes pour chaque température évoluent selon une exponentielle décroissante. Compte tenu de la fenêtre restreinte de température et de la dispersion expérimentale, une simple régression linéaire est faite pour les 5 points (Fig. 54 et Fig. 55). Les pentes des droites vont dans le bon sens, c'est-à-dire, que plus la température est élevée, plus la contrainte (maximale ou stationnaire) diminue. On observe également que plus la vitesse de déformation est élevée, plus la pente est importante.

### 4.1.1.3. Calcul des paramètres rhéologiques

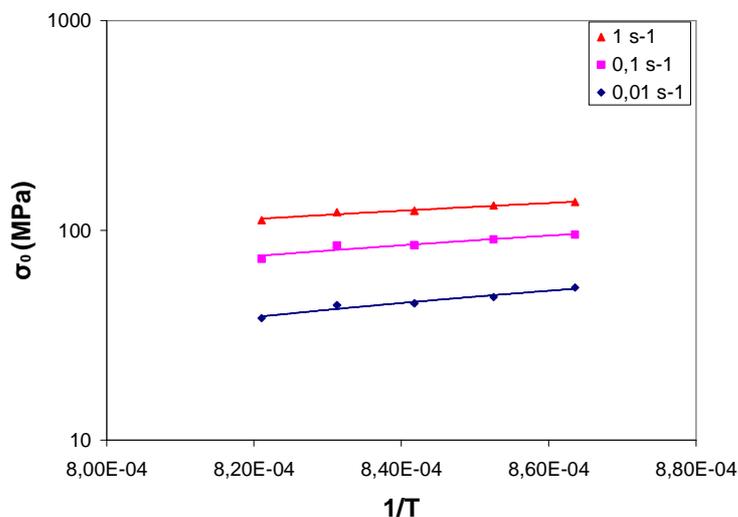
Les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse  $m$  (éq. 35) et de l'énergie d'activation apparente  $Q$  (éq. 36) sont calculées à l'aide des courbes présentées figures 56 et 57.



**Fig. 56.** Diagramme  $\sigma_0 - \dot{\epsilon}$  utilisé pour la détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse  $m$  à différentes températures à  $\epsilon = 1$

La valeur du coefficient  $m$  au régime stationnaire est influencée par l'auto-échauffement dans le cas des fortes vitesses de déformations. Une régression linéaire est donc faite sur chacun des trois intervalles obtenus et donne un coefficient  $m$  moyen sur les vitesses de déformation. Ensuite, une seconde moyenne est faite regroupant les différentes températures. On obtient ainsi un coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m_{\text{moyen}} = 0,22$ .

La figure 57 montre le diagramme utilisé pour la détermination des valeurs de l'énergie d'activation apparente  $Q$  de l'alliage Ti-17 pour  $\epsilon = 1$  (cf. Tab. 9).



**Fig. 57.** Détermination de l'énergie d'activation apparente  $Q$  pour  $\epsilon = 1$

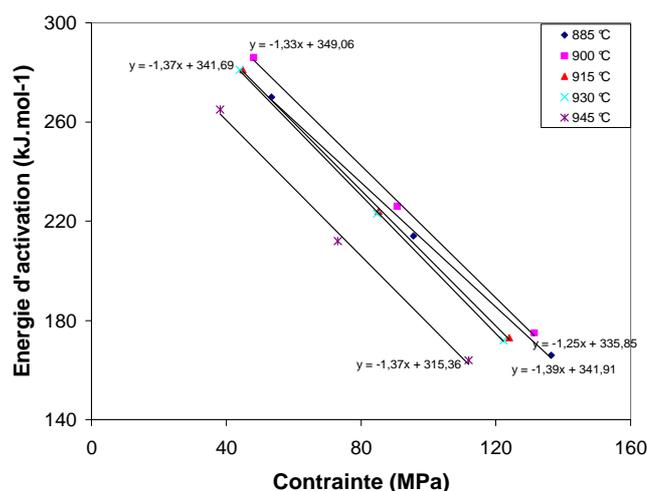
**Tab. 9.** Tableau regroupant les énergies d'activation apparentes associées à  $\varepsilon = 1$ 

$\dot{\varepsilon}$ ( $s^{-1}$ )	$Q_{\text{compression}}$ ( $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ )
$10^{-2}$	270
$10^{-1}$	214
1	166

On détermine ainsi  $Q_{\text{moy}}=217 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que celle données par Dajno [1991] qui donnait une valeur de  $Q=204 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour l'alliage BêtaCez dans le domaine monophasé pour une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$ . Dans les mêmes conditions, il donne une valeur de  $Q=180 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour le TA6V. Girinon [1999] donne un coefficient  $m = 0,22$  et une valeur de  $Q=250 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al pour une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$ .

Chaussy [1996] donne un coefficient  $m = 0,19$  pour l'alliage BêtaCez pour une vitesse de déformation de  $10^{-1} s^{-1}$  et une déformation de  $\varepsilon = 1,2$ .

#### 4.1.1.4. Détermination de l'aire d'activation [Kocks et al., 1975]

**Fig. 58.** Détermination de l'aire d'activation

On utilise le calcul suivant :

$$Q = Q_0 - \sigma bA$$

$$\Rightarrow bA = \frac{Q - Q_0}{\sigma} = 1,34 \times \frac{10^3 (\text{J})}{10^6 (\text{Pa})} \text{ m}^3 / \text{mol}$$

$$\Rightarrow bA = 1,34 \times 10^{-3} \text{ m}^3 / \text{mol}$$

$$\Rightarrow bA = 1,34 \times 10^{27} \text{ \AA}^3 / \text{mol}$$

$$\Rightarrow bA = \frac{1,34 \times 10^{27}}{N} = \frac{1,34 \times 10^{27}}{6,02 \times 10^{23}} \approx 2226 \text{ \AA}^3 / \text{atome}$$

$$A = \frac{2226}{2,8} \approx 800 \text{ \AA}^2 \approx 100 \text{ b}^2$$

bA représente le volume d'activation, c'est la pente moyenne des droites.

b représente le vecteur de Burgers ( $|b| = 2,8 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ ) [Frost & Ashby, 1982]

A représente l'aire moyenne balayée par les dislocations pendant le franchissement d'un obstacle. Le résultat obtenu est comparable à la plage observée par divers auteurs dans le Ti- $\alpha$ . Ils obtiennent une aire comprise entre 50 et 100 b<sup>2</sup> [Naka, 1988] et [Farenc, 1995].

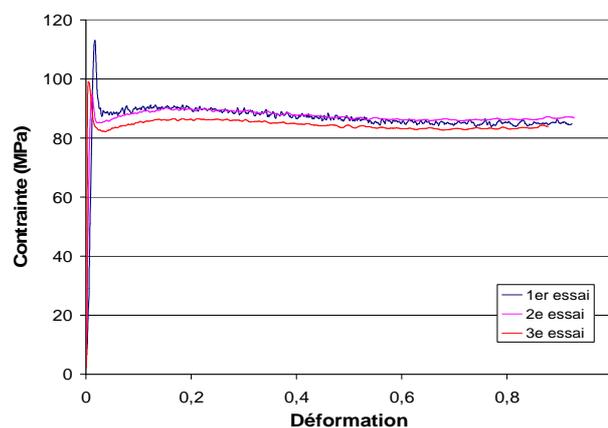
#### 4.1.1.5. Reproductibilité et répétabilité des essais de compression

Il convient de ne pas confondre reproductibilité et répétabilité. La reproductibilité est la proximité de l'accord entre les résultats des mesures d'une même grandeur dans le cas où les mesures individuelles sont effectuées au moyen de différents instruments, suivant diverses méthodes, par des opérateurs distincts en des temps et des lieux différents.

La répétabilité concerne la même mesure, effectuée selon la même procédure, avec le même appareillage, par la même personne, en un même lieu et en un temps court vis-à-vis de la durée d'une mesure [Site internet 1].

Dans notre étude, la répétabilité a été évaluée en effectuant deux expériences identiques avec la machine de compression, au cours de la même journée.

La reproductibilité est mesurée en effectuant ce même essai sur la même machine de compression mais à deux mois d'intervalle des deux précédents essais. Les résultats sont donnés par la figure 59.



**Fig. 59.** Etude de la reproductibilité et de la répétabilité d'un essai

Le premier essai est l'essai étalon, le deuxième essai a été effectué le même jour dans les mêmes conditions et le troisième essai a été effectué deux mois après.

On peut conclure que ces essais sont reproductibles, bien qu'ils aient tous les trois été effectués dans le même laboratoire. L'incertitude maximale entre deux essais est de 10 MPa.

#### 4.1.2. Microstructures des états déformés en compression uniaxiale sans maintien et aux faibles déformations ( $\varepsilon \approx 1$ )

L'étude des microstructures permet d'étudier la morphologie des grains et des sous-grains, c'est-à-dire leur forme, mais aussi la distribution de taille de ces structures.

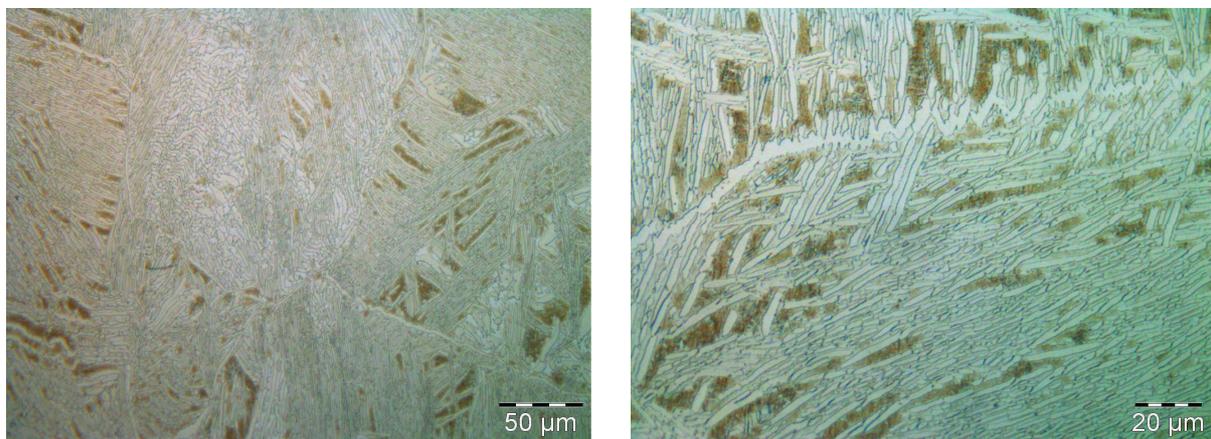
L'approche des microstructures permet également d'appréhender la topologie, c'est-à-dire la distribution spatiale des grains et leur nombre de voisins.

La microscopie optique nous permet de visualiser tous ces paramètres *de position*.

L'analyse EBSD nous donnera des informations complémentaires sur les désorientations internes et sur l'évolution de la fragmentation des grains initiaux et concerne plus particulièrement les paramètres *d'orientation* traités dans la partie études microtexturales (§ 4.3).

##### 4.1.2.1. Microstructure de l'alliage à l'état brut de livraison

Sur la figure 60, on peut observer la microstructure de l'alliage Ti-17 à l'état brut de livraison c'est-à-dire sans aucune déformation et aucun traitement thermique, en fait l'état de base de l'ébauche, issue de la billette de départ.

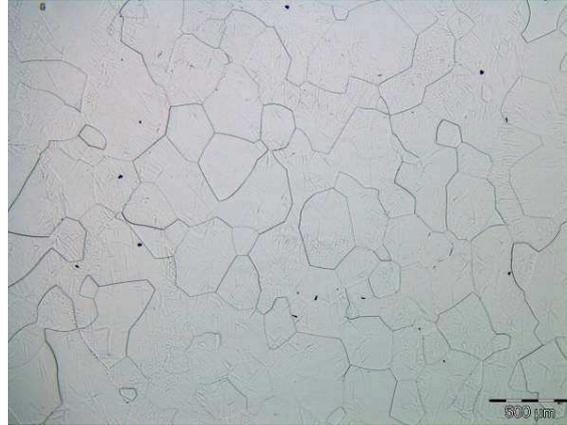


**Fig. 60.** Microstructures de l'état brut de livraison observés en microscopie optique pour deux grossissements

Des structures de Widmanstätten sont présentes avec des lamelles alpha, bien visibles sur la figure. L'attaque chimique, trop puissante, a détérioré certaines zones, celles qui apparaissent en brun.

#### 4.1.2.2. *Microstructure initiale de l'alliage*

Sur la figure 61, on peut observer la microstructure de l'état initial de l'alliage Ti-17, c'est-à-dire porté au-delà du transus pendant 10 min, juste avant la déformation par compression uniaxiale.

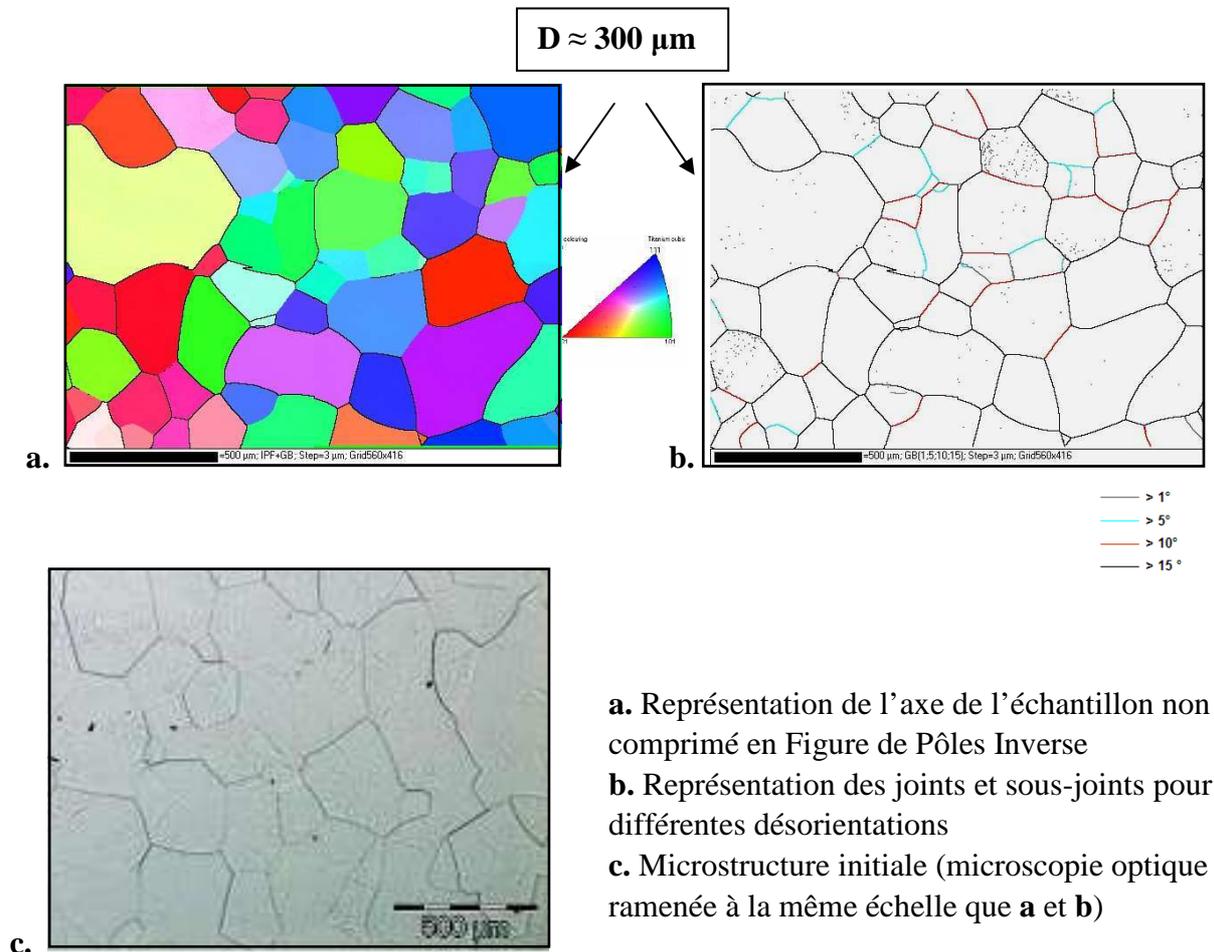


**Fig. 61.** Microstructure initiale de l'alliage Ti-17 porté en température à 915 °C et sans déformation observé en microscopie optique (état initial)

Les grains sont équiaxes et ont une taille d'environ 300 µm. Cet état est entièrement recristallisé. Nous pouvons considérer que le matériau est morphologiquement isotrope.

Les microstructures (a) et (b) ci-dessous, obtenues par analyse EBSD, donnent une moyenne de taille de grains initiale (a) mais aussi la distribution de désorientation des parois.

Les microstructures (a) et (b) sont ensuite comparées à la microstructure (c) obtenue par microscopie optique (Fig. 62).



**Fig. 62.** Microstructures de l'état initial (maintien de 10 min à 915 °C)

La microstructure (a) ne montre pas de texture marquée, elle présente les 3 directions cristallographiques de façon aléatoire, le matériau est donc globalement isotrope. On relève également la présence de quelques parois de faible désorientation (Fig. 62.b). La taille de grain moyenne donnée par le logiciel hkl est d'environ 300  $\mu$ m ce qui est cohérent avec la taille de grain obtenue par micrographie optique (Fig. 62.c). Les états initiaux après 10 min de maintien aux autres températures (885 °C et 945 °C) ont été caractérisés de la même manière.

**Tab. 10.** Valeurs des tailles de grain initiales moyennes en microscopie optique

	885 °C	915 °C	945 °C
Taille de grain initiale ( $\mu\text{m}$ )	200	300	400

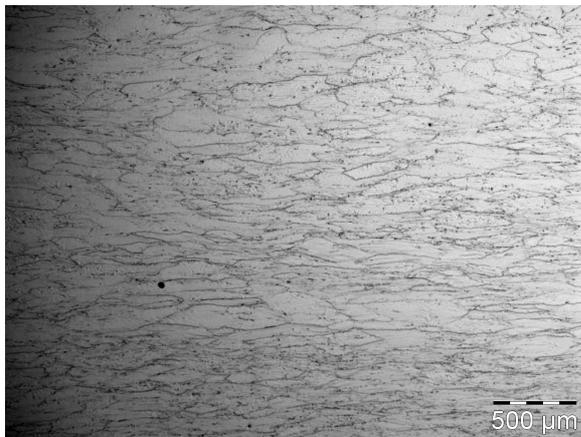
Les grains sont équiaxes et ont une taille comprise entre 200 et 400  $\mu\text{m}$ . Cet état est entièrement recristallisé. Nous pouvons considérer que le matériau est morphologiquement isotrope. La taille de grain augmente avec la température.

#### 4.1.2.3. Observation des états déformés de l'alliage Ti-17 observés par microscopie optique

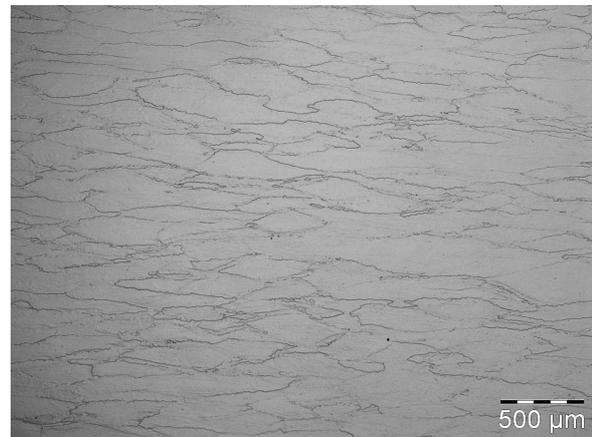
- **Influence de la température**

Les micrographies présentées sur la figure 63 correspondent à deux essais effectués à deux températures différentes et à même vitesse de déformation et pour une même déformation.

↓ Compression



**a.**  $T = 885\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$



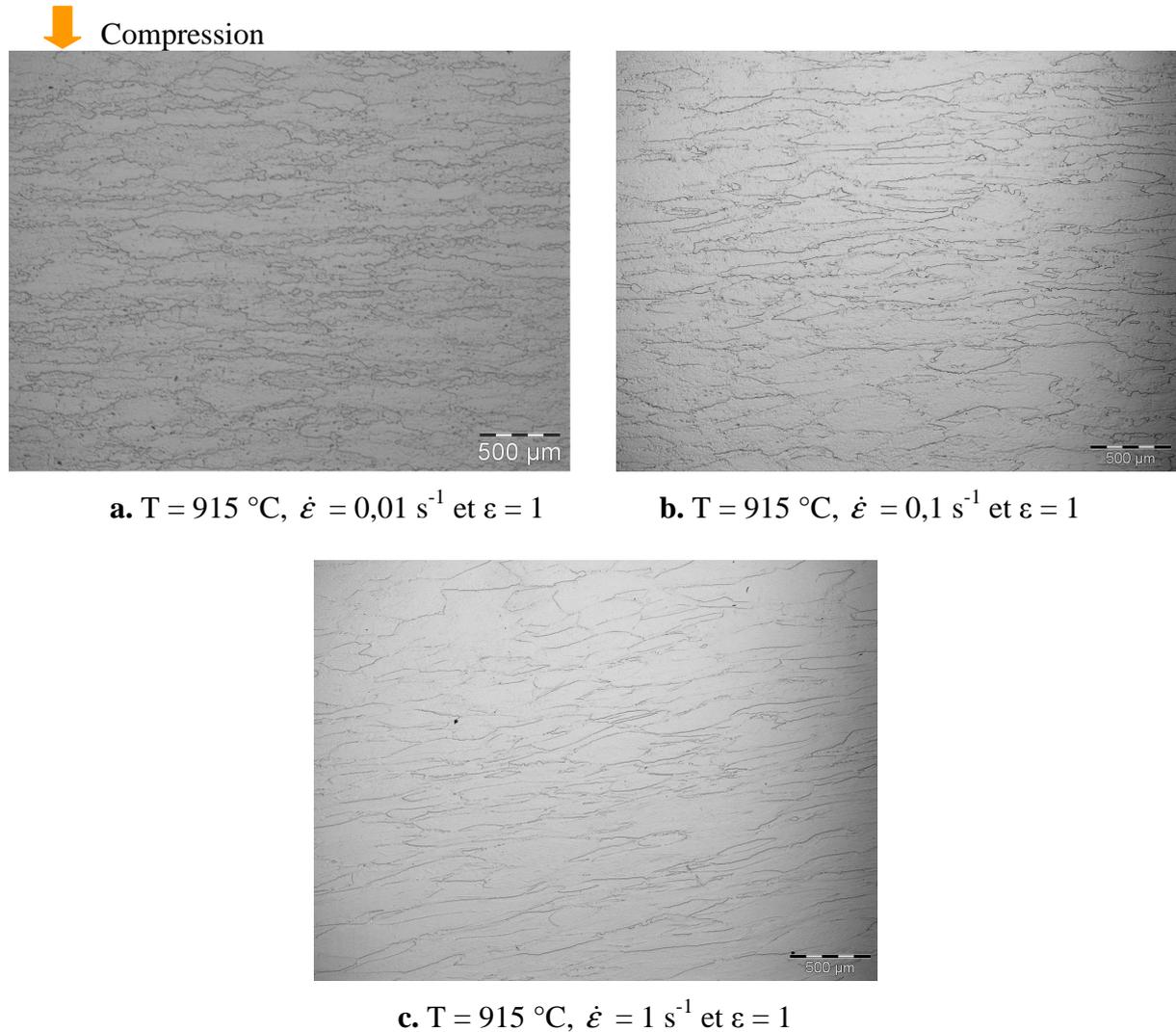
**b.**  $T = 930\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

**Fig. 63.** Microstructures de Ti-17 obtenues par essais de compression à  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et deux températures d'essai

Plus la température est élevée, moins les grains sont aplatis. Cette variation d'épaisseur peut s'expliquer par la migration des joints de grains sur des distances d'autant plus importantes que la température d'essai est élevée. En effet, plus la température est élevée, plus la mobilité est importante et plus les joints migrent rapidement. Ces micrographies montrent également l'apparition de cristallites aux points triples ainsi que des serrations peu marquées, dues à une vitesse de déformation moyennement élevée ( $0,1\text{ s}^{-1}$ ).

- **Influence de la vitesse de déformation**

Les micrographies présentées sur la figure 64 correspondent à trois essais de compression uniaxiale effectués à la température de 915 °C, à trois vitesses de déformation et pour une même déformation nominale  $\epsilon = 1$ .



**Fig. 64.** Micrographies de Ti-17 obtenues après essais de compression à 915 °C à trois vitesses de déformation

Après une faible déformation ( $\epsilon = 1$ ), la microstructure est composée de grains initiaux aplatis et délimités par des parois à forte désorientation, les joints de grains. L'effet de la vitesse de déformation est visible. Pour les faibles vitesses, les grains sont encore épais et présentent des serrations. Pour des vitesses plus fortes, les grains sont plus aplatis. Cette variation d'épaisseur peut s'expliquer par la migration des joints de grains sur des distances d'autant plus importantes que l'essai dure plus longtemps. Quand la durée de la déformation est faible, les joints de grains n'ont pas le temps de former des serrations.

Ces dernières sont provoquées par la présence des sous-grains. Ainsi, au cours de la déformation, un nombre croissant de sous-grains sont adjacents aux joints et possèdent au moins une facette à forte désorientation.

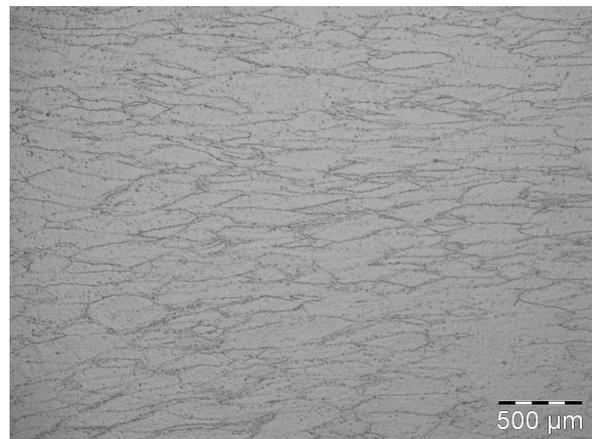
Lorsque l'épaisseur est réduite à environ deux fois la taille des sous-grains, certains grains subissent un pincement et se fragmentent. Ce phénomène est le mécanisme de recristallisation dynamique géométrique (RDG) (cf. ch.2., § 2.5.2). Il a été décrit pour la première fois par MacQueen [1985] dans le cas de l'aluminium déformé en torsion.

- **Influence du mode de refroidissement**

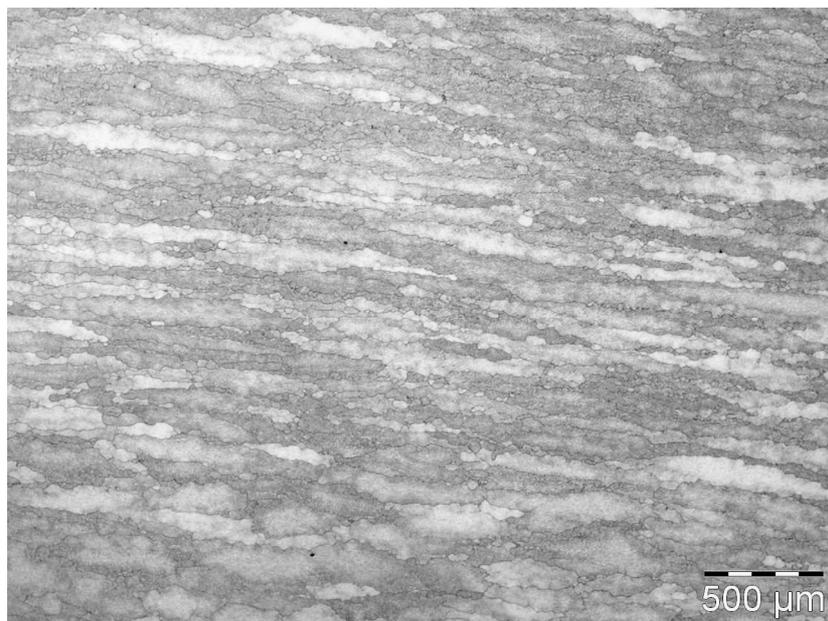
↓ Compression



**a.**  $T = 915\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$   
(refroidissement eau)



**b.**  $T = 915\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$   
(refroidissement air)



**c.**  $T = 915\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$   
(refroidissement four coupé)

**Fig. 65.** Influence du mode de refroidissement

Les trois modes de refroidissement ont chacun une cinétique différente. Le mode de refroidissement par eau (a) est le plus rapide. En effet, il est de l'ordre de 200 °C / s. Le mode de refroidissement par air est un peu plus lent mais finalement du même ordre de grandeur que le précédent car l'air atteint la surface de l'échantillon quasi immédiatement. Enfin, le refroidissement "four coupé" consiste à laisser l'échantillon sur le tas pendant que le four refroidit. C'est un mode de refroidissement lent de l'ordre de 1 °C / s.

On constate sur les micrographies (Fig. 65) que plus le refroidissement est lent, plus les effets post-dynamiques sont importants. Le refroidissement eau fige la structure rapidement. Les grains restent allongés et aplatis. Les joints de grains commencent à onduler et de nouveaux grains naissent de la recristallisation dynamique géométrique. Les grains sont dans l'état laissé par la recristallisation dynamique continue et géométrique.

En revanche, le refroidissement air est suffisamment lent pour laisser grossir les grains mais trop rapide pour créer de la phase  $\alpha$ .

Enfin, la cinétique de refroidissement est normalement assez lente pour laisser naître de la phase  $\alpha$ , ce qui est peu visible sur la micrographie (Fig. 65.c).

## Conclusion

Les différentes observations montrent que le matériau subit un début de processus de recristallisation dynamique géométrique (RDG) et de recristallisation dynamique continue (RDC) dans la gamme de températures de 885 à 945 °C et les vitesses de déformation testées, 0,01 s<sup>-1</sup>, 0,1 s<sup>-1</sup> et 1 s<sup>-1</sup>.

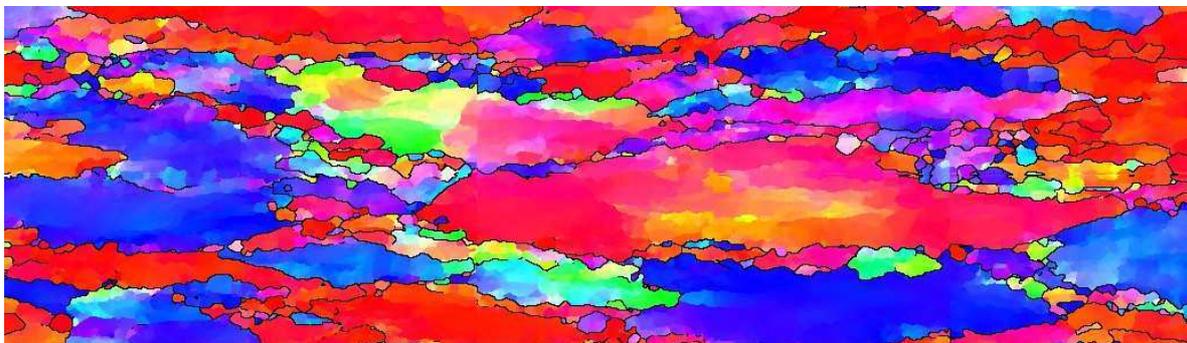
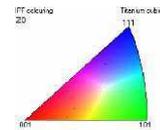
#### 4.1.2.4. Observation des états déformés de l'alliage Ti-17 observés par EBSD

[Montheillet et al., 2012]

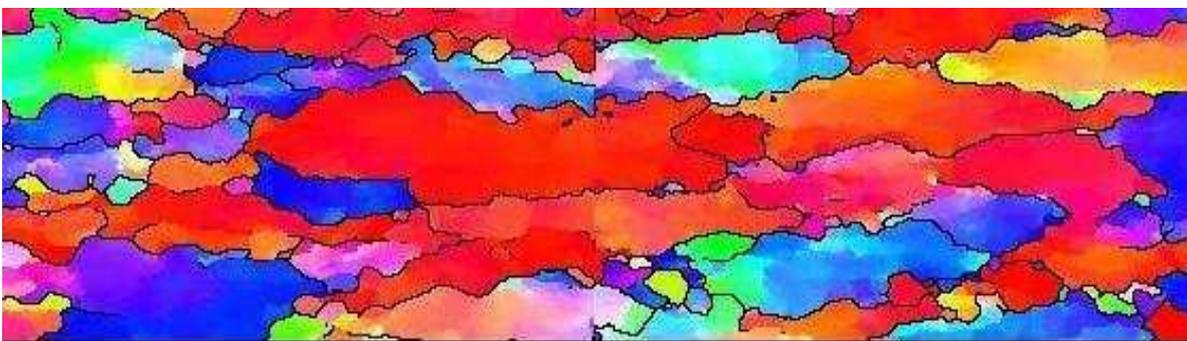
Les microstructures et les textures sont observées à l'aide de micrographies obtenues par analyse EBSD. Dans cette partie, seules les microstructures obtenues en compression uniaxiale sont analysées. Les informations recueillies donneront notamment des statistiques de taille de grain utiles à la modélisation.

- **Comparaison de deux essais à température différente**

Deux microstructures EBSD ont été obtenues à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  :



a. Essai à 885 °C



b. Essai à 945 °C

500  $\mu\text{m}$

**Fig. 66.** Comparaison de deux essais à même vitesse de déformation et deux températures différentes

Dans les deux cas (Fig. 66), on observe toujours une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  (rouge) et  $\langle 111 \rangle$  (bleu) et très peu de  $\langle 110 \rangle$  (vert). Des grains recristallisés apparaissent le long des joints de grains initiaux et au niveau des points triples.

Mais la différence majeure qui existe entre les deux microstructures réside dans la taille de grain. En effet, l'essai à 885 °C présente beaucoup de grains recristallisés relativement petits alors que l'échantillon déformé à 945 °C présente des grains recristallisés beaucoup plus gros. Les grains initiaux grossissent également par migration des joints de grains initiaux.

Ce phénomène est directement lié au facteur température, les grains grossissent d'autant plus vite que la température est plus élevée (cf. § 4.1.2.3), et au facteur *migration des joints* (cf. ch.4, § 5.1.6). Cela est vérifié de façon quantitative par la méthode des intercepts qui montrent une augmentation importante de l'épaisseur des grains. D'une épaisseur moyenne de 30  $\mu\text{m}$  pour l'essai à 885 °C, on passe à une épaisseur moyenne de 56  $\mu\text{m}$  pour l'essai à 945 °C (Tab. 11).

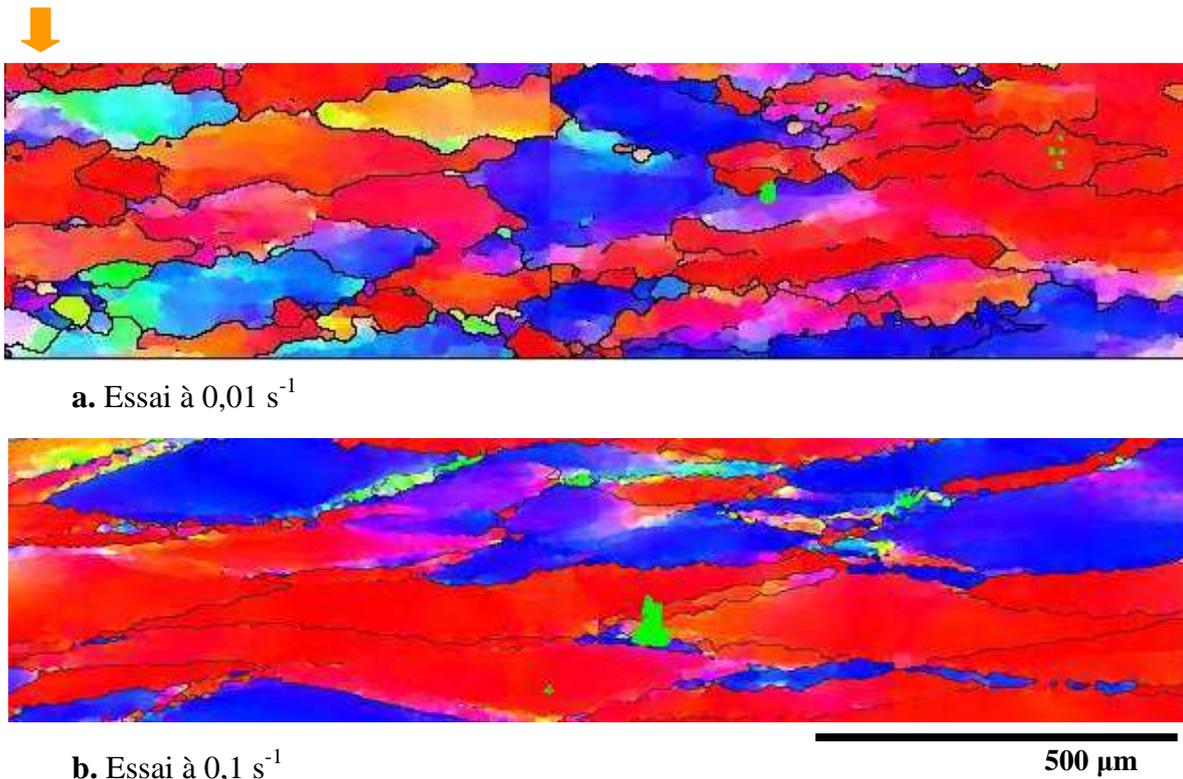
Les cartes en figures de pôle inverse (Fig. 66 et 67) donnent l'orientation cristallographique de l'axe de compression z (vertical sur la figure) par rapport aux axes cristallographiques.

L'analyse se borne ici à comparer et compléter les résultats obtenus en microscopie optique. Des serrations, c'est-à-dire des ondulations des joints de grains, se sont formées. Ce phénomène se produit pendant la déformation et correspond à une migration locale des joints.

Ces joints ondulent beaucoup, certains segments se sont refermés et ont formé de nouveaux grains, c'est la recristallisation dynamique géométrique (cf. ch.2, § 2.5.2)

- **Comparaison de deux essais à différentes vitesses de déformation**

Ci-dessous, deux microstructures EBSD obtenues à 930 °C :



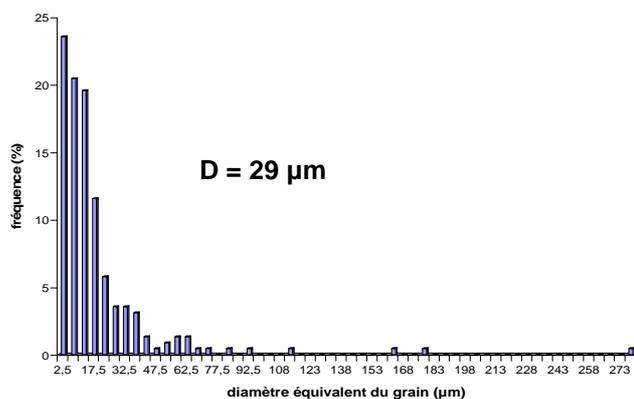
**Fig. 67.** Comparaison de deux essais à même température et à deux vitesses de déformation différentes

Dans les deux cas, on observe toujours une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  et très peu de  $\langle 110 \rangle$ . La figure 67.a présente des grains initiaux peu aplatis avec des joints ondulés (serrations) mais aussi des petits grains recristallisés au niveau des joints de grains initiaux. Par ailleurs, la figure 67.b montre des grains aplatis avec des joints relativement lisses et très peu de grains recristallisés par RDG.

Cette tendance est liée à la vitesse de déformation. En effet, pour une même déformation, plus la vitesse de déformation est élevée, plus les joints de grains ont une vitesse de migration importante mais moins ils ont le temps de migrer. Ces deux paramètres vont en sens opposé, mais c'est le temps de migration qui l'emporte. Par conséquent, pour une vitesse de déformation élevée, les joints de grains migrent sur une distance plus faible ; les grains restent aplatis, ne subissant que le mouvement de convection de la matière.

#### 4.1.2.5. Distribution de taille pondérée par la surface des grains

Une telle pondération permet de mieux prendre en compte les grains de taille plus importante. Afin d'estimer la taille des grains (entités entièrement délimitées par une paroi de forte désorientation  $\theta > 15^\circ$ ), la notion de « diamètre du cercle équivalent » (DCE) à savoir le diamètre d'un cercle ayant la même surface que le grain en question est utilisée. Cette mesure est intéressante dans le cas de grains refermés, équiaxes et à frontières régulières. Dans notre cas, les grains sont très aplatis mais cette méthode permet néanmoins d'estimer la taille des structures.

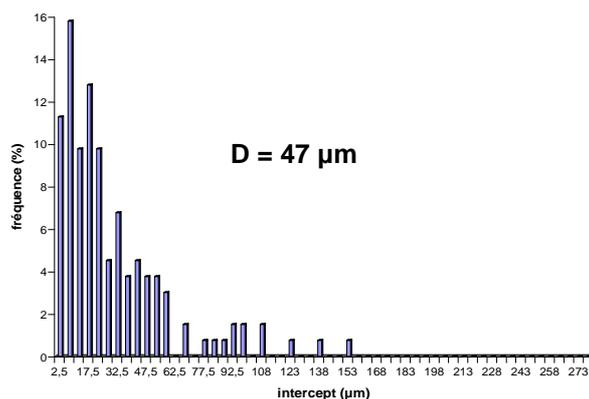


**Fig. 68.** Histogramme représentant le diamètre équivalent moyen des grains obtenu pour l'alliage Ti-17 à 885°C,  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

Pour chaque grain, le logiciel *hkl* associe un cercle de même surface que le grain. A chaque cercle correspond un diamètre. Le logiciel calcule la moyenne de tous les diamètres de ces cercles équivalents ; la figure 68 donne ainsi l'exemple d'un échantillon déformé à 885 °C et  $0,01 \text{ s}^{-1}$  associé à une taille de grain moyenne de **D = 29 µm**.

#### 4.1.2.6. Distance moyenne entre parois de forte désorientation

Le calcul se fait grâce à la méthode classique des intercepts. Cette mesure nous renseigne sur l'espacement entre tous les joints de grains présents dans la microstructure (Fig. 69). Elle constitue un autre moyen de caractérisation de taille, notamment en ce qui concerne la relation taille-propriétés mécaniques, car elle reflète la distance qu'une dislocation doit parcourir avant de rencontrer une paroi qui pourrait agir comme un obstacle à son mouvement.



**Fig. 69.** Histogramme représentant la distance moyenne entre joints de faible et de forte désorientation obtenu pour l'alliage Ti-17 à 885°C,  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

A l'avenir, la méthode des intercepts doit permettre d'évaluer l'espacement moyen entre les joints des grains déformés, c'est-à-dire les anciens grains, pas encore recristallisés. Le but de cette opération est d'estimer la vitesse de migration des joints de grains pendant la déformation.

**Tab. 11.** Tableau regroupant les différents paramètres calculés par le logiciel hkl à différentes températures

Type d'essai	"Grain size" (μm)	"Intercept" (μm)
885 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	29	47
900 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	41	50
915 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	45	52
930 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	47	54
945 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	49	56

Le tableau 11 montre l'augmentation de la taille de cristallite quand la température augmente.

**Tab. 12.** Tableau regroupant les intercepts calculés par le logiciel hkl à différentes vitesses de déformation

Type d'essai	"Intercept" ( $\mu\text{m}$ )
915 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	52
915 °C / 0.1 s <sup>-1</sup>	38
915 °C / 1 s <sup>-1</sup>	30
945 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	56
945 °C / 0.1 s <sup>-1</sup>	40
945 °C / 1 s <sup>-1</sup>	32

Le tableau 12 montre la diminution de l'intercept moyen quand la vitesse de déformation augmente. Ce phénomène est lié au temps de migration des joints.

Certains grains se fragmentent plus que d'autres. Le résultat est une distribution de taille de grains hétérogène qui rend difficile la détermination d'une moyenne caractéristique.

En particulier, l'importante variation de taille remet en question l'utilisation de la moyenne arithmétique habituelle. C'est pour cela qu'ont été utilisées deux méthodes différentes de façon à définir une taille de microstructure.

Dans les structures déformées, il existe de nombreuses parois de forte désorientation « ouvertes » et « fermées ». Ainsi les cristallites se composent d'un mélange de sous-joints et de joints de grains.

Les résultats obtenus en microscopie optique et en analyse EBSD sont conformes aux résultats attendus pour un alliage de titane. Les essais de compression ont permis de vérifier que les mécanismes mis en jeu lors de la déformation à chaud sont bien ceux de la recristallisation dynamique géométrique couplés à la recristallisation dynamique continue.

Les effets de la température ainsi que les effets de la vitesse de déformation sont notoires et vont dans le sens attendu.

Ces essais de compression ont plus généralement permis de construire des microstructures maîtrisées en simulant le forgeage dans des conditions contrôlées en température, en vitesse de déformation et en déformation, ces dernières étant comparables aux conditions de forgeage industrielles habituelles. Ils ont également permis d'obtenir des paramètres rhéologiques.

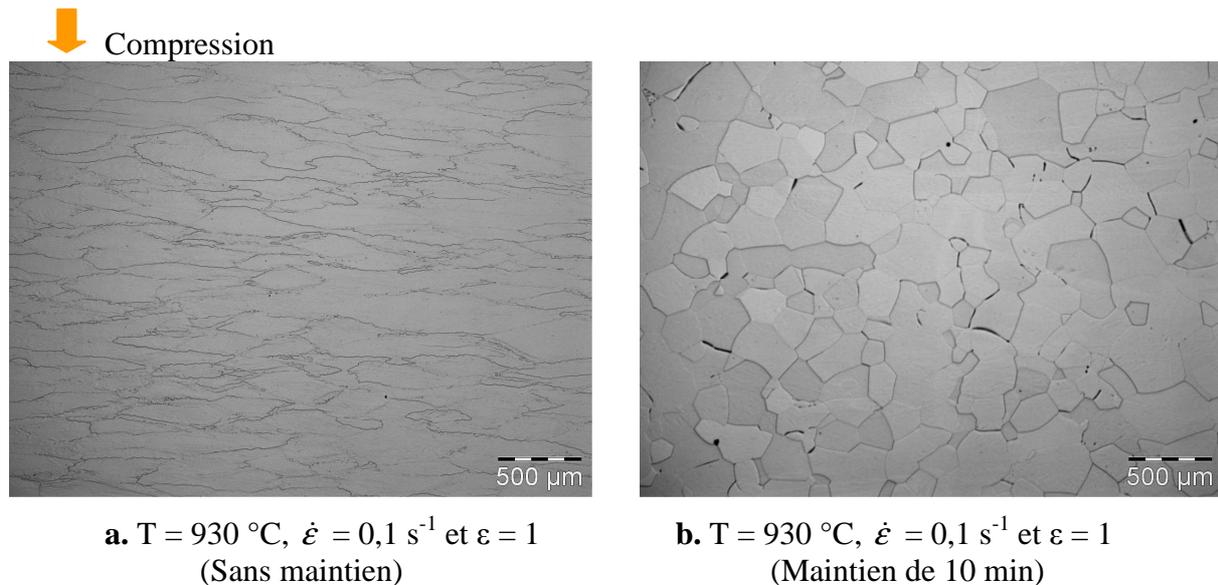
Ces essais permettent également une comparaison avec les essais de torsion, les chemins de déformations étant différents.

Par ailleurs, ces essais de compression vont permettre de quantifier la vitesse de migration des joints de grains, en s'appuyant sur la méthode des intercepts moyen. Cette méthode consiste à estimer l'intercept moyen des "anciens" grains déformés par compression uniaxiale à l'aide des cartographies EBSD existantes.

### 4.1.3. Microstructures des états déformés en compression uniaxiale avec maintien en température après déformation

Ces essais avec maintien ont été réalisés dans le but d'observer les effets post-dynamiques se produisant dans ce type de matériau.

Sur la figure 70 sont comparés un essai sans maintien et un essai avec maintien de 10 minutes.



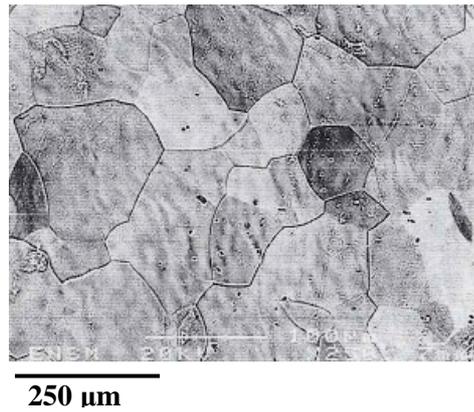
**Fig. 70.** Influence d'un maintien en température sur des micrographies optiques après compression uniaxiale

La recristallisation post-dynamique joue un rôle important après un maintien de 10 min. Dans le premier cas, sans maintien après déformation (Fig. 70.a), les grains sont très aplatis. Par contre, dans le second cas (Fig. 70.b), les grains observés sont quasiment équiaxes.

Chaussy [1996] a montré que pour l'alliage BêtaCez, pour une déformation de  $\epsilon = 1$ , une température de  $920\text{ °C}$  et un maintien de 10 min après déformation, la structure est totalement recristallisée (Fig. 71). D'après Chaussy, après une minute de maintien, les échantillons déformés à  $\epsilon = 1$  et à  $10\text{ s}^{-1}$  présentent des zones déjà entièrement recristallisées.

Pour le même alliage, Audrerie [1993] prévoit par modélisation de la fraction recristallisée métadynamiquement après un maintien de 1 minute à la température de déformation une fraction recristallisée de 30 %.

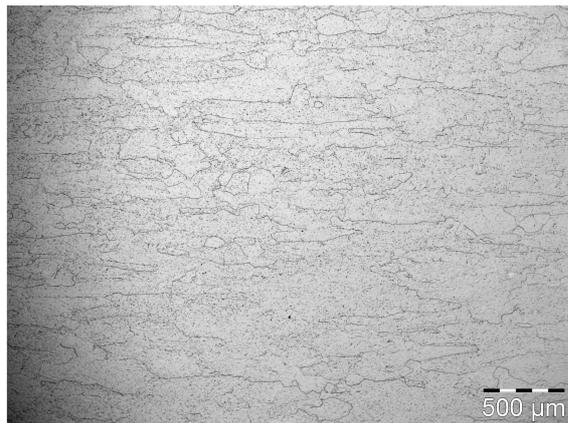
Ces résultats sont assez comparables à ceux de la figure 70 ; dans les deux cas, on a une structure entièrement recristallisée et une taille de cristallite moyenne de 200 à 300  $\mu\text{m}$ .



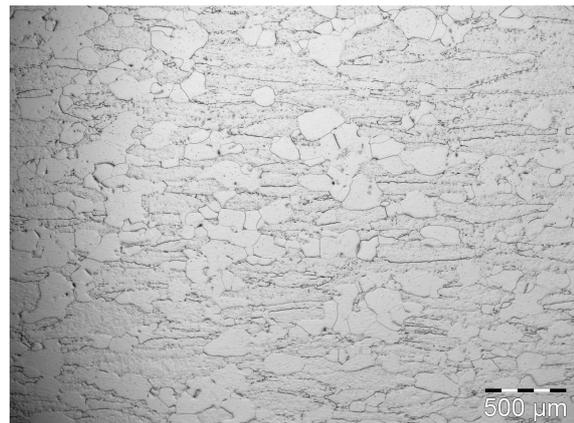
**Fig. 71.** Alliage BêtaCez déformé de  $\varepsilon = 1$  en compression uniaxiale à  $10 \text{ s}^{-1}$  à  $920 \text{ °C}$  après 10 min de maintien [Chaussy, 1996]

#### 4.1.3.1. Evolution de la microstructure en fonction du temps de maintien

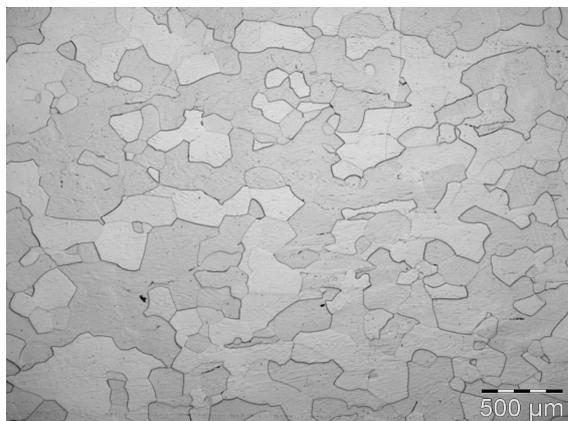
L'étude se porte maintenant sur la cinétique de recristallisation de l'alliage Ti-17 après déformation pour différents temps de maintien.



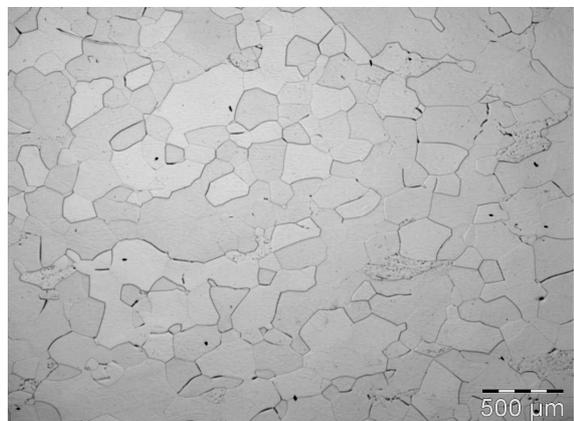
**a.**  $T = 945 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$   
(Maintien de 1 min)



**b.**  $T = 945 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$   
(Maintien de 2 min)



**c.**  $T = 945 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$   
(Maintien de 3 min)



**d.**  $T = 945 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\varepsilon = 1$   
(Maintien de 5 min)

**Fig. 72.** Influence du temps de maintien

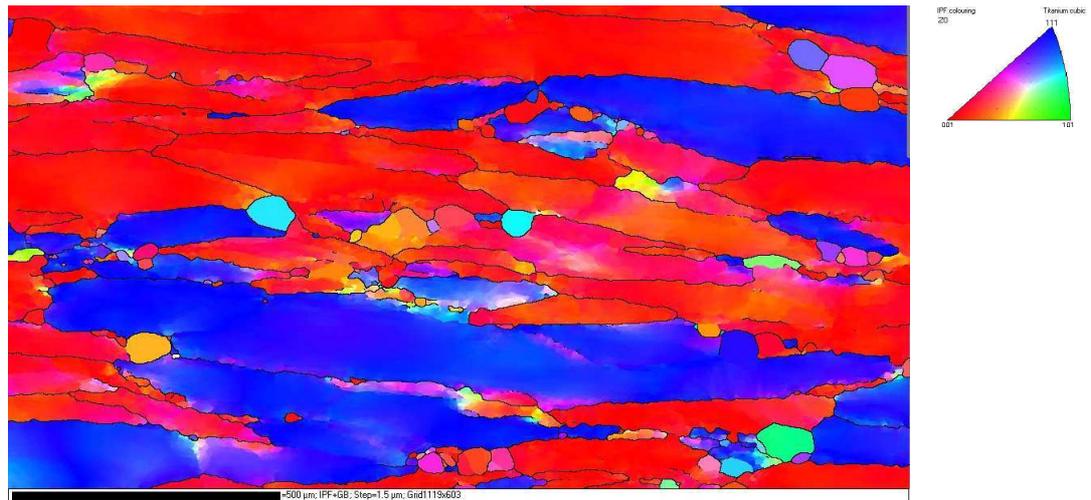
---

Au bout d'une minute, la recristallisation post-dynamique a déjà beaucoup agi. Des petits grains recristallisés sont apparus au niveau des joints de grains initiaux. En revanche, le taux de recristallisation est plus faible que les prédictions du modèle d'Audrerie [1993] (environ 10 % d'après comparaison avec des "microstructures type" fournies par Snecma). A partir de deux minutes, certaines zones sont déjà entièrement recristallisées et sont évaluées à environ 30 %. Au bout de 3 minutes, les grains initiaux ne sont presque plus visibles. La recristallisation post-dynamique a quasiment "effacé" la structure initiale au profit de nouveaux grains recristallisés. Beaucoup de zones sont entièrement recristallisées et d'autres zones sont en train de l'être. On évalue à 50 % le pourcentage de recristallisation pour un maintien de trois minutes.

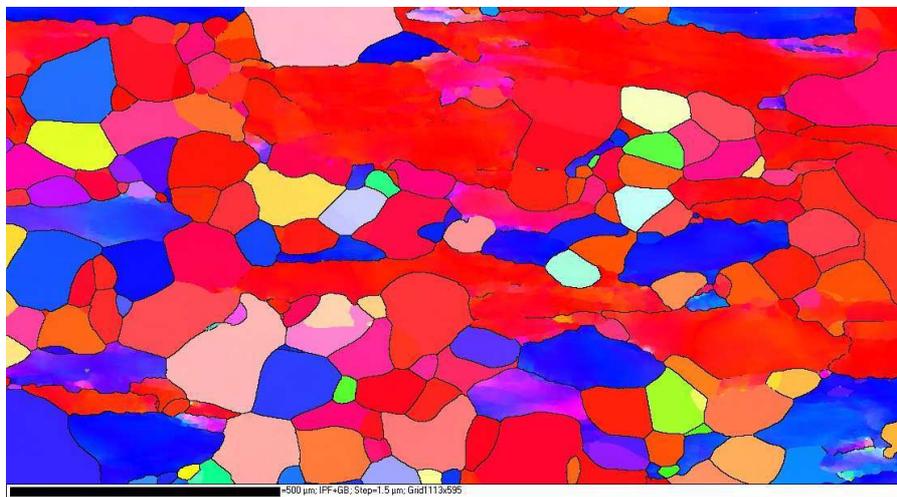
A partir de 5 min, la différence de recristallisation est moins grande. Beaucoup de zones sont recristallisées mais la révélation partielle des joints de grains ne permet pas d'être extrêmement précis sur l'aspect quantitatif.

Pour 10 min de maintien (Fig. 72), il est considéré que toutes les zones sont recristallisées, les grains sont tous équiaxes et ont une taille d'environ 300  $\mu\text{m}$ .

La cinétique de recristallisation post-dynamique dans l'alliage Ti-17 est un phénomène rapide et produit des nouveaux grains recristallisés "métadynamiquement" qui grossissent d'autant plus que le temps de maintien est long.



a. Essai à 900 °C avec maintien de 1 min



b. Essai à 900 °C avec maintien de 3 min

**Fig. 73.** Cartographies EBSD représentant deux essais à  $T = 900\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ ,  $\epsilon = 1$  et un temps de maintien en température différent

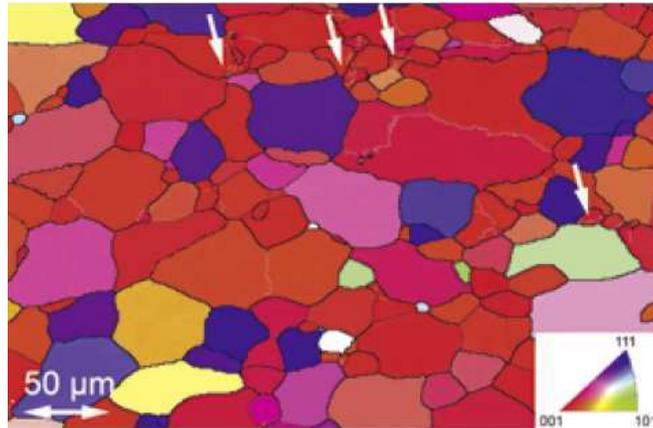
La figure 73 montre la cinétique de recristallisation post-dynamique de notre alliage Ti-17 après déformation à chaud. Au bout d'une minute de maintien, quelques germes ont commencé à croître et on peut estimer qu'ils représentent moins de 10 % du volume recristallisé. Au bout de trois minutes, la structure est fortement équiaxe et on peut estimer qu'ils représentent plus de 50 % du volume recristallisé.

Ces résultats obtenus par analyse EBSD confirment les premiers résultats obtenus en analyse optique (Fig. 72).

Il est difficile de caractériser une orientation préférentielle avec si peu de grains et seulement 3 minutes de maintien. On peut cependant voir que la fibre  $\langle 100 \rangle$  semble majoritaire au niveau des grains recristallisés.

Les travaux de Primig [2011] sur le molybdène montrent la microstructure et la texture résultant d'un maintien en température d'une heure à  $0,54 T_f$  (après déformation à  $0,52 T_f$ ) (Fig. 74).

Même si le nombre de grains représentés n'est pas important, il paraît évident que la fibre de texture majoritaire est la fibre  $\langle 100 \rangle$ .



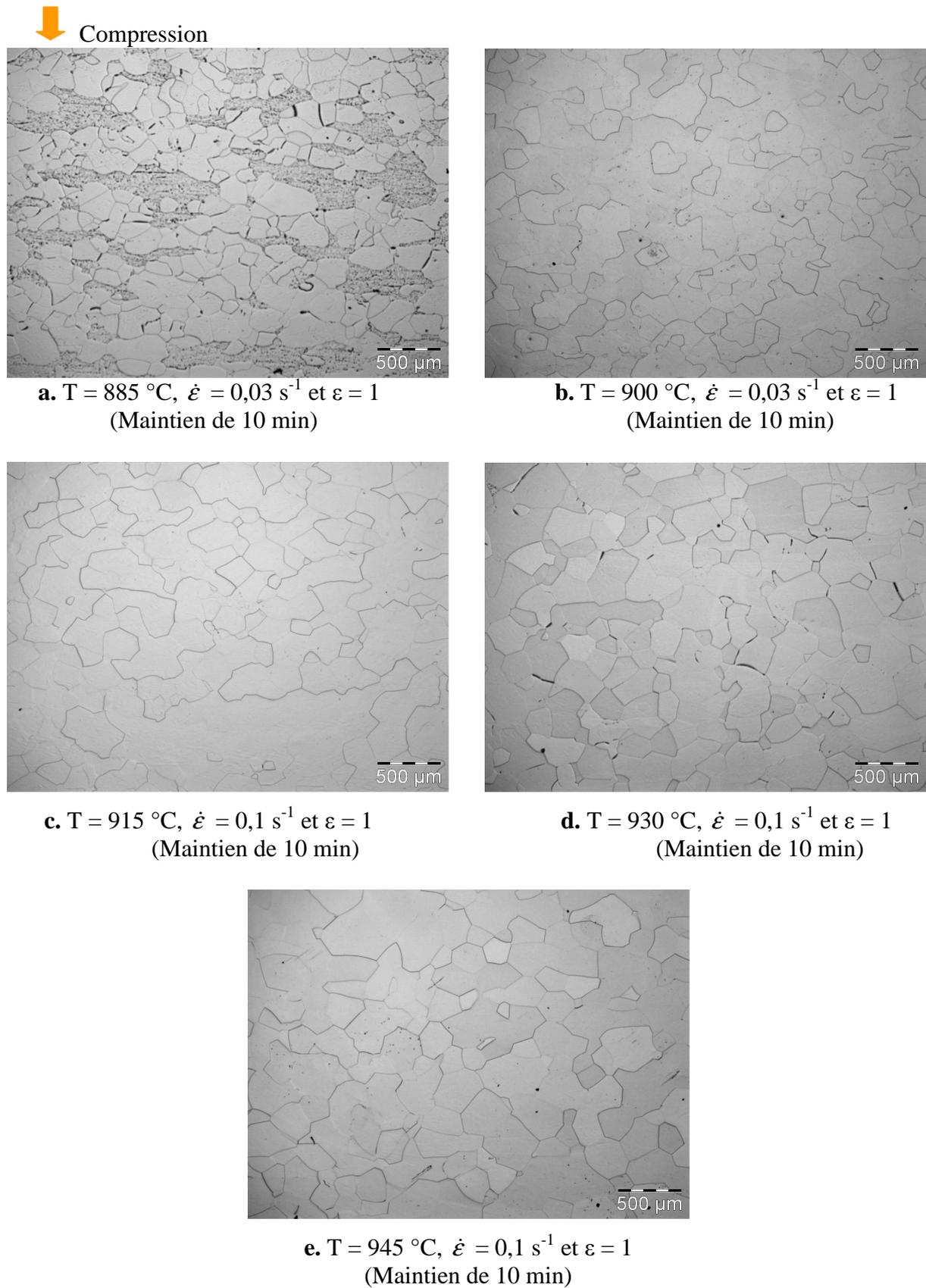
**Fig. 74.** IPF de l'échantillon montrant la microstructure recristallisée en post-dynamique [Primig, 2011]

On observe que ces travaux sur le Molybdène présentent beaucoup de similitudes avec ceux obtenus pour le Ti-17 au niveau de la recristallisation post-dynamique. Ce sont tous deux des cubiques centrés et on observe que leur mode de recristallisation et leur texture sont très proches.

#### ➤ Influence de la température

La figure 75 montre que parmi les cinq températures d'essai, peu de différences sont à noter. De 885 à 945 °C, les cristallites ont très peu grossi. Tous les joints ne sont pas révélés, ce qui rend difficile la détermination de la taille moyenne des cristallites. Mais pour les structures bien refermées, leur taille est de l'ordre de 300 μm pour toute la gamme de température considérée. Le temps de maintien en température de 10 minutes après déformation montre une structure complètement équiaxe.

La température a en fait peu d'effet sur cet alliage lors d'un maintien en température après déformation.

**Fig. 75.** Influence de la température

## 4.2. Etude de l'alliage Ti-17 aux déformations élevées (torsion)

Les essais qui suivent ont été réalisés dans le but d'obtenir un régime de contrainte stationnaire et une taille de cristallite stationnaire. Par ailleurs, une étude rhéologique a été réalisée, comme pour les essais de compression uniaxiale.

### 4.2.1. Rhéologie de l'alliage Ti-17 ( $\varepsilon \approx 20$ )

La modélisation de la recristallisation dynamique du Ti-17 dans le domaine  $\beta$  requiert des données expérimentales au niveau du régime stationnaire.

Par conséquent, une série d'essais de torsion à chaud a été effectuée afin de déterminer le régime stationnaire des courbes contrainte-déformation, d'accéder à une taille de cristallites stationnaire, mais aussi de déterminer les paramètres  $h$  et  $r$ .

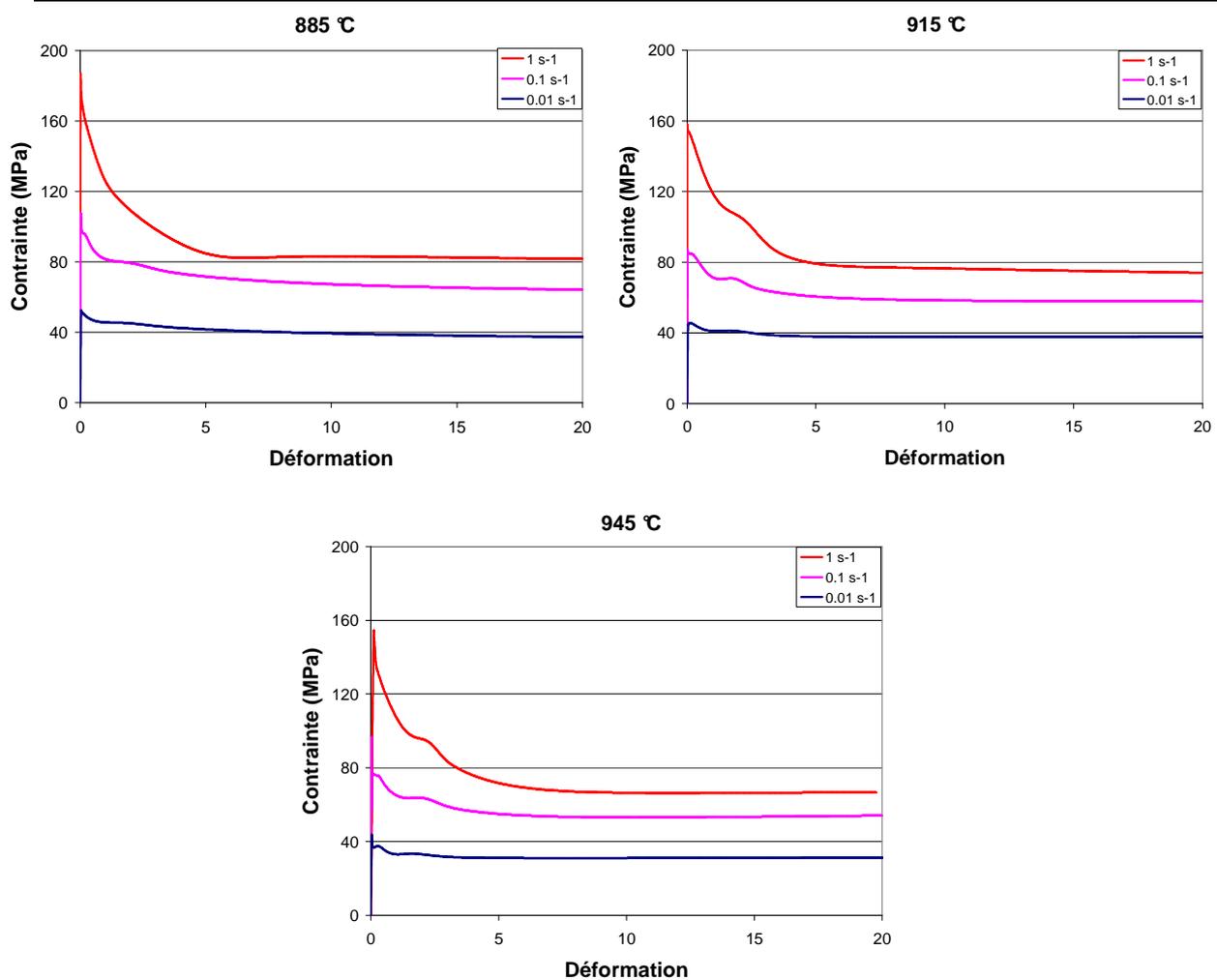
La détermination des paramètres  $h$  et  $r$  peut se faire par l'intermédiaire de l'essai de torsion. En effet, la valeur de la contrainte maximale approche la valeur de contrainte stationnaire qu'il y aurait sans l'effet de recristallisation dynamique de l'essai de torsion. Elle peut être approximée comme suit :

$$\sigma_{\max} \approx \mu b \sqrt{\frac{h}{r}} \rightarrow \sqrt{\frac{h}{r}} \approx \frac{\sigma_{\max}}{\mu b}$$

Ainsi, avec la valeur de  $\sigma_{\max}$ , on peut déduire la valeur du rapport  $h/r$  en négligeant l'adoucissement par recristallisation. Ensuite, en ajustant par itération la taille de grain stationnaire dans le modèle, on peut remonter à une valeur de  $r$ , et donc de  $h$ .

#### 4.2.1.1. Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation présentent d'abord un pic ne laissant pas apparaître de domaine d'écrouissage, puis un long adoucissement conduisant à un domaine stationnaire dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante (Fig. 76). Celui-ci n'est atteint qu'après une déformation élevée ( $\varepsilon = 20$ ). On observe également la présence d'un épaulement typique pour chaque essai déjà observé par De Oliveira [2003] et attribué à des transitoires de texture.



**Fig. 76.** Courbes contrainte-déformation obtenues en torsion pour l'alliage Ti-17

**Tab. 13.** Valeurs des contraintes maximales (en MPa) en fonction de la température et de la vitesse de déformation de l'essai (comparées à celles obtenues en compression)

	885 °C		915 °C		945 °C	
	torsion	compression	torsion	compression	torsion	compression
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	52	66	45	59	43	50
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	107	126	86	113	82	87
$1 \text{ s}^{-1}$	186	198	158	172	153	149

Les valeurs présentées dans le tableau 13 sont tout à fait cohérentes et typiques pour ce type d'alliage. La contrainte d'écoulement maximale diminue quand la température s'élève mais elle augmente quand la vitesse de déformation augmente.

A  $T = 920 \text{ °C}$ , Dajno [1991] obtient pour l'alliage BêtaCez une contrainte maximale de 60 MPa pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et 105 MPa pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

**Tab. 14.** Valeurs des contraintes stationnaires (en MPa) en fonction de la température et de la vitesse de déformation de l'essai (comparées à celles obtenues en compression)

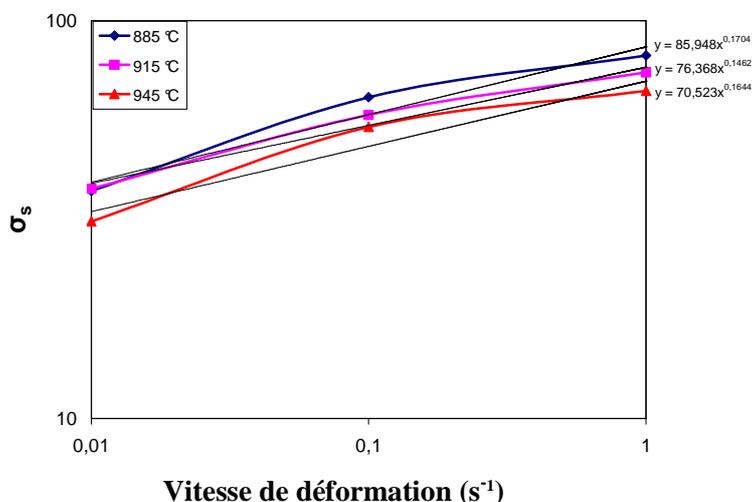
	885 °C		915 °C		945 °C	
	torsion ( $\epsilon=20$ )	compression ( $\epsilon=1$ )	torsion ( $\epsilon=20$ )	compression ( $\epsilon=1$ )	torsion ( $\epsilon=20$ )	compression ( $\epsilon=1$ )
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	38	55	35	46	33	38
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	61	99	56	85	54	75
$1 \text{ s}^{-1}$	82	140	74	124	67	113

Les valeurs de contraintes stationnaires sont également cohérentes pour ce type d'alliage (Tab. 14). La contrainte stationnaire est plus faible quand la température augmente mais elle s'élève quand la vitesse de déformation augmente. A  $T = 920 \text{ °C}$ , Dajno [1991] obtient pour l'alliage BêtaCez une contrainte stationnaire de 45 MPa pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et 70 MPa pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Les valeurs des contraintes stationnaires sont plus élevées en compression car le régime est considéré comme quasi-stationnaire à  $\epsilon = 1$ . Or il peut être considéré que le régime stationnaire est atteint seulement à partir de  $\epsilon = 10$  (cf. Fig. 76).

#### 4.2.1.2. Calcul des paramètres rhéologiques

- Sensibilité à la vitesse de déformation (m)

Le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte d'écoulement est calculé selon la relation (35) pour une température donnée et pour la déformation correspondant à la contrainte stationnaire. La figure 77 donne un exemple de la détermination de ce coefficient.



**Fig. 77.** Diagramme  $\sigma$ - $\dot{\epsilon}$  utilisé pour la détermination du coefficient de sensibilité à la vitesse m à différentes températures et pour  $\epsilon = 20$  (régime stationnaire)

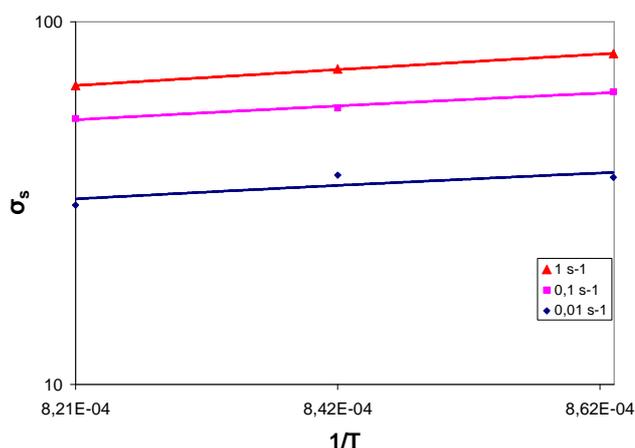
Une régression linéaire est faite sur chacun des trois domaines et donne un coefficient  $m$  moyen sur les vitesses de déformation. Ensuite, une seconde moyenne est faite regroupant toutes les températures.

On obtient ainsi un coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation :  $m_{\text{moyen}} = 0,16$ .

Chaussy [1996] a montré que le coefficient moyen  $m$  diminue avec le taux de déformation, ce qui peut confirmer la différence avec la valeur obtenue en compression uniaxiale ( $m_{\text{moyen}} = 0,22$ ).

- **Energie d'activation apparente (Q) de la contrainte stationnaire**

La figure 21 montre le diagramme utilisé pour la détermination des valeurs de l'énergie d'activation apparente  $Q$  de l'alliage Ti 17. La pente de ces droites donne la valeur de  $Q$ .



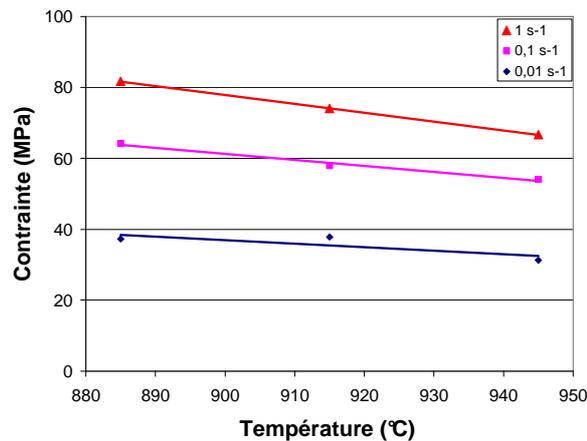
**Fig. 78.** Détermination de l'énergie d'activation apparente  $Q$

**Tab. 15.** Tableau regroupant les énergies d'activation apparentes associées à  $\epsilon = 20$

$\dot{\epsilon}$ ( $s^{-1}$ )	$Q_{\text{torsion}}$ ( $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	$Q_{\text{compression}}$ ( $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ )
$10^{-2}$	213	270
$10^{-1}$	210	214
1	231	166

Les valeurs obtenues (Tab. 15) sont proches de celles obtenues en compression uniaxiale. Seule la valeur obtenue pour  $1 s^{-1}$  en torsion n'est pas cohérente et devrait être inférieure aux autres valeurs du tableau. Cette variation non monotone de  $Q$  avec la vitesse de déformation est certainement dû à de la dispersion car seulement trois points sont en jeu. On considèrera donc la moyenne sur les trois vitesses.

$$Q_{\text{moyen}} = 218 \text{ kJ / mol}$$

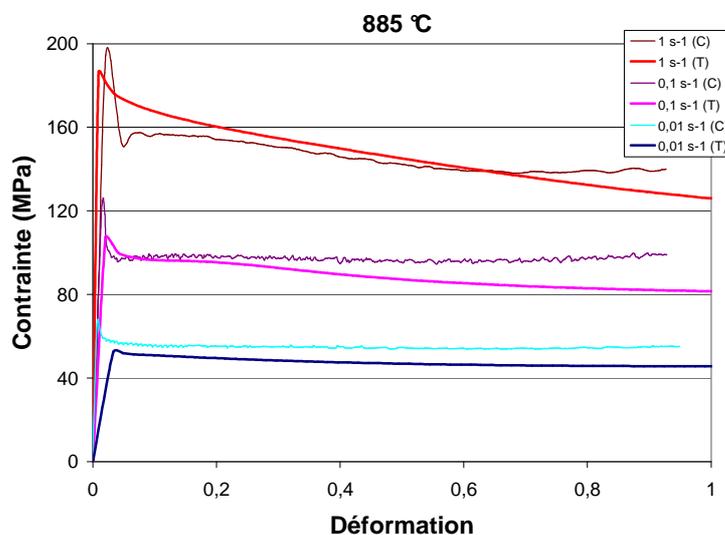


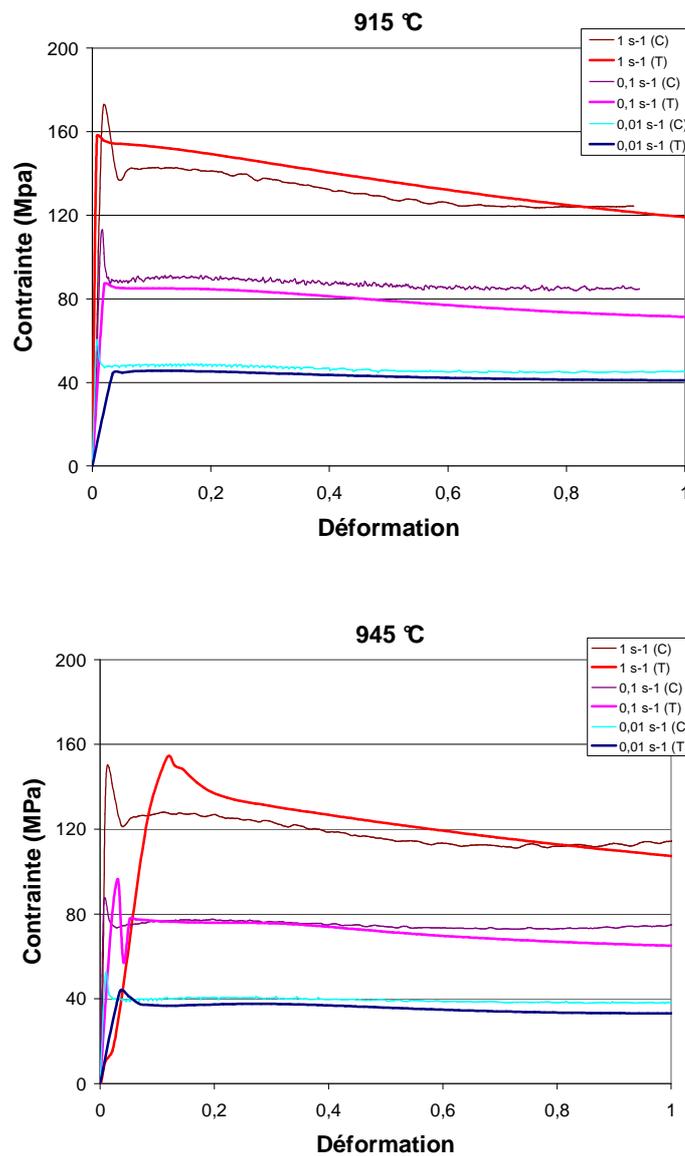
**Fig. 79.** Représentation de la contrainte d'écoulement stationnaire en fonction de la température à  $\varepsilon = 20$

La figure 79 représente l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température d'essai pour trois vitesses de déformation. On observe une décroissance lente et continue de la contrainte d'écoulement quand la température augmente et va dans le même sens qu'en compression (cf. Fig. 55). On observe également que plus la vitesse de déformation est élevée, plus la pente de la droite est importante.

#### 4.2.1.3. Comparaisons avec la compression uniaxiale

Les diagrammes de la figure 80 superposent les courbes contrainte-déformation à différentes températures obtenues d'une part par essais de compression uniaxiale et d'autre part, par essais de torsion, et permettent ainsi d'observer l'influence du chemin de déformation.





**Fig. 80.** Comparaison des résultats des essais de compression (C) et torsion (T) jusqu'à  $\epsilon = 1$

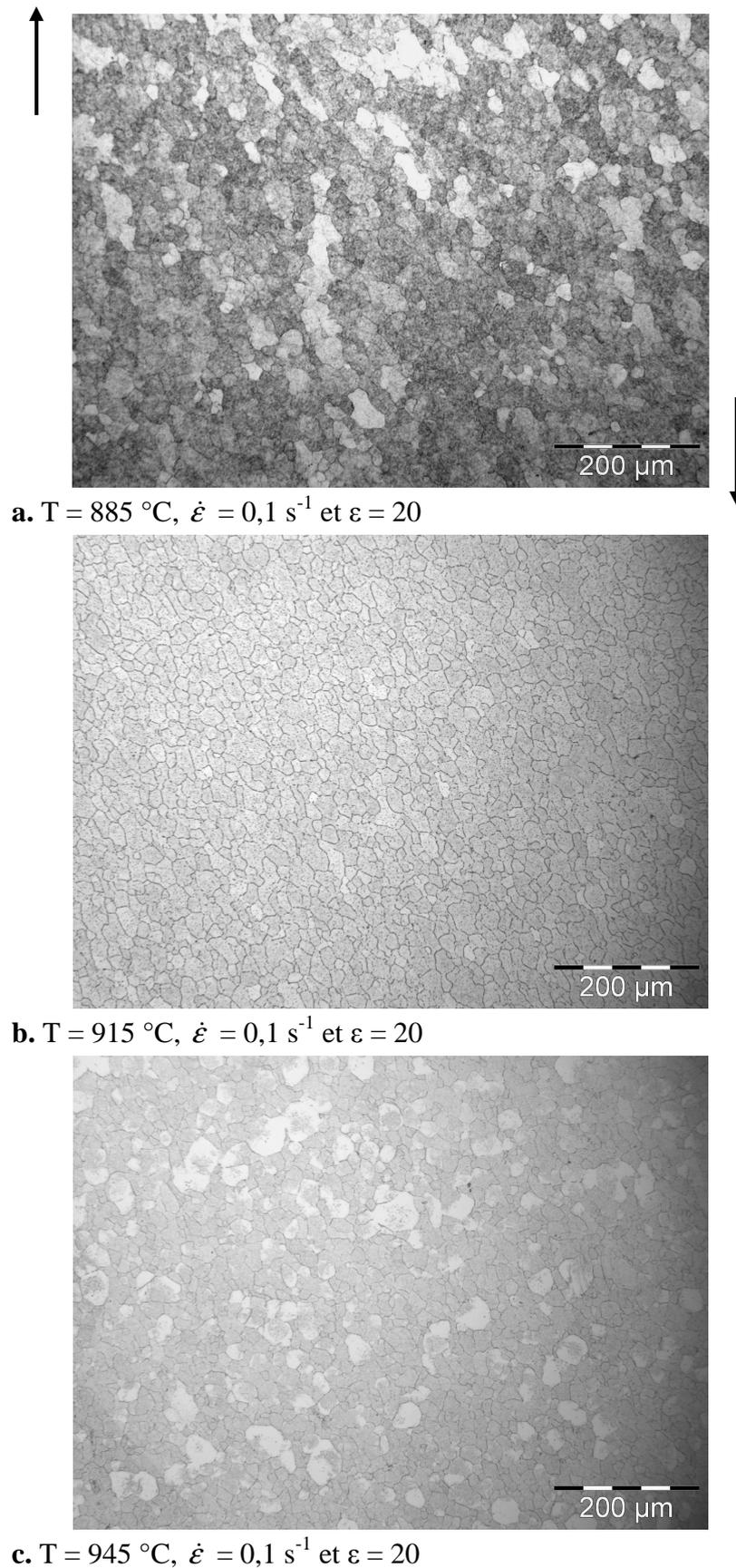
Les courbes contrainte-déformation obtenues en compression uniaxiale et celles obtenues en torsion sont très voisines. Cela signifie que le chemin de déformation n'a pas beaucoup d'influence.

Seule la courbe obtenue en torsion à  $T = 945 \text{ °C}$  et  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  présente une anomalie en début de déformation suite à un problème de machine survenu en début d'essai.

#### 4.2.2. Microstructures des états déformés en torsion sans maintien

Les micrographies qui suivent sont comparées entre-elles en fonction de la température et de la vitesse de déformation. La révélation de la microstructure s'est avérée délicate à obtenir à cause du taux de déformation important.

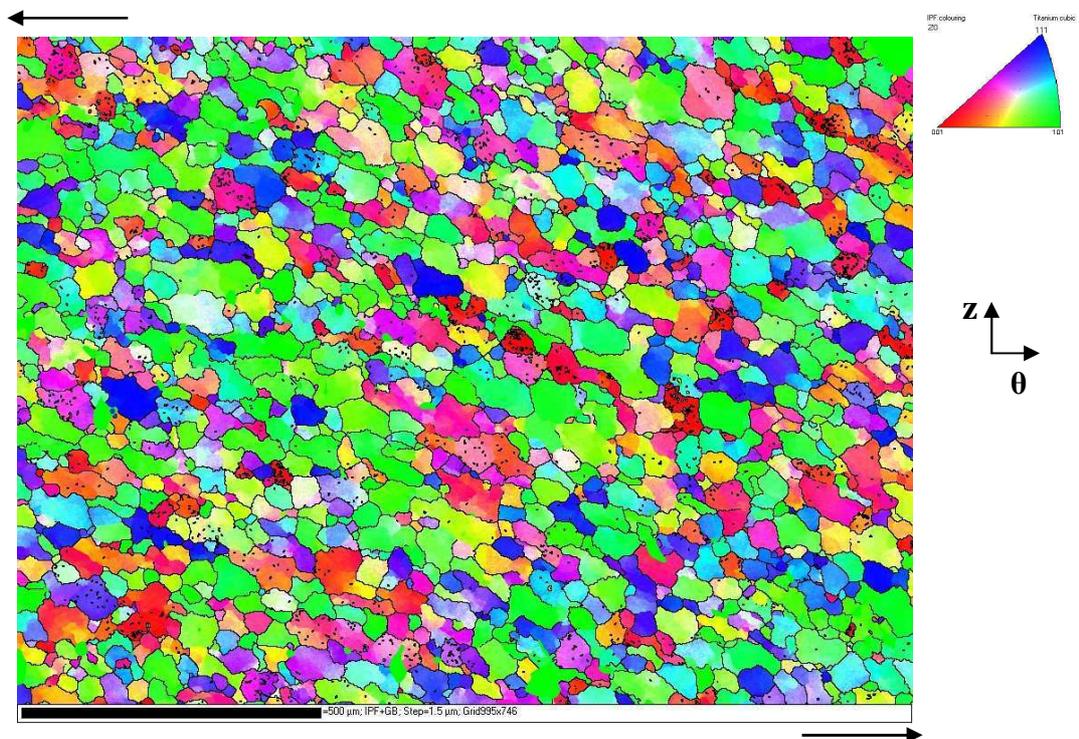
#### 4.2.2.1. Influence de la température



**Fig. 81.** Microstructures obtenues par essais de torsion à  $0,1 \text{ s}^{-1}$  et trois températures

Il est reconnu que pendant une déformation à chaud, quand la température augmente la taille de grain augmente également. Les mesures de taille de cristallites ont été réalisées sur les micrographies en utilisant la méthode de l'intercept moyen. A 885 °C, la micrographie est difficilement exploitable mais la taille de grain semble être la plus petite (Fig. 81.a). A 915 °C, la micrographie montre que le régime stationnaire est atteint, les cristallites sont toutes équiaxes et ont une taille moyenne de 19  $\mu\text{m}$  (Fig. 81.b). A 945 °C, des zones blanches viennent gêner l'analyse de la micrographie. Elles sont attribuées soit à l'attaque chimique elle-même qui brûlerait certaines zones de l'échantillon ou à des grains recristallisés qui auraient grossi après la déformation. Les mesures de taille de cristallites ont donc été faites dans les zones utiles et le diamètre moyen est de 25  $\mu\text{m}$  (Fig. 81.c).

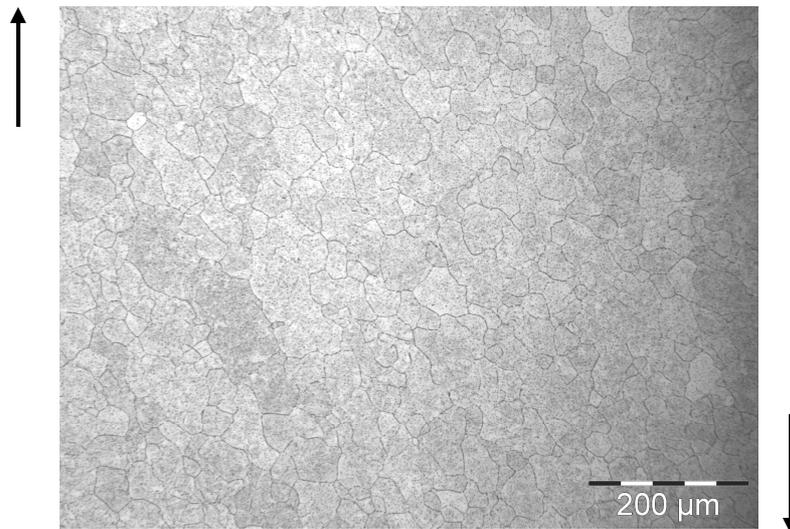
La figure 82 représente le même essai que la figure 81.b mais a été obtenue par analyse EBSD.



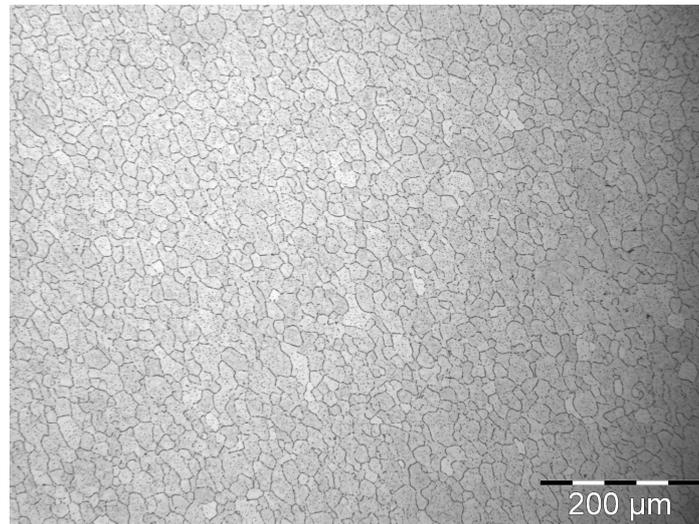
**Fig. 82.** Cartographie EBSD représentant la structure obtenue après essai de torsion à  $T=915\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon}=0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=20$

La figure 82 montre une structure de cristallites équiaxes. La taille moyenne des cristallites est de 20  $\mu\text{m}$ . Ce résultat corrobore celui obtenu par micrographie optique (Fig. 81.b). Le mode de sortie est la figure de pôles inverse (IPF) d'axe z. L'axe r est perpendiculaire au plan de la figure et l'axe z est vertical. On peut déduire que l'axe (110) est souvent proche de l'axe r et majoritaire. Cela correspond à la structure D2 qu'on observe dans toutes les déformations à chaud de cubiques centrés [Castan, 2011].

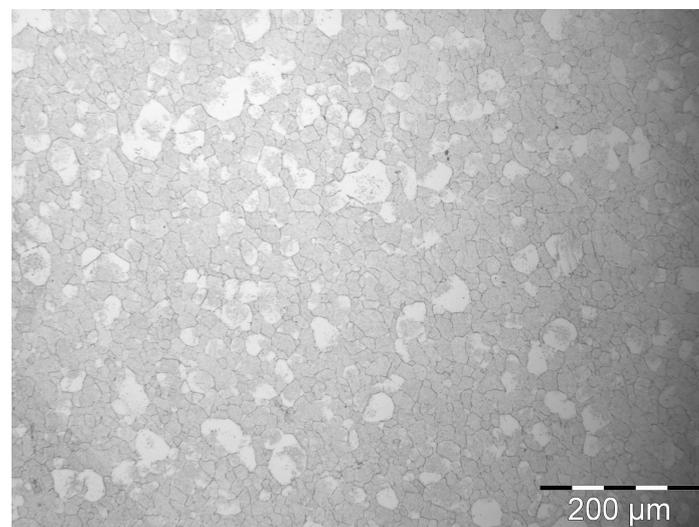
#### 4.2.2.2. Influence de la vitesse de déformation à 915 °C



a. T = 915 °C,  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 20$



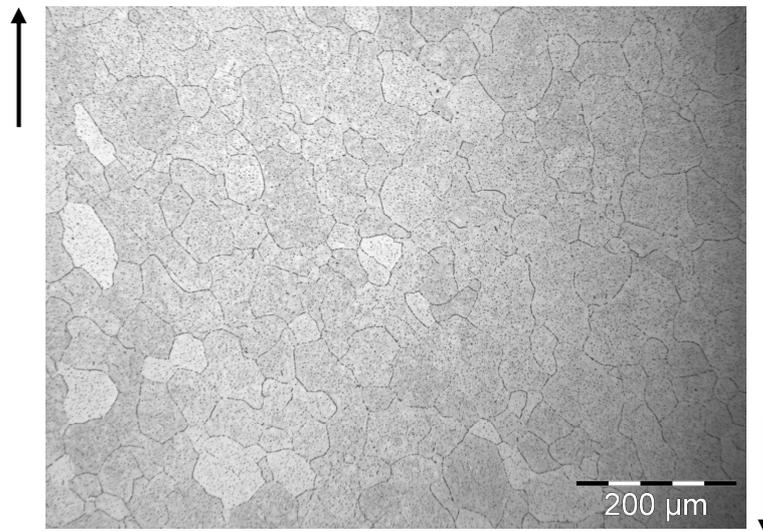
b. T = 915 °C,  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 20$



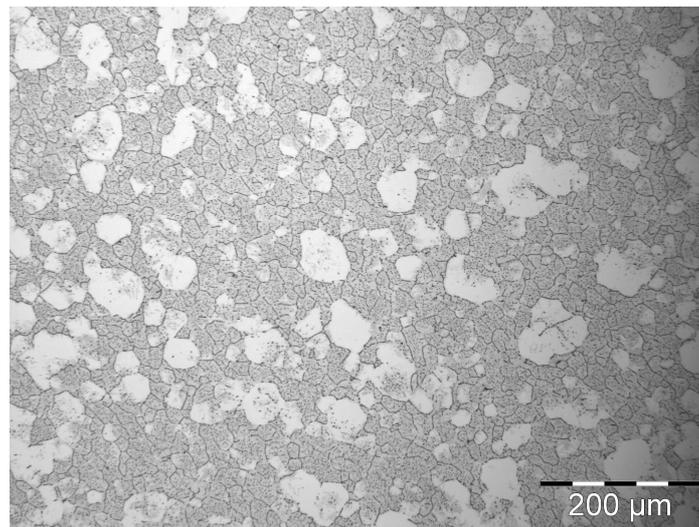
c. T = 915 °C,  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 20$

**Fig. 83.** Microstructures de Ti-17 obtenues par essais de torsion à 915 °C

### 4.2.2.3. Influence de la vitesse de déformation à 945 °C



a.  $T = 945\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 20$



b.  $T = 945\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 20$

**Fig. 84.** Microstructures obtenues par essais de torsion à 945 °C et deux vitesses de déformation

Sur la figure 83, après chaque essai à 915 °C, on observe une taille de grain différente selon la vitesse de déformation appliquée. Concernant la vitesse de déformation de  $0,01\text{ s}^{-1}$ , les grains sont de l'ordre de  $25\text{ }\mu\text{m}$ . Pour  $0,1\text{ s}^{-1}$ , les grains ont une taille d'environ  $19\text{ }\mu\text{m}$  alors que pour  $1\text{ s}^{-1}$ , même s'il reste quelques gros grains, la taille de structure principale avoisine  $12\text{ }\mu\text{m}$ . Ces résultats sont tout à fait cohérents. Plus la vitesse de déformation est importante, plus la taille de la structure diminue. En effet, la quantité de dislocations dépend principalement de la quantité de déformation  $\Delta\epsilon$ , alors que l'élimination de ces dernières dépend principalement du temps  $\Delta t$ . Donc quand on déforme plus vite d'une même quantité  $\Delta\epsilon$ , on élimine moins de dislocations par restauration dynamique (car moins de temps), la structure est donc plus fine.

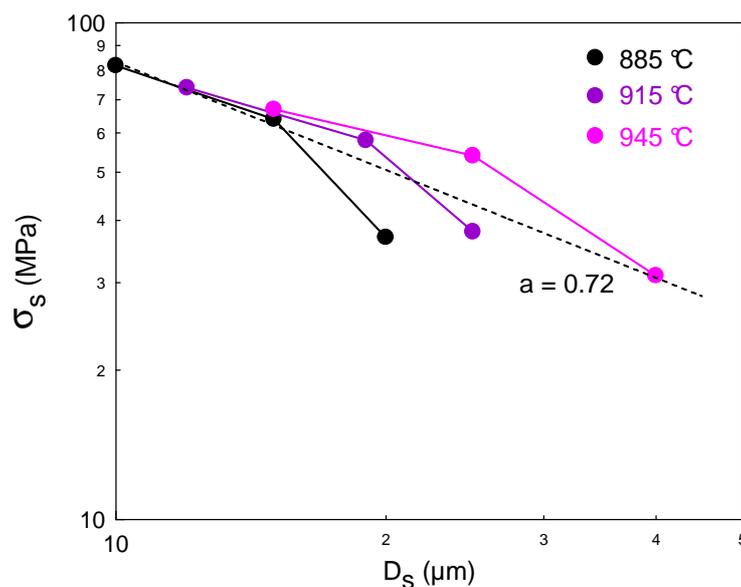
Pour les essais à 945 °C (Fig. 84), les phénomènes observés vont dans le même sens que pour ceux observés à 915 °C. Cependant des zones blanches sont présentes et ont été écartées des mesures de la taille moyenne des cristallites.

**Tab. 16.** Valeurs des tailles de cristallites stationnaires obtenues en microscopie optique à différentes températures et différentes vitesses de déformation

Taille de cristallites ( $\mu\text{m}$ )	885 °C	915 °C	945 °C
$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	20	25	40
$10^{-1} \text{ s}^{-1}$	15	19	25
$1 \text{ s}^{-1}$	10	12	15

Chaussy [1996] donne l'évolution des nouveaux grains en fonction de la déformation et de la vitesse de déformation de l'alliage BetaCez déformé à  $T=920$  °C. Ses valeurs sont très proches de celles données dans le tableau 16. Pour une déformation de 1, Chaussy donne une taille moyenne de "nouveau grain" de 22  $\mu\text{m}$  pour une vitesse de déformation de 0,01  $\text{s}^{-1}$ .

La figure 85 montre l'évolution de la contrainte stationnaire  $\sigma_s$  en fonction de la taille de grain stationnaire  $D_s$  et est appelé diagramme de Derby [Derby et Ashby, 1987 ; Derby, 1991 ; Derby, 1992]. La pente de la droite moyenne passant par le nuage de point est définie par le coefficient  $a$  et avoisine toujours 0,75 [Montheillet et al, 2009]. C'est une valeur qui est retrouvée expérimentalement et en modélisation pour tous les matériaux.



**Fig. 85.** Diagramme de Derby  $\sigma_s - D_s$

La pente moyenne des différentes droites tracées est ici de 0,72. On peut observer que les points représentant les vitesses les plus faibles se détachent des autres points.

#### **4.2.2.4. Conclusion**

Les résultats obtenus en microscopie optique pour les essais de torsion sont assez typiques des grandes déformations à chaud d'un alliage de titane ; c'est-à-dire des grains équiaxes recristallisés. Les effets de la température ainsi que les effets de la vitesse de déformation sont visibles mais peu marqué dans le domaine considéré.

Les essais réalisés permettent de connaître la taille de cristallite stationnaire  $D_s$  et la contrainte stationnaire  $\sigma_s$ , paramètres indispensables pour ajuster le modèle de recristallisation dynamique. De plus, les courbes contrainte-déformation permettent de connaître  $\sigma_{\max}$ , paramètre important pour la détermination de  $h$  et  $r$ .

### 4.3. Etude microtexturale

Les orientations préférentielles ou *textures* interviennent en particulier dans les métaux à la suite d'une déformation, d'une recristallisation ou d'une transformation de phases. Ces orientations peuvent ensuite être décrites et mesurées au moyen de figures de pôles (PF) ou de fonctions de distributions des orientations en trois dimensions (ODF). Dans le cas d'une déformation plastique, le mécanisme prédominant reste le glissement cristallographique, c'est-à-dire le mouvement de dislocations le long de certains plans et certaines directions cristallographiques.

En revanche, le principal mécanisme de la recristallisation statique et dynamique est la germination et la croissance de grains. Il convient donc de distinguer la *texture de déformation* et la *texture de recristallisation*.

Beaucoup d'études ont déjà été réalisées sur la formation de texture pendant la phase de recristallisation statique dans les métaux. La situation est plus complexe pendant les phases dynamiques, quand la déformation et la migration des joints de grains opèrent simultanément.

Cela se produit généralement aux déformations fortes et modérées, ce qui est obtenu facilement à l'aide de l'essai de torsion, compte-tenu de la géométrie de l'essai. Les niveaux de déformation sont de l'ordre de 4 à 5 à froid et de 5 à 50 au régime stationnaire pour des températures élevées.

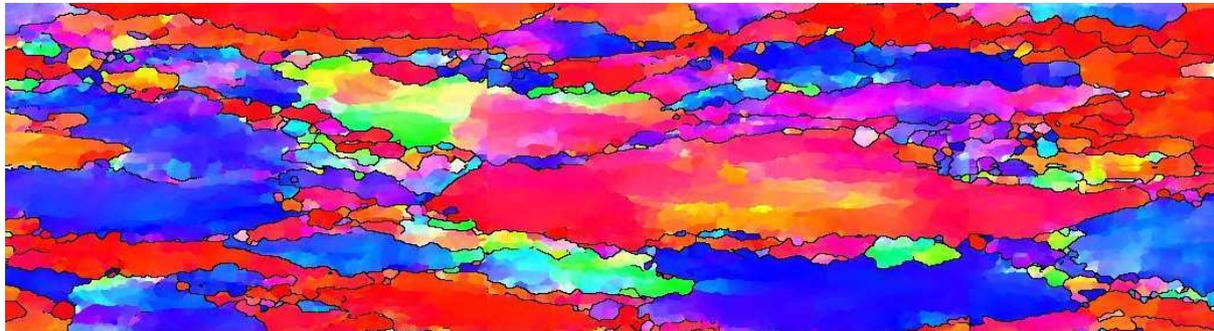
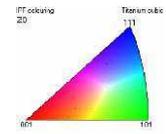
L'analyse EBSD apporte des informations complémentaires à l'étude microstructurale, notamment la mesure de la texture globale (intergranulaire), c'est-à-dire la mesure de la distribution d'orientation cristallographique des grains lorsque la mesure porte sur une surface représentative de l'échantillon indépendamment de leur position dans l'espace.

Cette analyse donne aussi des renseignements sur les désorientations internes, c'est-à-dire l'évolution de la "fragmentation" des grains initiaux, en fait la distribution d'orientation des sous-grains ou, de façon complémentaire, la distribution des angles de désorientation des parois constituant ces sous-grains (intragranulaire).

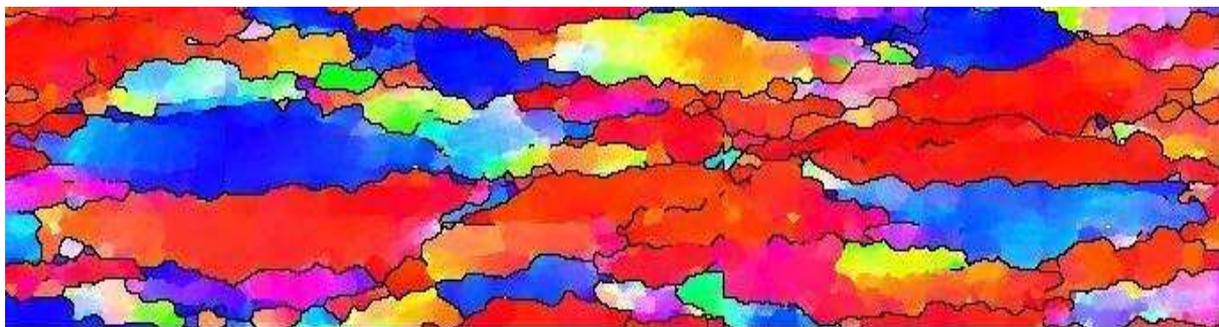
Les paramètres gérés par cette analyse sont donc doubles, la *position* d'une part de chaque grain et sous-grain, et leur *orientation* d'autre part.

### 4.3.1. Comparaison de deux essais à températures différentes

↓ Deux microstructures EBSD ont été obtenues à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  :



a. Essai à 885 °C



b. Essai à 930 °C

500  $\mu\text{m}$

**Fig. 86.** Comparaison de deux essais à même vitesse de déformation et deux températures différentes

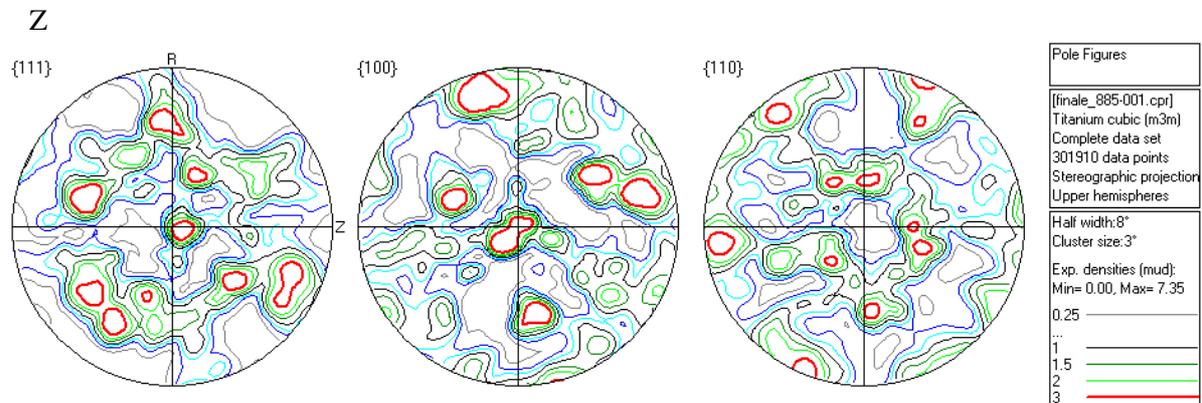
La représentation en figure de pôles inverse (Fig. 86) donne l'orientation cristallographique de l'axe de compression (vertical sur la figure) par rapport aux axes cristallographiques.

On observe une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  mais très peu de  $\langle 110 \rangle$ . Cette distribution des orientations est très proche de celle des alliages fer-niobium et fer-carbone observés par [Vaughan, 2007] et est caractéristique de la texture cristallographique des matériaux cubiques centrés en compression uniaxiale.

Dans les deux cas, on observe toujours une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  et très peu de  $\langle 110 \rangle$ .

### 4.3.1.1. Représentation des textures en figures de pôles

Sur la figure 87 sont présentées les trois figures de pôles directes usuelles, ce qui permet d'en savoir plus sur les orientations cristallographiques observées.



**Fig. 87.** Figures de pôles obtenues par analyse EBSD à  $T=885\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon}=0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$

La symétrie de l'échantillon est définie dans un sens statistique. Elle est imposée à la fonction de texture par la symétrie du procédé par lequel cette texture s'est formée. Dans le cas présent, le procédé utilisé est la compression uniaxiale.

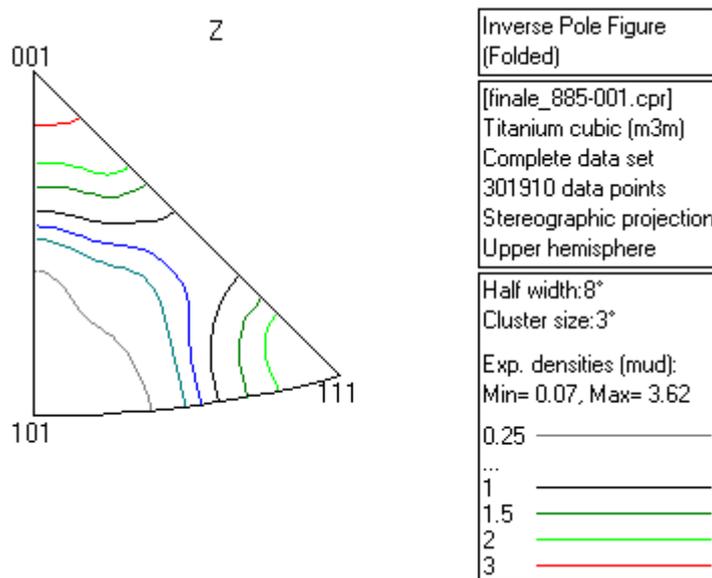
On devrait donc observer une symétrie axiale selon l'axe z et des cercles concentriques devraient apparaître en projection stéréographique autour du point central de cet axe.

Ce n'est pas tout à fait le cas car il y a un manque de représentativité statistique du nombre de grains qui est trop faible. On devine néanmoins cette symétrie circulaire, notamment sur la figure de pôles (111).

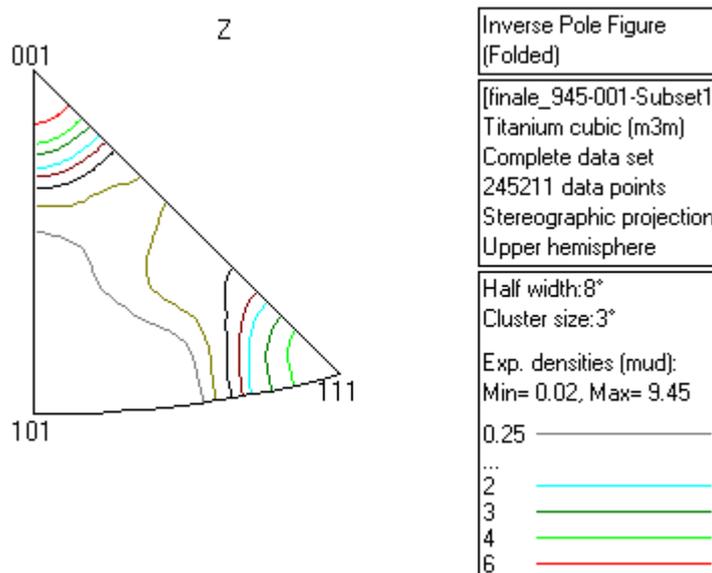
La représentation en figure de pôles inverse semble plus intéressante car elle multiplie les grains présents par symétrie en zone autour de l'axe z et permet donc une représentation plus juste.

Les lignes de couleurs représentent des courbes iso-densité de pôles.

### 4.3.1.2. Représentation des textures en figure de pôles inverses



a.  $T=885\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon}=0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$



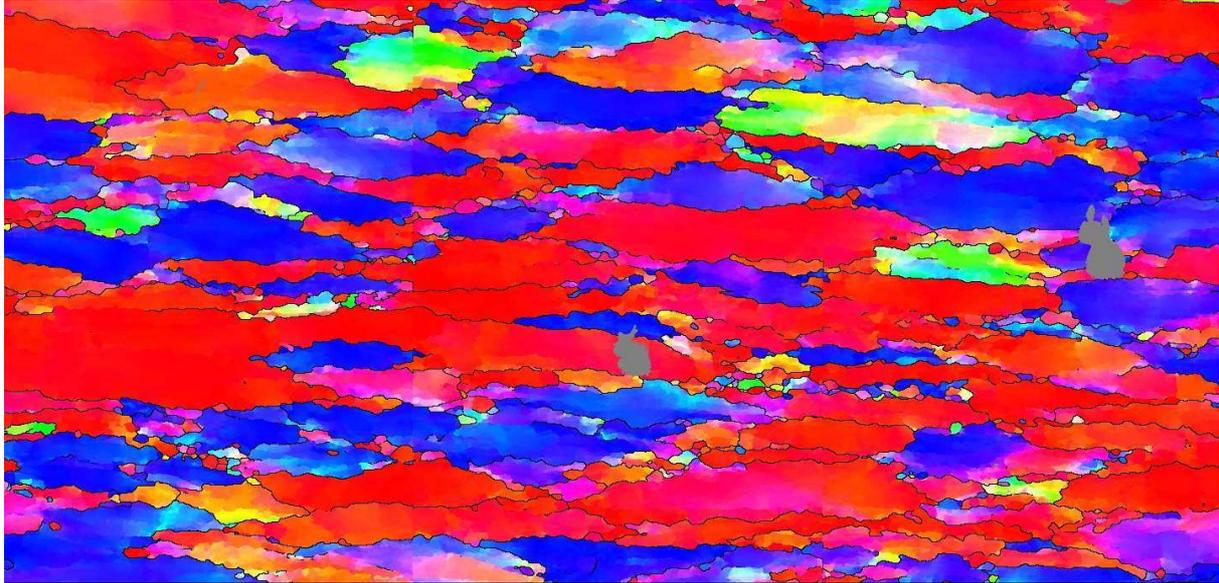
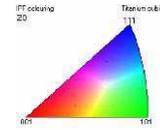
b.  $T=945\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon}=0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$

**Fig. 88.** Figures de pôles inverses d'axe Z obtenues par analyse EBSD. Comparaison à deux températures différentes

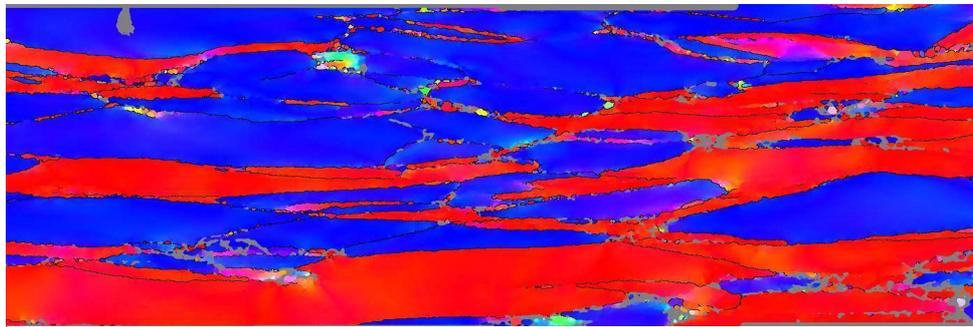
Les observations concernant les figures de pôles inverses figure 88 sont cohérentes avec celles de la figure 87. Les fibres  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  d'axe z ont tendance à être plus marquées à 945 °C qu'à 885 °C. Une hypothèse serait qu'à haute température les joints de grains sont plus mobiles et que ce soient ces joints de grains qui contribuent à favoriser ces orientations. La texture de recristallisation jouerait un rôle mineur mais non négligeable.

### 4.3.2. Comparaison de deux essais à 900 °C et différentes vitesses de déformation

↓ Deux microstructures EBSD (fig. 89) ont été obtenues à 900 °C :



a. Essai à  $0,01 \text{ s}^{-1}$



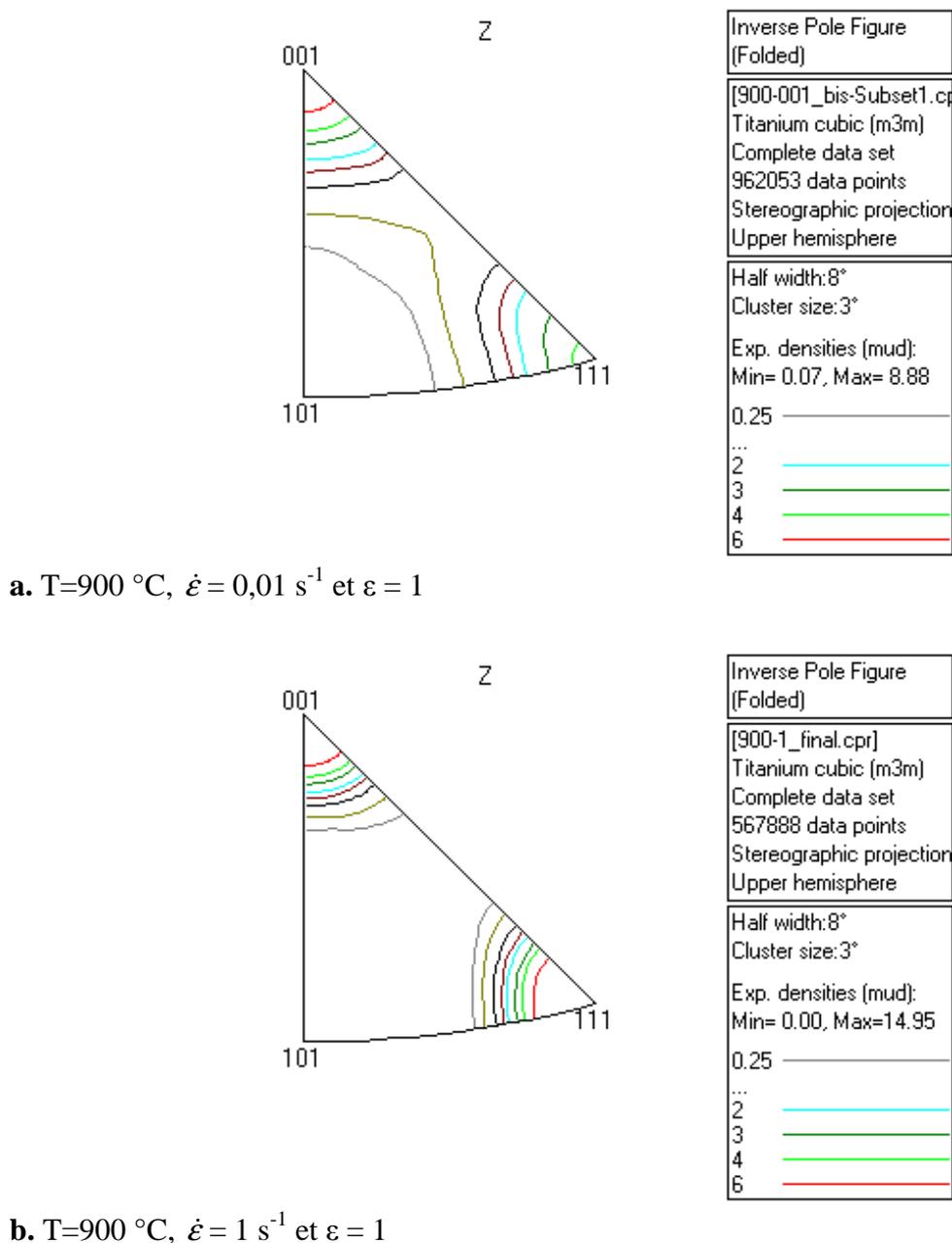
b. Essai à  $1 \text{ s}^{-1}$

500  $\mu\text{m}$

**Fig. 89.** Comparaison de deux essais à même température et à deux vitesses de déformation différentes

Dans les deux cas, on observe toujours une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  et très peu de  $\langle 110 \rangle$  (Les points non indexés sont représentés en gris sur les cartographies).

### 4.3.2.1. Représentation des textures en figures de pôles inverses



**Fig. 90.** Figures de pôles inverses obtenues par analyse EBSD. Comparaison à deux températures différentes

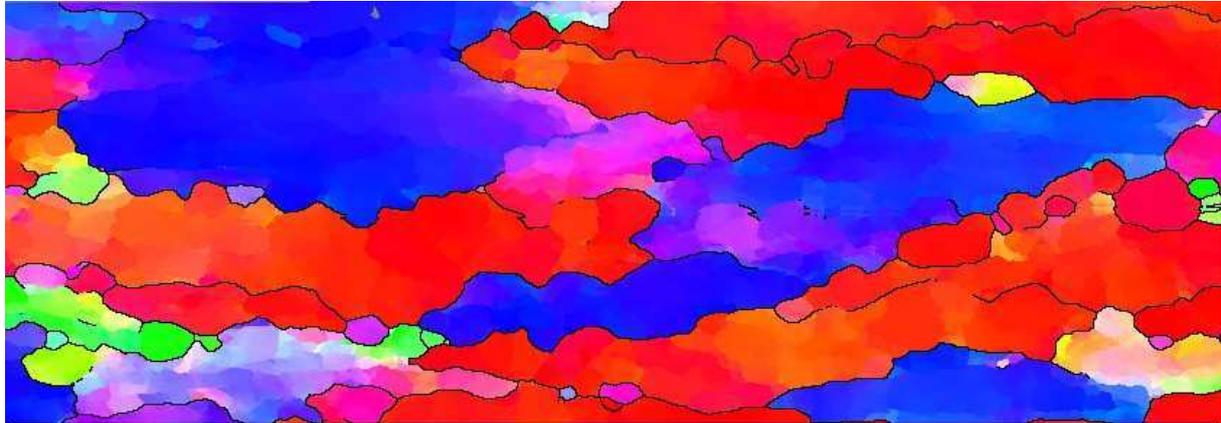
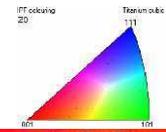
Les fibres d'axes  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  sont plus marquées à  $1\text{ s}^{-1}$  qu'à  $0,01\text{ s}^{-1}$  (Fig. 90).

Pour la vitesse la plus élevée, la recristallisation dynamique n'a pas assez de temps pour se produire, nous avons donc seulement le résultat d'une texture de déformation, typique des alliages cubiques centrés, c'est-à-dire une forte présence des fibres  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ .

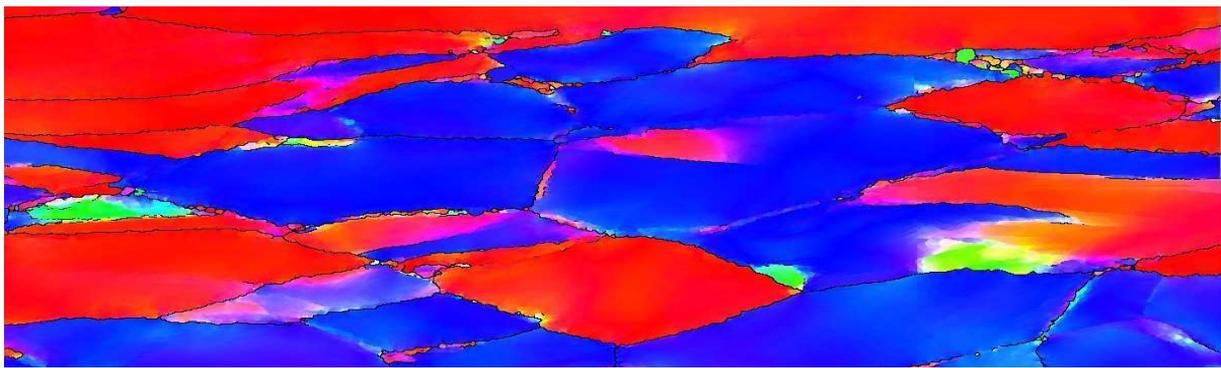
Pour la vitesse la plus faible, la recristallisation dynamique continue peut débuter et pousser la sous-structure à changer son orientation. On peut voir que l'orientation  $\langle 111 \rangle$  a tendance à se laisser consommer par l'orientation  $\langle 100 \rangle$ .

### 4.3.3. Comparaison de deux essais à 945 °C et différentes vitesses de déformation

Deux microstructures EBSD (Fig. 91) ont été obtenues à 945 °C :



a. Essai à  $0,01 \text{ s}^{-1}$



b. Essai à  $1 \text{ s}^{-1}$

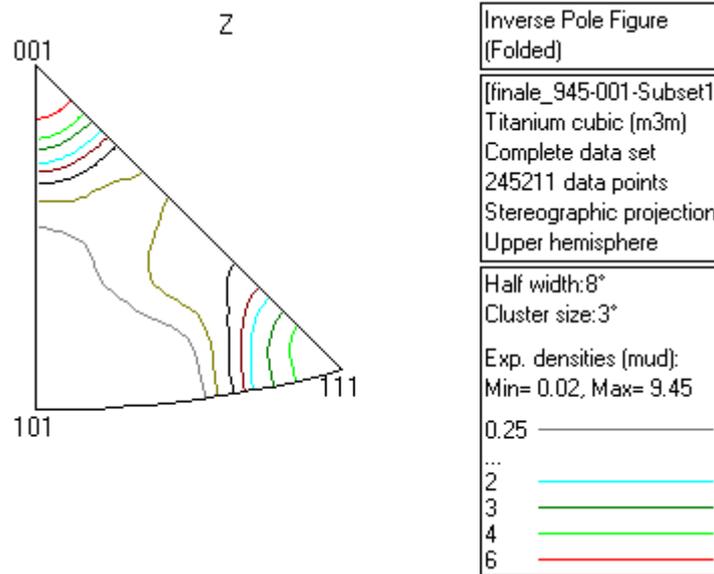
500  $\mu\text{m}$

**Fig. 91.** Comparaison de deux essais à même température et à deux vitesses de déformation différentes

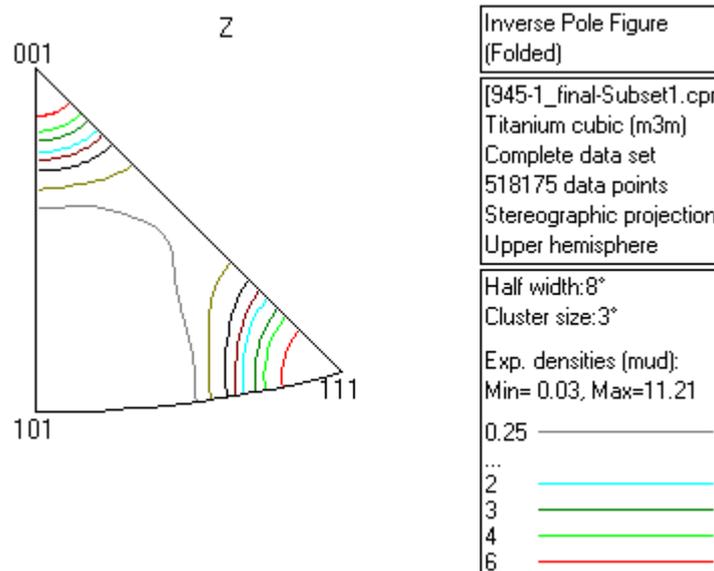
Comme dans le précédent cas à 900 °C, aux deux vitesses, on observe toujours une forte présence des axes cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  et très peu de  $\langle 110 \rangle$ .

Ces textures à deux fibres se retrouvent dans beaucoup de métaux et alliages cubiques centrés comprimés à froid ou à chaud. Elles proviennent de la mise en jeu de plusieurs systèmes de glissement rendus actifs pour accommoder la déformation de compression uniaxiale. Dans les cubiques centrés, les deux types de système sont habituellement  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  [Orlans-Joliet, 1989].

### 4.3.3.1. Représentation des textures en figures de pôles inverses



a.  $T=945\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$



b.  $T=945\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

**Fig. 92.** Figures de pôles inverses obtenues par analyse EBSD. Comparaison à deux vitesses de déformation

Les mêmes conclusions que pour la température de  $900\text{ °C}$  peuvent être tirées. Les composantes  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  sont très présentes et il existe une tendance qui montre que l'orientation  $\langle 111 \rangle$  se laisse consommer par l'orientation  $\langle 100 \rangle$ . Ces phénomènes ont été étudiés dans les travaux de Primig [2011] dans le cas du molybdène et Girinon [1999] dans le cas du Ti-10V-2Fe-3Al dans le domaine  $\beta$ .

Un échantillon de molybdène est présenté ci-après. Il est déformé par compression uniaxiale jusqu'à  $\epsilon = 0,92$  à  $0,52 T_f$  ( $T_f = 2620$  °C). Il est immédiatement trempé après déformation. Cette dernière (Fig. 93) a induit deux fibres de texture prédominantes. Ce sont les orientations  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , toutes deux parallèles à la direction de compression. La fibre d'orientation  $\langle 100 \rangle$  est connue pour être très stable et facilement déformable à cause de son facteur de Schmid maximum. En général, les sous-grains orientés  $\langle 100 \rangle$  dans l'échantillon semblent un petit peu plus grands que ceux orientés  $\langle 111 \rangle$ .

Les désorientations entre sous-grains adjacents sont relativement élevées pour ces déformations (désorientation moyenne des sous-joints de  $4,5^\circ$ ). Cela serait dû à un fort degré de rotation des sous-grains pendant la déformation. Les sous-grains allongés avec une désorientation locale élevée pourraient être les futurs grains recristallisés.

Le facteur de Taylor local d'échantillons déformés est proportionnel à l'énergie locale stockée pendant la déformation. La figure 93 montre la carte des facteurs de Taylor de l'échantillon. Dans le molybdène cubique centré, l'orientation  $\langle 100 \rangle$  des sous-grains fournit le facteur de Taylor le plus petit possible, alors que celui des composantes  $\langle 111 \rangle$  est très élevé. La recristallisation statique (cf. Fig. 74) produit plus de grains orientés  $\langle 100 \rangle$ , c'est-à-dire ayant un facteur de Taylor faible, ce qui est supposé être aussi l'orientation préférentielle pendant la recristallisation dynamique. Les grains avec une faible énergie stockée sont soupçonnés de consommer les régions à haute énergie stockée pendant de tels procédés.

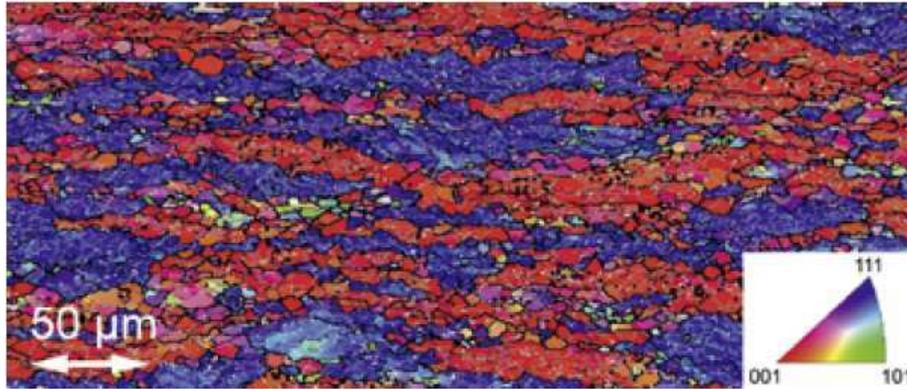
Par conséquent, la formation de nouveaux grains est présumée être un procédé à basse énergie stockée. C'est également relié au fait que la recristallisation semble se produire par des procédés de RDC dans le molybdène. Pendant ces procédés de restauration étendus, les sous-grains coalescent avec leurs plus proches voisins. Cela se produit par migration des joints de grains à travers des sous-grains individuels ou par croissance de sous-grains.



**Fig. 93.** Carte du facteur de Taylor de l'échantillon déformé à  $\epsilon = 0,92$  et  $0,52 T_f$  [Primig, 2011]

Dans le molybdène (cubique centré), les sous-grains d'orientation de la fibre  $\langle 100 \rangle$  possèdent un facteur de Taylor le plus bas possible (surfaces noires) alors que les sous-grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  possèdent un facteur de Taylor élevé (surfaces blanches).

La figure 94 montre la microstructure restaurée avec deux fibres d'orientation claires  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ .

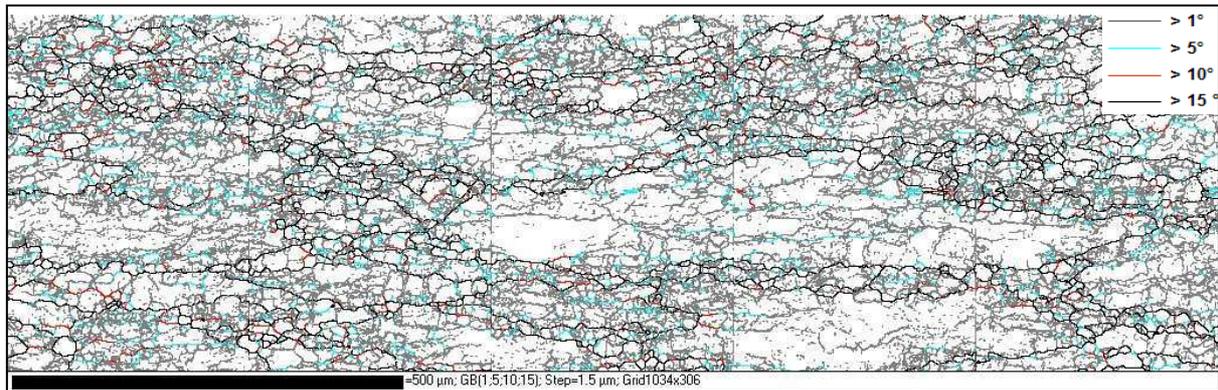


**Fig. 94.** IPF de l'échantillon déformé à  $\epsilon = 0,92$  et  $0,52 T_f$  montrant la microstructure restaurée [Primig, 2011]

On observe que ces travaux sur échantillon de Molybdène présentent beaucoup de similitudes avec ceux obtenus pour le Ti-17. Ce sont tous deux des cubiques centrés et on observe que leur mode de recristallisation et leur texture sont très proches.

### Distribution des angles de désorientation de l'alliage Ti-17

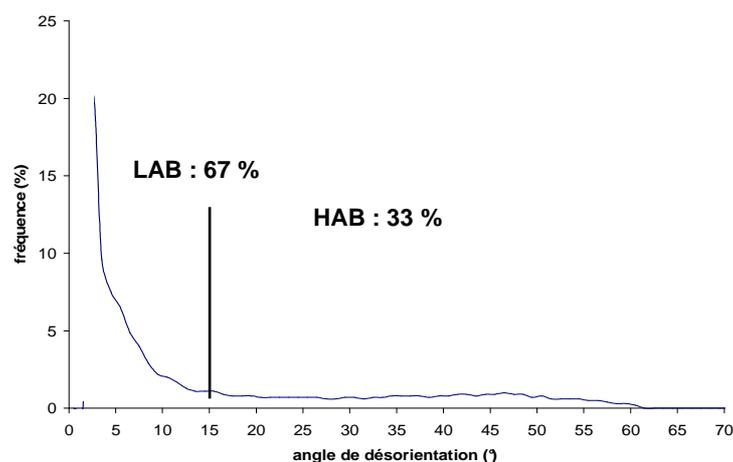
La cartographie ci-dessous (Fig. 95) donne une reconstruction des joints et des sous-joints. Elle nous informe sur la distribution spatiale des parois de faibles désorientations inférieures à 5, 10 et 15° (sous-joints) et des parois de fortes désorientations supérieures à 15° (joints).



**Fig. 95.** Cartographie EBSD représentant les joints et sous-joints pour différentes désorientations à  $T = 885\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

Sur la figure 95, les grains initiaux en se déformant, se "fragmentent", se subdivisent en sous-grains grâce à la formation de nouvelles parois, les sous-joints. C'est un cas typique du début de recristallisation dynamique continue.

Les courbes de désorientation donnent la distribution relative des angles de désorientation des parois constituant un grain ou un sous-grain. La figure 96 montre dans le même cas typique cette distribution.

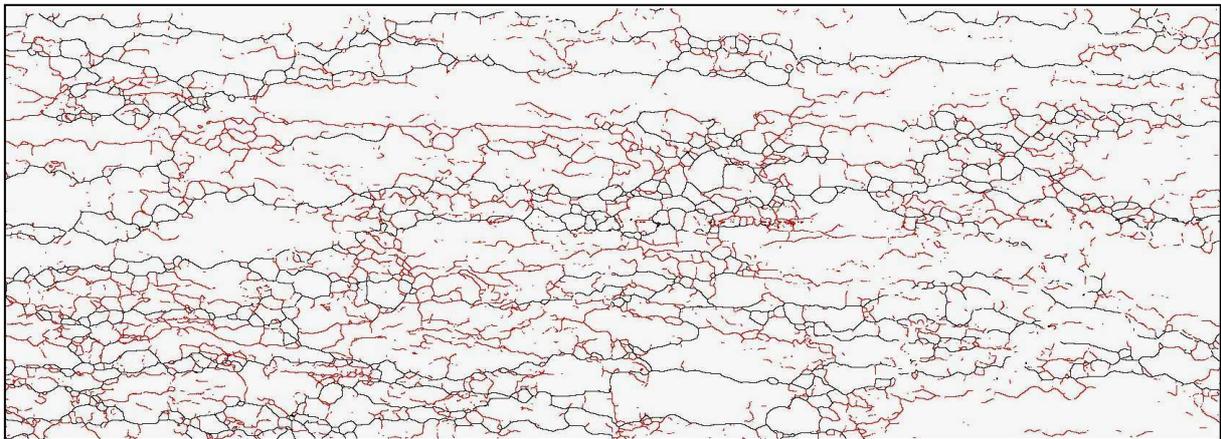


**Fig. 96.** Courbe représentant la distribution corrélée entre points voisins des angles de désorientation à  $885\text{ °C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,01\text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

La courbe (Fig. 96) présente un maximum pour les faibles désorientations (sous-joints) et un maximum entre 45 et 50° probablement associé aux interfaces entre grains d'axes de compression  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  majoritaires dans la texture de déformation. Ce maximum paraît peu prononcé à cause de l'effet d'échelle.

La distribution des désorientations peut être corrélée ou non corrélée. La distribution non corrélée contient des informations concernant la désorientation entre points placés de manière aléatoire. La distribution corrélée est la plus souvent utilisée. Les angles de désorientation sont mesurés entre points voisins. Elle permet de déterminer les proportions de parois de fortes (% HAB) et de faibles (% LAB) désorientations et de déterminer l'angle de désorientation moyen  $\theta_m$  entre deux interfaces.

La notion de grain selon la définition conventionnelle, c'est-à-dire entièrement délimité par un joint de forte désorientation, n'est donc pas un moyen suffisant pour caractériser ces structures. En effet, la prise en compte de tous les joints, qu'ils soient « ouverts » ou « fermés », est importante car leur contribution aux propriétés mécaniques ne doit sans doute pas être négligée. Le dernier chapitre, traitant de modélisation, approfondit cette question et sépare les différents cas de figure.



**Fig. 97.** Cartographie EBSD représentant les joints (en noir) et sous-joints (en rouge) à  $T = 915 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon = 1$

Sur la cartographie (Fig. 97) sont représentées en rouge les parois de faibles désorientations, comprises entre 2 et 15°, c'est-à-dire les sous-joints (LAB). Les parois de fortes désorientations sont représentées en noir et correspondent aux joints (HAB), c'est-à-dire pour tous les angles supérieurs à 15°. Le pourcentage de LAB est de 69 % et celui des HAB est de 31 %.

**Tab. 17.** Tableau regroupant les différents paramètres calculés par le logiciel hkl pour différentes températures à  $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$

Type d'essai	Pourcentage LAB	Pourcentage HAB
885 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	67	33
900 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	75	25
915 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	69	31
930 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	70	30
945 °C / 0.01 s <sup>-1</sup>	71	29

Les valeurs des pourcentages de sous-joints et de joints sont présentées dans le tableau 17. La proportion est d'environ 2/3 – 1/3.

Les composantes de textures majoritaires sont celles attendues pour une structure cubique centrée c'est-à-dire une forte présence des axes cristallographiques <100> et <111> et très peu de <110>.

#### 4.4. Conclusion

Les alliages de titane et plus particulièrement l'alliage Ti-17 sont des matériaux à forte énergie de faute d'empilement et sont régis par les mécanismes de recristallisation dynamique continue. Les mécanismes élémentaires contrôlant la recristallisation dynamique continue sont l'écroutissage, la restauration dynamique et la migration des joints.

Des essais de compression ont été réalisés à des déformations de l'ordre de  $\epsilon=1$  (déformations faibles) et une étude rhéologique a été conduite pour observer notamment l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Les résultats sont conformes à ceux attendus pour des alliages de titane. Les microstructures obtenues pour la gamme de température de 885 °C à 945 °C et pour la gamme de vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> à 1 s<sup>-1</sup> sont en accord avec les observations habituelles pour la déformation à chaud et pour ce type d'alliage : la taille des cristallites augmente et par conséquent, la contrainte diminue lorsque la température augmente et lorsque la vitesse diminue ce qui est conforme avec ce qui est attendu.

Des essais de torsion ont également été réalisés à des déformations atteignant  $\epsilon=20$  (déformations élevées). Les microstructures obtenues sont un ensemble de cristallites ayant atteint une taille moyenne stationnaire. La microtexture observée représente la fibre D2, typique des alliages cubiques centrés.

---

Une étude post-dynamique a été réalisée pour différents temps de maintien. Elle montre une recristallisation métadynamique rapide. A partir de seulement 2 min de maintien, le taux de recristallisation est de 30 %. A partir de 3 min de maintien, la recristallisation post-dynamique a quasiment "effacé" la structure initiale au profit de nouveaux grains recristallisés. Les résultats obtenus vont dans le même sens que ceux obtenus par Chaussy [1996].

Une étude microtexturale a été réalisée pour les essais de compression. Cette dernière a montré deux fibres de texture prédominantes pour l'alliage Ti-17, les fibres  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , toutes deux parallèles à la direction de compression. La fibre d'orientation  $\langle 100 \rangle$  est connue pour être très stable et facilement déformable à cause de son facteur de Schmid élevé. Les sous-grains orientés  $\langle 100 \rangle$  semblent consommer les sous-grains orientés  $\langle 111 \rangle$ . Ces mêmes phénomènes ont été étudiés dans les travaux de Primig [2011] dans le cas du molybdène et Girinon [1999] dans le cas du Ti-10V-2Fe-3Al dans le domaine  $\beta$ .

# **Chapitre V**

## **Modélisation de la déformation à chaud**



## 5. Modélisation de la déformation à chaud

La simulation numérique présentée dans ce chapitre reprend en grande partie le modèle de recristallisation dynamique continue de Gourdet-Montheillet décrit dans le chapitre 2.

Mais notre modélisation, transposée au cas de l'alliage Ti-17 et dans le but de satisfaire les attentes de l'industriel, s'est voulue plus large en décrivant les différents mécanismes se produisant au cours de la déformation à chaud.

Il a donc fallu différencier plusieurs cas de figure, basés sur la quantité de déformation. En effet, trois cas se présentent : les faibles déformations ( $\epsilon < 1$ ), les déformations modérées ( $1 < \epsilon < 5$ ), et les fortes déformations ( $\epsilon > 5$ ) comme le montre l'étude de Montheillet et al [2012].

Pour les faibles déformations ( $\epsilon < 1$ ) et dans le cas d'essais de compression uniaxiale, les grains initiaux sont aplatis et s'allongent perpendiculairement à la direction de compression. En se déformant, les joints de grains ondulent et forment des serrations ce qui est caractéristique de la recristallisation dynamique géométrique (cf. ch.2, § 2.5.2). Les grains s'orientent de manière préférentielle (texture). Simultanément, la structure interne des grains évolue, les sous-joints se désorientent progressivement, on dit que le grain se "fragmente". Certains sous-joints atteindront une désorientation suffisante pour devenir des joints de grains. C'est la définition de la recristallisation dynamique continue (RDC).

A ce stade de la déformation la RDC n'est que commençante et n'a pas encore de rôle prépondérant. Les mécanismes principaux sont la recristallisation dynamique géométrique (RDG) et la convection de la matière qui laissent encore l'entière place aux joints initiaux qui se déplacent, d'une part par convection de la matière, et d'autre part en migrant par rapport à celle-ci.

Pour les déformations modérées ( $1 < \epsilon < 5$ ), les deux mécanismes principaux, c'est-à-dire la RDC et la RDG sont complémentaires et jouent un rôle important.

Pour les fortes déformations ( $\epsilon > 5$ ), la RDC est le mécanisme principal. Le régime stationnaire au niveau de la taille de cristallites est quasiment atteint. Le régime stationnaire en contrainte est atteint quant à lui, pour des déformations avoisinant  $\epsilon = 20$ .

La modélisation présentée ci-dessous traite des mécanismes de déformation à chaud dans les trois cas de figure. Le cœur du modèle de Gourdet-Montheillet a été conservé et ajusté au cas du titane, certaines lignes de code ayant été ajoutées de façon à obtenir les données de sorties souhaitées. Deux modules ont été ajoutés de façon à traiter d'une part l'évolution des grains initiaux, et d'autre part l'évolution d'une fraction recristallisée, définie plus loin dans l'exposé.

## 5.1. Modélisation des mécanismes de déformation à chaud

### 5.1.1. Présentation des modèles

Trois modèles sont présentés dans cette section. Tout d'abord, nous avons un modèle de recristallisation dynamique continue basé sur l'évolution des parois de faible désorientation, un modèle d'évolution des joints de grains initiaux et enfin un modèle d'évolution de fraction recristallisée.

#### 5.1.1.1. Modèle de recristallisation dynamique continue

Le modèle proposé permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les concevoir à partir des données expérimentales, à savoir la formation des sous-joints à très faible désorientation, la croissance de la désorientation par absorption de dislocations, la transformation en joints lorsque l'angle critique de  $15^\circ$  est atteint et la migration lente des parois (de l'ordre de 1 à 20  $\mu\text{m/s}$ ). Il a pour objectif de simuler l'évolution de la microstructure (taille et désorientation des cristaux, densité de dislocations) en prenant comme valeurs celles mesurées expérimentalement (paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique, vitesse de migration des joints, taille de grain initiale).

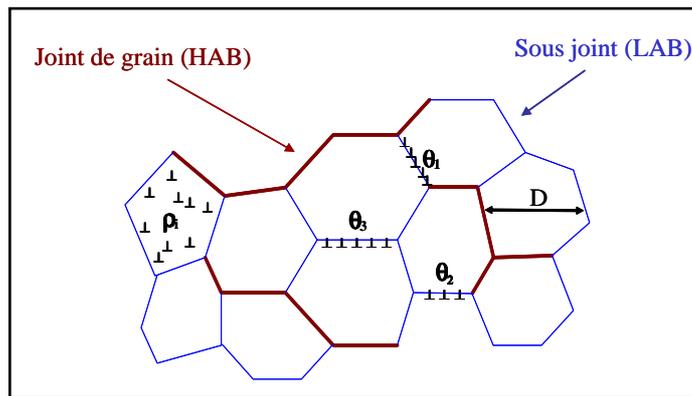
Il permet donc de vérifier si ces mécanismes élémentaires permettent effectivement de reproduire, au moins qualitativement, les principaux changements microstructuraux se produisant pendant la déformation, caractéristiques de la recristallisation dynamique continue.

On rappelle que la structure considérée est un ensemble de parois constitué de sous-joints et de joints. Les dislocations sont classées en deux catégories : les dislocations libres à l'intérieur des cristaux et les dislocations organisées en sous-joints (Fig. 13). L'évolution de cette structure avec la déformation  $\varepsilon$  est caractérisée par les paramètres suivants :

- la densité de dislocations à l'intérieur des cristaux  $\rho_i(\varepsilon)$
- la surface totale de parois par unité de volume  $S(\varepsilon)$ .
- la distribution des angles de désorientation  $\theta$  des sous-joints définie par la fonction

$\varphi(\theta, \varepsilon)$  :

$$\varphi(\theta, \varepsilon)\delta\theta = \delta S(\theta, \varepsilon) / S(\varepsilon) \quad (21)$$



**Fig. 98.** Représentation des différents éléments microstructuraux pris en compte dans le modèle [Gourdet et Montheillet, 2003]

La structure initiale est composée exclusivement de grains et donc de joints.

#### 5.1.1.2. *Modèle d'évolution des joints de grains initiaux*

Comme il a été montré dans la section précédente, le modèle RDC décrit la structure en terme de cristallites, et ce, dès le début de la déformation. Il ne tient pas compte de l'évolution des grains initiaux. Or, aux faibles déformations, les grains initiaux sont encore très présents et s'aplatissent avec la déformation pendant qu'à l'intérieur de ceux-ci, les dislocations commencent seulement à se réarranger et à former des sous-joints qui se désorientent progressivement.

Il est intéressant de connaître l'état des microstructures déformées à ces faibles déformations, en particulier pour Snecma. Il a donc fallu coupler le modèle RDC à un "module" donnant l'évolution des joints de grains initiaux. Les hypothèses et les résultats sont discutés au § 5.2.8.

#### 5.1.1.3. *Modèle d'évolution de la fraction recristallisée*

La fraction recristallisée est une notion qui intéresse beaucoup les industriels car elle donne une valeur du taux de recristallisation statique. Il est beaucoup moins aisé d'en donner une définition en recristallisation dynamique car pendant la déformation, les cristallites sont continuellement en train d'être écrouies et recristallisées. Une partie des cristallites naît et entame une phase de grossissement alors qu'une autre partie entame une phase de diminution de taille et disparaît. Statistiquement, la taille de la microstructure a atteint son régime stationnaire et donc une taille moyenne mais la microstructure comporte un gradient d'écrouissage en dynamique, et il est donc difficile de parler du taux de recristallisation à un instant  $t$ .

Pourtant, dans le cas particulier des faibles déformations, donc loin du régime stationnaire, une définition de fraction recristallisée a pu être proposée. Celle-ci est développée avec ses résultats au § 5.2.7.

### 5.1.2. Paramètres d'entrée et de sortie des modèles

Les paramètres d'entrée des modèles ne peuvent pas être tous mesurés expérimentalement. Ils sont listés dans le Tab (18). Certains ont donc dû être ajustés.

**Tab. 18.** Paramètres d'entrée du modèle complet

$r$ (s.u)	Paramètre de restauration	<i>Rapport h/r mesuré</i>
$h$ ( $\mu\text{m}^{-2}$ )	Paramètre caractérisant l'écrouissage	<i>Rapport h/r mesuré</i>
$D_0$ ( $\mu\text{m}$ )	Taille de grain initiale	<i>Mesurée</i>
$V_m$ ( $\mu\text{m/s}$ )	Vitesse de migration des joints	<i>Mesurée</i>
$\alpha$ (s.u)	Fraction de dislocations pour les sous-joints	<i>Ajustable</i>
$\sigma_e$ (MPa)	Limite d'élasticité	<i>Ajustable</i>
$T_a$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Auto-échauffement	<i>Ajustable</i>

Les paramètres de sortie des modèles, listés dans le Tab (19) ont quasiment tous été mesurés, à part la densité de dislocation totale et le volume balayé par les joints mobiles. Les mesures des autres paramètres ont permis de caler les modèles sur des valeurs propres au Ti-17.

**Tab. 19.** Paramètres principaux de sortie du modèle complet pour chaque déformation

$\sigma$ (MPa)	Contrainte d'écoulement	<i>Mesurée</i>
$D$ ( $\mu\text{m}$ )	Taille de cristallite	<i>Mesuré</i>
$I_1, I_2$ ( $\mu\text{m}$ )	Intercept moyen en z et x des grains initiaux	<i>Mesurés</i>
$\rho$ ( $\mu\text{m}^{-2}$ )	Densité de dislocations totale	<i>Non mesuré</i>
$F_{\text{rex}}$	Fraction recristallisée dynamique	<i>Mesurée</i>
$X$	Volume balayé par les joints mobiles	<i>Inconnu</i>
$\theta_m$ ( $^{\circ}$ )	Désorientation moyenne des sous-joints	<i>Mesurée</i>

### 5.1.3. Détermination des paramètres $h$ et $r$

La contrainte d'écoulement peut être évaluée, en première approximation, à partir de la relation de Laasraoui-Jonas [1991] :

$$d\rho = (h - r\rho)d\varepsilon$$

Donc lorsque  $\rho = \rho_\infty \Rightarrow d\rho = 0$

$$\Rightarrow h - r\rho = 0$$

$$\Rightarrow \rho_\infty = \frac{h}{r}$$

Comme

$$\sigma = \sigma_e + \alpha\mu b\sqrt{\rho}$$

on a

$$\sigma_\infty = \sigma_e + \alpha\mu b\sqrt{\rho_\infty}$$

$\alpha$ , constante voisine de l'unité, on en déduit :

$$\sigma_\infty = \sigma_e + \alpha\mu b\sqrt{\frac{h}{r}}$$

En prenant  $\alpha = 1$ , on a :

$$\sqrt{\frac{h}{r}} = \frac{\sigma_\infty - \sigma_e}{\mu b}$$

Dans le cas de l'alliage Ti-17,

$$b = 2,8 \cdot 10^{-10} \text{ m [Frost \& Ashby, 1982]}$$

$$\mu = 2,2115 \cdot 10^{10} - 0,5386 \cdot 10^7 \cdot T(\text{K}) \text{ Pa [Frost \& Ashby, 1982]}$$

$$\text{soit } \mu b = 4,40 \text{ Pa.m (à } T = 915 \text{ }^\circ\text{C} = 1188 \text{ }^\circ\text{K)}$$

La détermination des paramètres  $h$  et  $r$  peut se faire par l'intermédiaire de l'essai de torsion (cf. § 4.2.1). En effet, la valeur de la contrainte maximale ( $\sigma_{\max}$ ) approche la valeur de contrainte stationnaire ( $\sigma_s$ ) sans l'effet de recristallisation dynamique. On peut ainsi déduire la valeur du rapport  $h/r$  en négligeant l'adoucissement par recristallisation. Ensuite, en ajustant par itération les valeurs de taille de cristallites stationnaire et de contrainte stationnaire dans le modèle, on peut déterminer  $r$ , et donc  $h$ , car le rapport  $h/r$  reste constant pour chaque condition d'essai.  $r$  et  $h$  sont donnés par les relations suivantes :

$$r = r_0 \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-m} \exp\left( \frac{-mQ}{RT} \right) \quad h = h_0 \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \exp\left( \frac{mQ}{RT} \right)$$

$m$  et  $Q$  sont choisis en prenant les valeurs expérimentales de  $m_{\text{moy}}$  et  $Q_{\text{moy}}$  (cf § 4.1.1.3).

Dans le tableau 20 sont donnés les rapports  $h/r$  déterminés comme point de départ aux calculs en prenant les valeurs des contraintes d'écoulement maximales expérimentales (relation de Laasraoui-Jonas). Les valeurs initiales de  $\sigma_e$  sont déterminées par les premiers ajustements de la contrainte (cf. § 5.1.5).

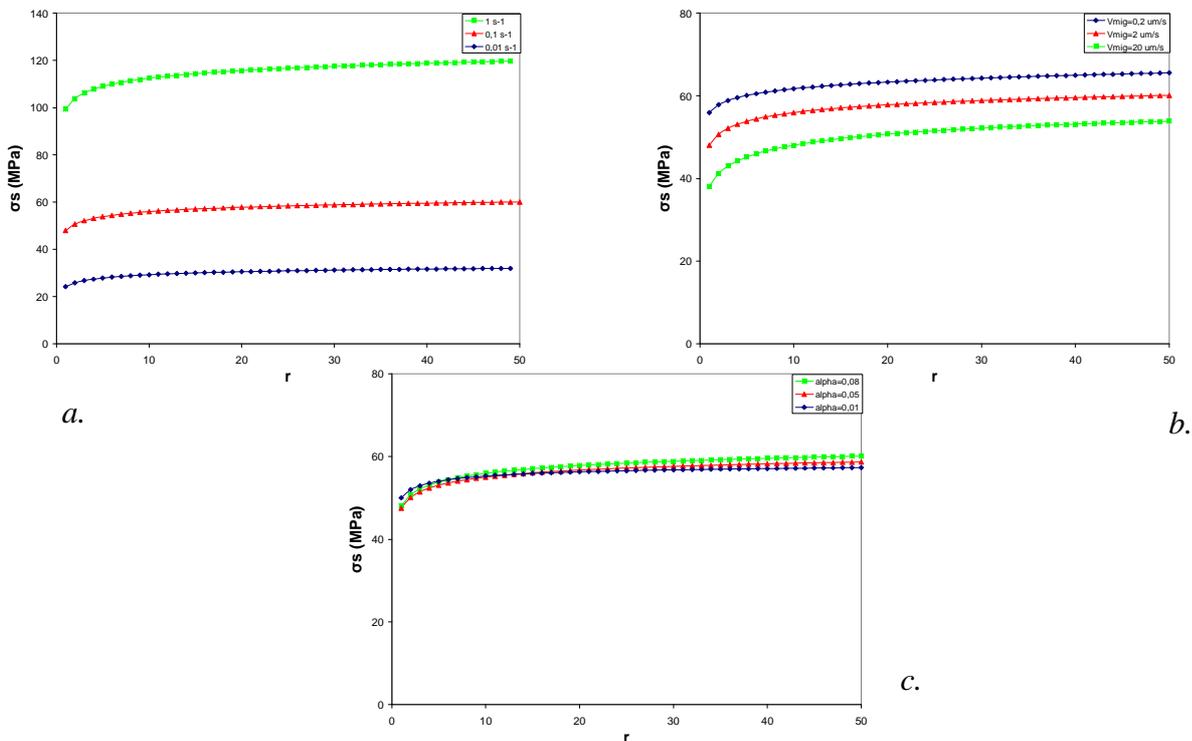
**Tab. 20.** Valeurs expérimentales de  $h/r$  et valeurs déduites de  $\sigma_e$

$\dot{\epsilon}$	$h/r$ (m/m <sup>3</sup> )	$\sigma_e$ (MPa)
0,01	$60.10^{12}$	11
0,1	$192.10^{12}$	25
1	$707.10^{12}$	41

Les premières estimations de  $r$  ont été choisies en s'inspirant des valeurs trouvées dans la bibliographie. Ensuite les valeurs de  $r$  et  $h$  ont été choisies au mieux pour caler les courbes contrainte-déformation théoriques sur l'expérience. Ces valeurs dépendent de la température  $T$ . Elles sont par conséquent affectées par l'auto-échauffement et évoluent donc au cours de la déformation.

#### 5.1.4. Etude paramétrique des principales variables du modèle

Il est intéressant d'observer comment évolue le paramètre  $\sigma_\infty$  avec  $r$  et pour différentes valeurs de  $\dot{\epsilon}$ ,  $\alpha$  et  $V_{\text{mig}}$ . Les résultats sont donnés par les figures 99.a, b, c à 915 °C.

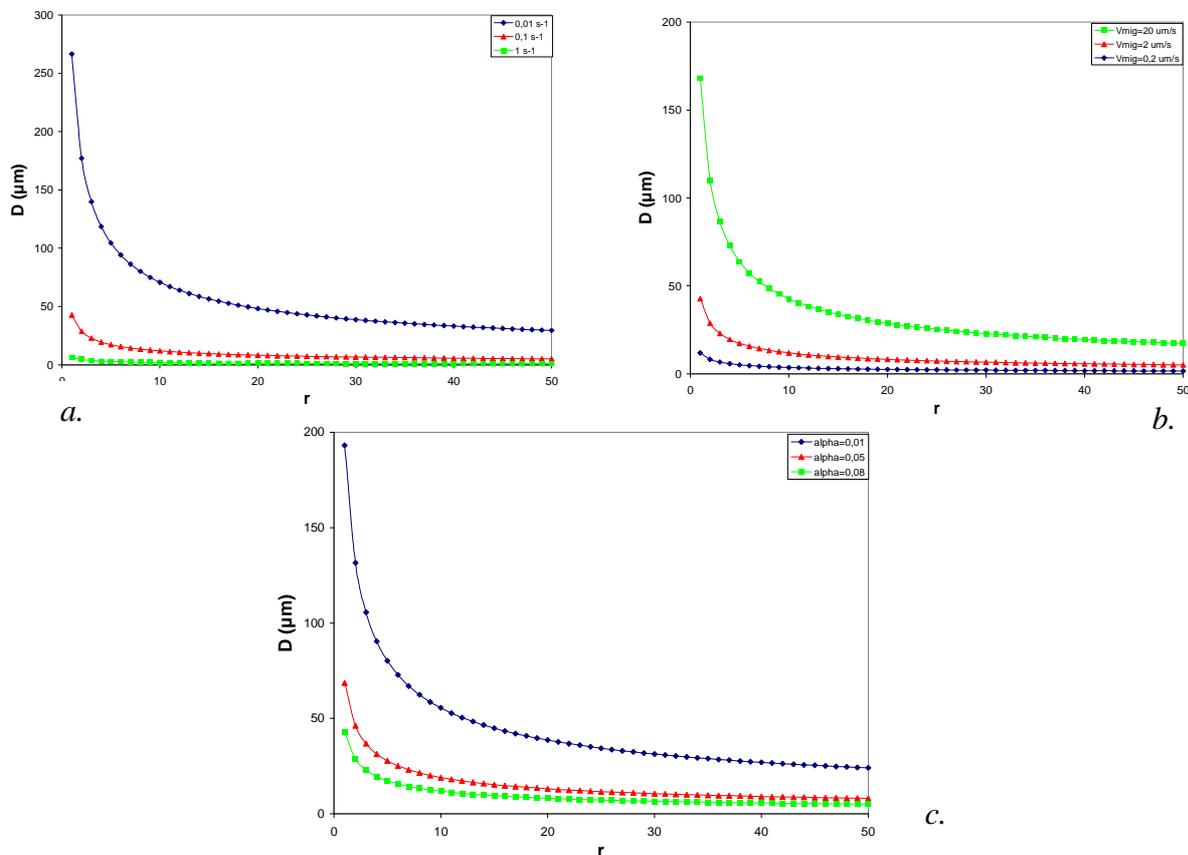


**Fig. 99.** Courbes paramétrées représentant la contrainte stationnaire en fonction de  $r$  à 915 °C (Lorsqu'un paramètre varie, les 2 autres sont fixés à :  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ ,  $V_{\text{mig}} = 2 \text{ um/s}$  et  $\alpha = 0,1$ )

La contrainte stationnaire augmente avec la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) alors qu'elle diminue quand la vitesse de migration des joints augmente ( $V_{mig}$ ). Enfin, le paramètre  $\alpha$  a peu d'effet sur la contrainte stationnaire.

Le paramètre de restauration  $r$  joue un rôle minime sur la contrainte stationnaire. Quand  $r$  augmente, la contrainte stationnaire augmente légèrement. Les variations les plus importantes sont observées pour des vitesses de déformation, des vitesses de migration et des valeurs de  $\alpha$  élevées.

Il est aussi intéressant d'observer comment évolue le paramètre  $D$  en fonction de  $r$  et pour différentes valeurs de  $\dot{\epsilon}$ ,  $\alpha$  et  $V_{mig}$ . Les résultats sont donnés respectivement par les figures 100.a, b, c.



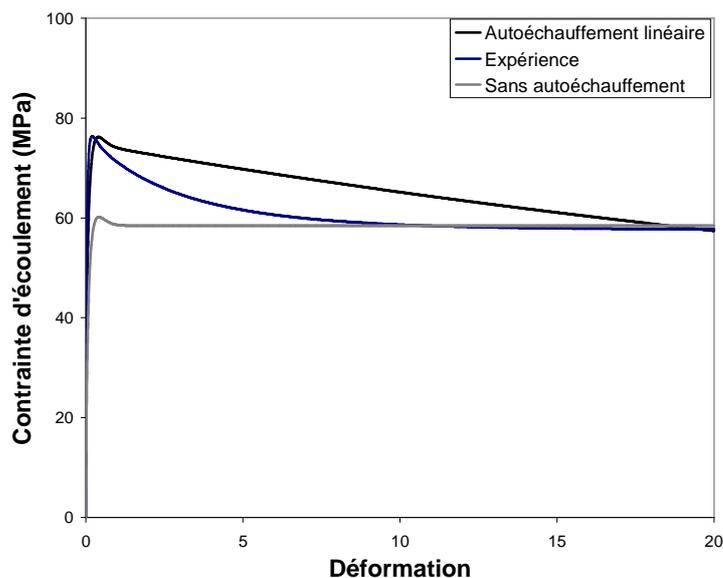
**Fig. 100.** Courbes paramétrées représentant la taille de cristallites au régime stationnaire en fonction de  $r$  à 915 °C (Lorsqu'un paramètre varie, les 2 autres sont fixés à :  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ ,  $V_{mig} = 2 \mu\text{m/s}$  et  $\alpha = 0,1$ )

Le paramètre de restauration  $r$  joue un rôle plus important sur la taille de cristallites stationnaire. Quand  $r$  augmente, la taille de cristallites au régime stationnaire  $D$  diminue significativement. Les variations les plus importantes sont observées pour des vitesses de déformations faibles, des vitesses de migration élevées et des valeurs de  $\alpha$  basses.

L'augmentation du paramètre  $r$  permet d'affiner significativement la taille de cristallite.

### 5.1.5. Ajustement de la contrainte d'écoulement

Les trois courbes de la figure 101 représentent l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation. La courbe grise modélise la contrainte d'écoulement sans limite d'élasticité et avec un auto-échauffement nul. Cette courbe présente très peu d'adoucissement, elle est donc assez éloignée de la courbe expérimentale pour les déformations faibles et modérées. Par contre, elle possède un régime stationnaire qui est ajusté à celui de la courbe expérimentale.



**Fig. 101.** Courbes contrainte-déformation modélisées

La courbe noire modélise également la contrainte d'écoulement mais il est adjoint une limite d'élasticité de 25 MPa et un auto-échauffement linéaire. Cette courbe représente mieux la réalité que la courbe grise mais n'est pas satisfaisante car elle est assez éloignée de la courbe réelle pour les déformations modérées. Le deuxième inconvénient est qu'il n'y a pas de régime stationnaire car on a un auto-échauffement linéaire et croissant.

Ce phénomène d'adoucissement du matériau peut être attribué en grande partie à l'auto-échauffement. L'auto-échauffement adiabatique est défini par la relation suivante :

$$\Delta\theta = \frac{W}{\rho C} = \frac{\int \sigma d\varepsilon}{\rho C} = \frac{\sigma_{\text{moy}} \varepsilon}{\rho C}$$

avec  $W$  : chaleur dégagée par la déformation par unité de volume ( $\text{J}/\text{m}^3$ )

$\rho$  : masse volumique ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )

$C$  : chaleur spécifique ( $\text{J}/\text{kg}/\text{K}$ )

L'échauffement est considéré adiabatique seulement pour les faibles déformations.

Au-delà, l'essai n'est ni adiabatique, ni isotherme mais suit un chemin thermique plus complexe.

En effet, l'auto-échauffement est important en tout début de déformation, la température augmente. La machine de compression va réguler cette hausse brutale de la température mais de façon très douce. Dans la modélisation, ce phénomène est pris en compte par l'utilisation d'une fonction exponentielle décroissante. La décroissance est monotone et la fonction possède une asymptote horizontale, ce qui permet d'avoir un palier de température.

L'inconvénient est qu'à la fin de l'essai, la machine est supposée avoir régulé la température sur la valeur initiale, ce qui n'est pas notre cas.

Nous proposons donc de modéliser cet auto-échauffement en le faisant évoluer de manière exponentiellement décroissante avec la déformation tel que l'illustre la relation ci-dessous et la figure 102, et en adjoignant une limite d'élasticité  $\sigma_e$ .

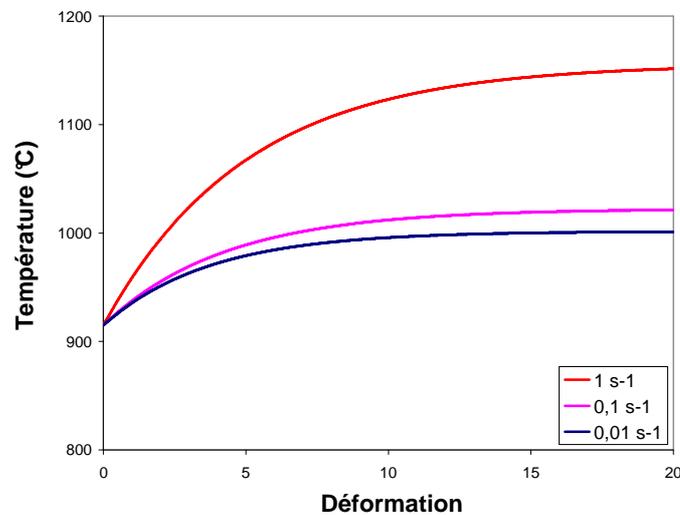
$$\delta T = T_a \exp(-\varepsilon/\varepsilon_r) \delta \varepsilon \text{ avec } \varepsilon_r = k_r \dot{\varepsilon}$$

$k_r$  : temps de relaxation

$\varepsilon_r$  : paramètre caractérisant la décroissance de l'exponentielle

$T_a$  : constante d'auto-échauffement (explicitée au §. 5.1.5.1)

### 5.1.5.1. Prise en compte d'un auto-échauffement



**Fig. 102.** Chemin de température modélisé

L'auto-échauffement proposé (Fig. 102) reste relativement raisonnable pour les faibles vitesses de déformation et les faibles déformations. La courbe de température pour  $1 \text{ s}^{-1}$  semble donner des valeurs très élevées.

Des informations complémentaires concernant la régulation du four sont nécessaires. En effet, pour des essais réalisés à de faibles vitesses de déformation, le four doit réguler sa température interne, mais de façon très progressive à cause de l'inertie thermique.

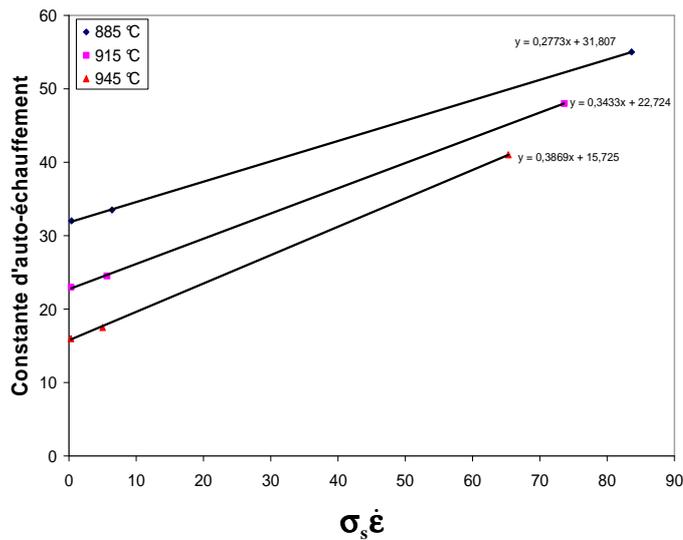
Par contre, aux vitesses plus élevées, le four n'a pas le temps de réguler sa température interne et il est attendu que l'auto-échauffement, plus important à ces vitesses de déformation, contribue à augmenter significativement la température de l'éprouvette pendant la déformation.

Il serait donc intéressant de pouvoir quantifier expérimentalement l'auto-échauffement réel ainsi que le temps de régulation du four et sa cinétique.

La constante d'auto-échauffement  $T_a$  varie en fonction de la contrainte stationnaire multipliée par la vitesse de déformation selon une loi affine telle que :

$$T_a = a(T)\sigma_s \dot{\epsilon} + b(T)$$

Le coefficient d'auto-échauffement varie en fonction de la puissance plastique  $\sigma_s \dot{\epsilon}$ , convertie ici intégralement en chaleur (Fig. 103).



**Fig. 103.** Variation de la constante d'auto-échauffement  $T_a$

- Calcul de l'auto-échauffement adiabatique à 915 °C,  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$  :

$$\Delta\theta = \frac{\sigma_{\text{moy}} \epsilon}{\rho C} = \frac{84000000 \times 1}{4507 \times 522.5} = \mathbf{36 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

- Calcul de l'auto-échauffement modélisé à 915 °C et  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$  :

$$\delta T = \mathbf{23 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

Les deux valeurs obtenues sont en cohérence. Cette augmentation de température (non régulée) reste raisonnable.

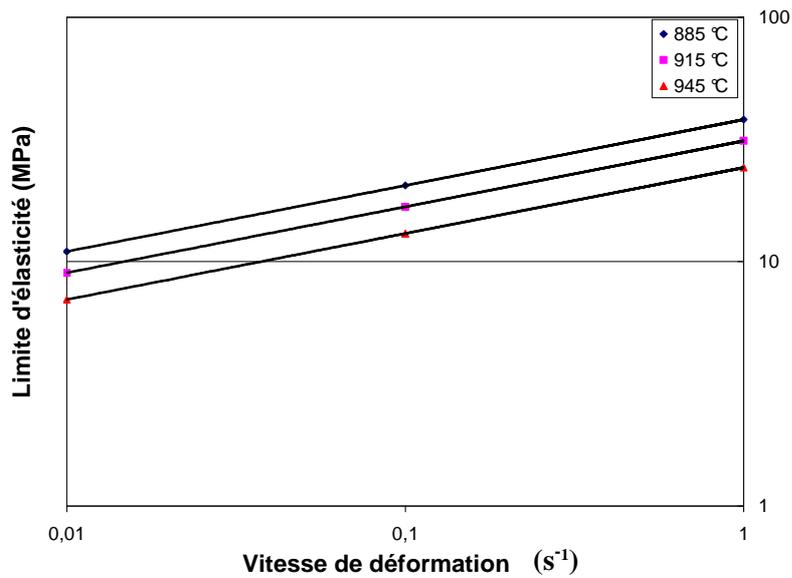
### 5.1.5.2. Prise en compte d'une limite d'élasticité

Une limite d'élasticité  $\sigma_e$  a été prise en compte dans la modélisation pour ajuster la courbe contrainte-déformation expérimentale. Elle existe physiquement mais reste très difficile à déterminer.

La limite d'élasticité modélisée varie selon une loi puissance telle que :

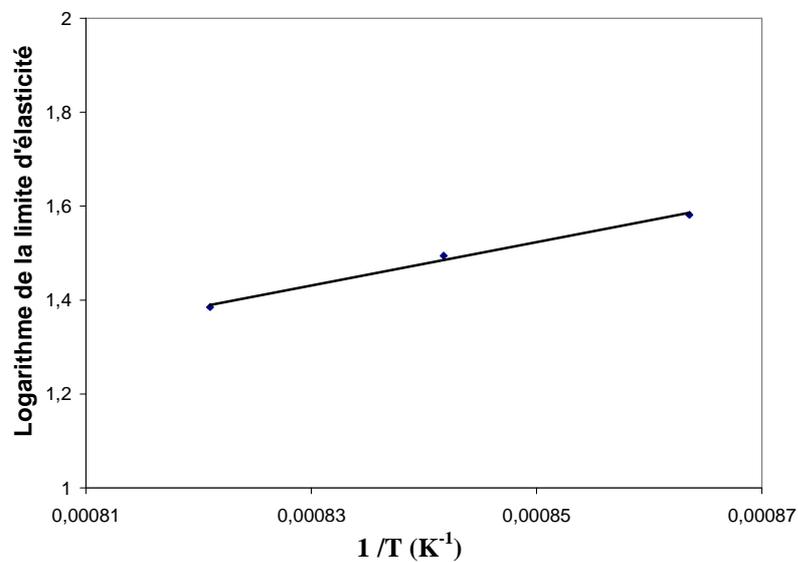
$$\sigma_e = k \left( \frac{1}{T} \right) \dot{\epsilon}^m$$

avec  $m$ , coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.



**Fig. 104.** Variation de la limite d'élasticité à trois températures

Sur la figure 104,  $\sigma_e$  augmente avec la vitesse de déformation et diminue quand la température augmente.



**Fig. 105.** Variation de la fonction  $k(1/T)$

Le logarithme de la limite d'élasticité varie linéairement avec l'inverse de la température (Fig. 105)

### 5.1.6. Migration des joints de grains

#### 5.1.6.1. Théorie

Les joints de grains sont définis dans un matériau cristallin comme des interfaces homophases, c'est-à-dire situées entre deux cristaux de même structure et de même composition. Pendant la déformation, ces joints sont amenés à migrer.

Un joint de grains peut se déplacer par rapport à l'ensemble formé par les deux cristaux qu'il sépare. Cette migration implique, à l'échelle atomique, qu'un certain nombre d'atomes dont l'arrangement correspondait au réseau de l'un des cristaux vont se trouver disposés suivant le réseau de l'autre cristal. Il n'y a pas, généralement, de transport de matière à grande distance, mais seulement une réorganisation locale des atomes. Pour que la migration se produise spontanément, il faut qu'il existe une force motrice, c'est-à-dire que le déplacement du joint se traduise par une réduction de l'énergie libre du métal. Il faut également que la mobilité des joints  $M$ , donc la température, soit suffisamment élevée pour que le phénomène ait lieu dans des durées accessibles. Schématiquement, on pourra poser entre la vitesse de migration  $V_m$  et la force motrice  $F$  une relation du type :

$$\begin{aligned} V_m &= M.F \\ \Rightarrow V_m &= M(E_1 - E_2) = M(\rho_1 \tau - \rho_2 \tau) \\ \Rightarrow V_m &= M\tau(\rho_1 - \rho_2) \end{aligned}$$

Avec

$\rho$  longueur de dislocation par unité de volume ( $\mu\text{m}/\mu\text{m}^3$  ou  $\text{m}/\text{m}^3$ )

$\tau = \mu b^2$  énergie de ligne d'une dislocation ( $\text{eV}/\text{\AA}$  ou  $\text{J}/\text{m}$  ou  $\text{MPa}/\mu\text{m}^2$ )

$M\tau$  ( $\mu\text{m}^3/\text{s}$ )

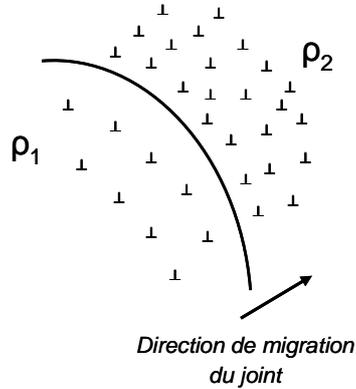
La mobilité influe sur la vitesse de migration et dépend de la température, de la structure du joint et même éventuellement de la force motrice.

Cette dernière peut être vue comme une analogie avec la pression d'air sur une membrane. La zone où les dislocations sont les plus nombreuses "attire" le joint. On peut donc dire que le joint se déplace vers la zone où la densité de dislocations  $\rho_i$  est la plus élevée, comme le montre la figure 106.

Cette force motrice a une influence fondamentale sur la vitesse de migration des joints de grains : celle-ci est d'autant plus rapide que la force motrice est plus grande. Le terme de force motrice demande d'ailleurs à être précisé car lorsque plusieurs de ces forces agissent simultanément, certaines peuvent s'exercer en sens opposé de la force motrice principale, comme le montre la figure 107.

Si un modèle simple permet de prévoir une relation de proportionnalité entre les deux grandeurs, l'expérience révèle de nombreux cas où il n'en est pas ainsi.

On peut remarquer également que l'orientation relative des cristaux en présence ainsi que l'orientation du plan de joint jouent un rôle important sur la migration de celui-ci, mais également, la présence d'éléments étrangers, lorsqu'ils sont en solution solide ou lorsqu'ils forment des précipités (Zener pinning), qui provoque un ralentissement considérable de la migration des joints.

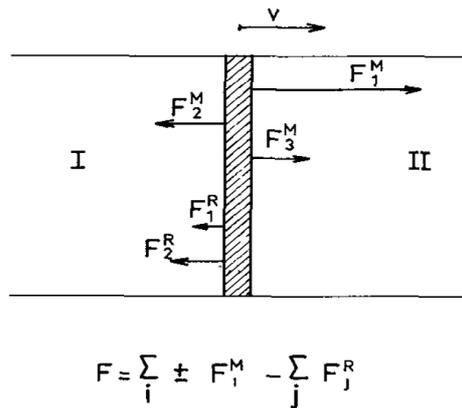


**Fig. 106.** Direction de migration d'un joint en fonction du  $\Delta\rho$

Comme tout phénomène activé thermiquement, quand la température s'élève, la diffusion est plus rapide et la mobilité du joint de grains augmente.

Quand la température augmente, la restauration dynamique est elle aussi plus active, les dislocations s'éliminent plus facilement et donc  $\rho_{moyen}$  diminue ainsi que  $\Delta\rho = \rho_1 - \rho_2$ .

Pourtant, quand la température s'élève, la vitesse de migration des joints de grains augmente : c'est parce que la mobilité l'emporte sur la force motrice  $\Delta\rho$  (Fig. 107). Il faut noter que  $\mu$  diminue également quand la température augmente.



**Fig. 107.** Forces agissant sur un joint qui migre à la vitesse V [Dimitrov, 1975]

$F^M =$  forces motrices.  $F^R =$  forces retardatrices

Dans la suite de l'étude, les joints ont une vitesse de migration  $V_m$ , et sont considérés uniquement comme des puits pour les dislocations.  $V_m$  est considéré comme une variable simple du modèle. Ni la mobilité ni la force motrice ne sont prises en compte car ce sont des paramètres difficilement mesurables expérimentalement.

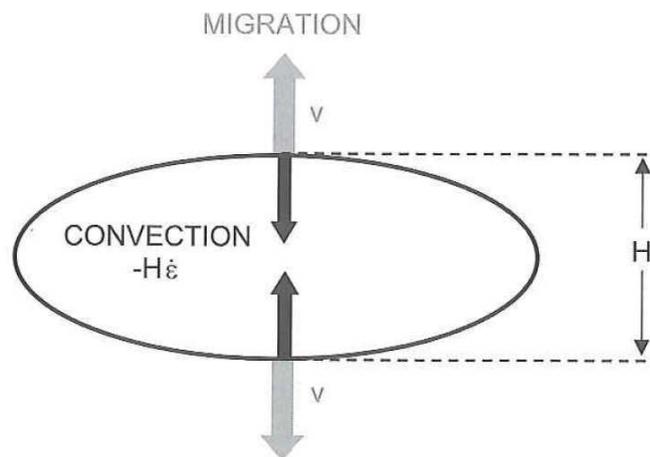
Les sous-joints sont définis par leur angle de désorientation minimale  $\theta$  et leur fraction respective  $\Phi(\theta)d\theta$  comprise entre  $\theta$  et  $\theta+d\theta$ .

La figure 108 montre schématiquement un grain moyen aplati par la compression. En appliquant l'approximation classique de Taylor (déformation uniforme), on a :

$$H_G = H_0 \exp(-\epsilon)$$

où  $H_G$  et  $H_0$  désignent respectivement l'épaisseur du grain en cours de déformation et celle du grain initial.

Dans un même temps, la migration apparente des joints va en sens opposé avec une vitesse  $V$  (Fig. 108).



**Fig. 108.** Représentation schématique d'un grain moyen [Gourdet & Montheillet, 2002]

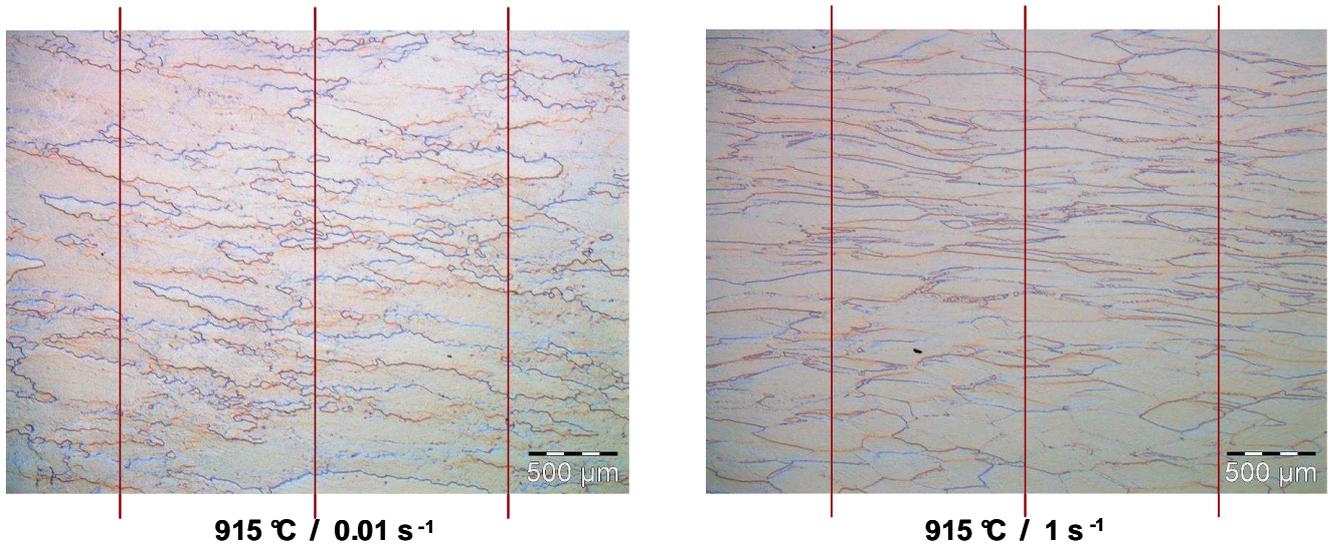
La figure 108 montre que :

$$\dot{H} = -H\dot{\epsilon} + 2V$$

où  $V$  désigne la vitesse de migration moyenne. Le premier terme correspond au taux d'aplatissement géométrique  $\dot{H}_G$ , tandis que le second est associé à la croissance générée par le mouvement opposé des joints vers l'extérieur du grain [Chovet-Sauvage, 2000 ; Gourdet et al., 1997].

### 5.1.6.2. Données expérimentales

Le principe de détermination indirecte de la vitesse de migration des joints consiste tout d'abord à considérer qu'à partir d'une vitesse de déformation suffisamment élevée, les joints n'ont pas le temps de migrer et par conséquent leur vitesse est nulle. Ensuite, pour des vitesses de déformation inférieures, la mesure statistique des intercepts parallèles à la direction de compression permet d'évaluer quelle distance ont parcouru les joints pendant l'essai.



**Fig. 109.** Détermination des intercepts moyens

La différence d'intercepts moyens  $I$  donne la distance parcourue par les joints mobiles pendant 100 s (Fig. 109).

A 915 °C :

$$I_2 - I_1 = 105 - 55 = 50 \mu\text{m}$$

Donc à 0,01 s<sup>-1</sup> :

$$V_{\text{app}} = 0,50 \mu\text{m/s}$$

Or d'après Gourdet & Montheillet [2002] :

$$V_m \approx 2V_{\text{app}} \quad (\text{résultat approché})$$

Par conséquent :

$V_m \approx 1 \mu\text{m/s}$

**Tab. 21.** Récapitulatif des mesures d'intercept et des vitesses de migration déduites

	<b>Nombre de mesures</b> (optique)	<b>Intercept moyen</b> ( $\mu\text{m}$ ) (optique)	<b>Intercept moyen</b> ( $\mu\text{m}$ ) (EBSD)	$V_m$ ( $\mu\text{m/s}$ ) (optique)	$V_m$ ( $\mu\text{m/s}$ ) (EBSD)
885 °C / 0,01 s <sup>-1</sup>	30	92	47	<b>0,8</b>	<b>0,46</b>
885 °C / 0,1 s <sup>-1</sup>	40	75	32	<b>3,4</b>	<b>1,6</b>
885 °C / 1 s <sup>-1</sup>	30	50	24	/	/
915 °C / 0,01 s <sup>-1</sup>	40	105	52	<b>1,0</b>	<b>0,48</b>
915 °C / 0,1 s <sup>-1</sup>	50	82	38	<b>4,6</b>	<b>2,0</b>
915 °C / 1 s <sup>-1</sup>	50	55	28	/	/
945 °C / 0,01 s <sup>-1</sup>	40	119	56	<b>1,3</b>	<b>0,52</b>
945 °C / 0,1 s <sup>-1</sup>	60	85	43	<b>5,8</b>	<b>2,6</b>
945 °C / 1 s <sup>-1</sup>	70	56	30	/	/

Les valeurs d'intercepts obtenues avec le logiciel hkl (Tab.21) sont plus faibles que celles obtenues directement sur les micrographies optiques. Une première raison peut expliquer cela par le fait que cette méthode de mesure ne différencie pas les grains initiaux des nouveaux grains formés, ce qui a tendance à minorer les valeurs attendues. Un autre critère qui rentre en ligne de compte est le manque de représentativité des cartographies EBSD. En effet, les zones observées sont beaucoup plus réduites que celles observées en optique et donc le nombre de grains observables est plus faible (une vingtaine de grains environ). Dans l'ensemble, les valeurs d'intercepts déduites avec hkl sont plutôt minorées par rapport à la vraie moyenne des intercepts n'impliquant que les grains initiaux et rassemblant de nombreuses entités.

Au contraire, les valeurs obtenues en optique sont plutôt majorées car l'attaque chimique ne révèlent pas tous les joints et a donc tendance à augmenter artificiellement la valeur d'un intercept. Le fait que la microscopie optique ne distingue pas les joints des sous-joints ne change pas beaucoup la tendance car l'acide utilisé attaque préférentiellement les parois à fortes désorientations.

Les vitesses de migration obtenues (Tab. 21) sont donc contenues dans une fourchette qui est raisonnable, ce qui va permettre d'ajuster les valeurs du modèle.

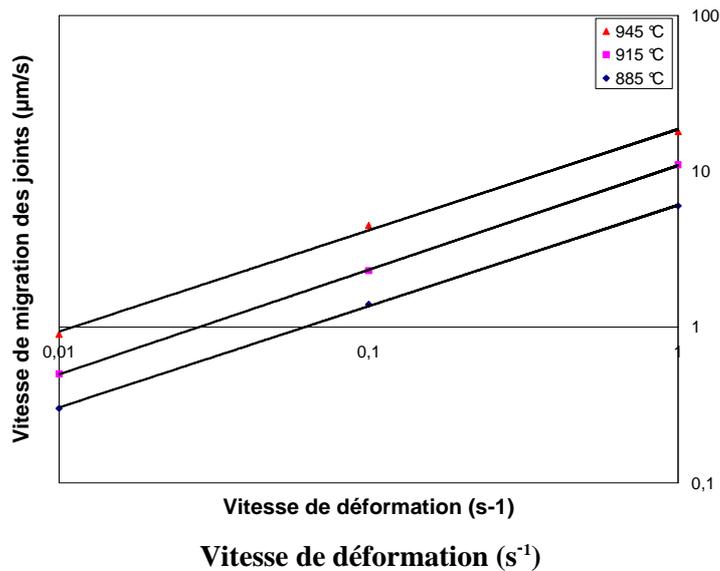
### 5.1.6.3. Modélisation

Les ajustements numériques ont donné une valeur de la vitesse de migration des joints pour chaque température et chaque vitesse de déformation.

La vitesse de migration des joints modélisée varie selon une loi puissance telle que :

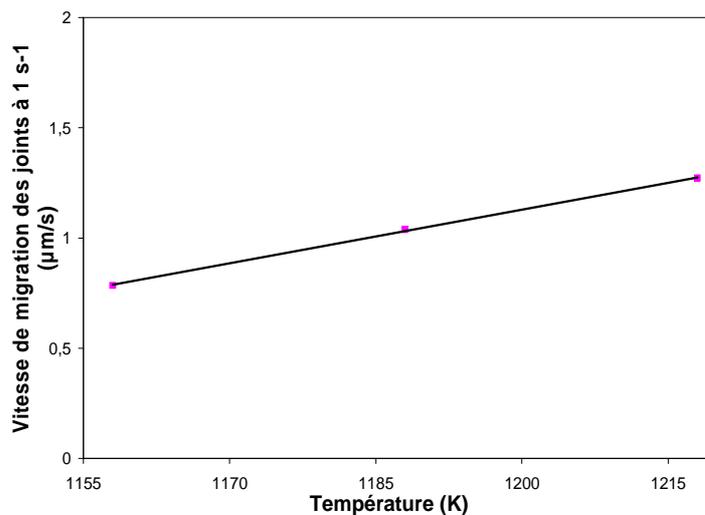
$$V_m = k(T)\dot{\epsilon}^a$$

Les régressions linéaires donnent une pente de :  $a = 0,65$  (Fig. 110).



**Fig. 110.** Variation de la vitesse de migration des joints de grains à trois températures

$V_m$  augmente avec la vitesse de déformation et avec la température.



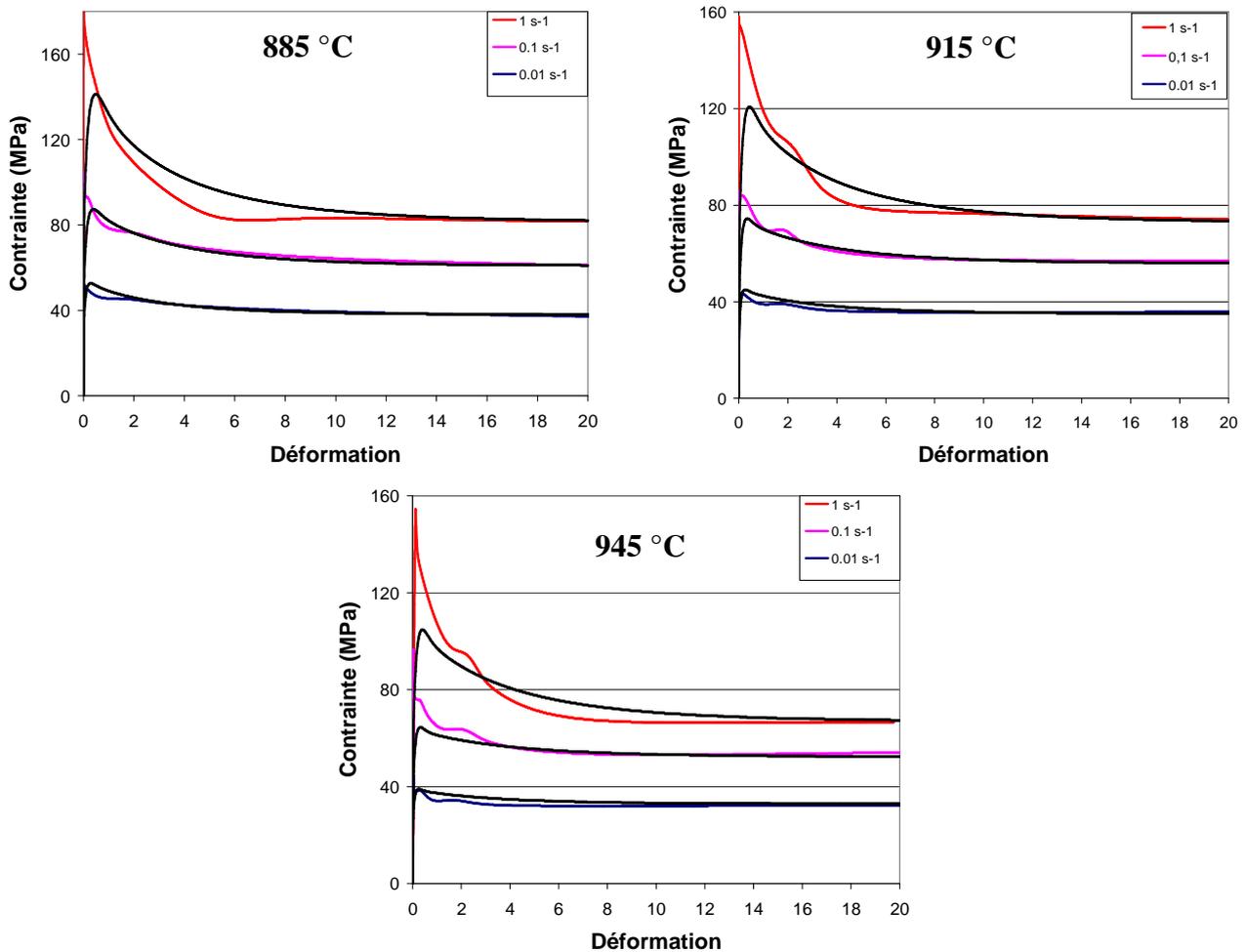
**Fig. 111.** Variation de la fonction  $k(T)$

La vitesse de migration des joints varie linéairement avec la température.

## 5.2. Résultats

### 5.2.1. Courbes contrainte-déformation

Les courbes théoriques (en noir) reproduisent globalement les courbes expérimentales (en couleur) et leur fort adoucissement (Cf. Fig. 76). Elles ont été ajustées de façon à ce que les régimes stationnaires coïncident (Fig. 112).

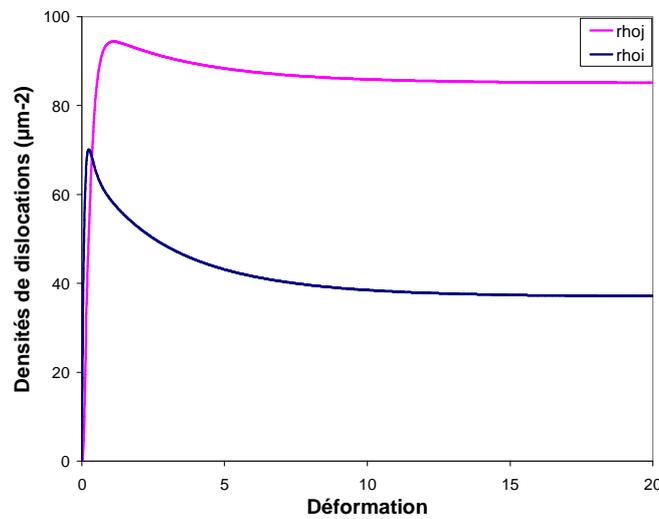


**Fig. 112.** Courbes contrainte-déformation modélisées avec tous les paramètres ajustés

Les courbes expérimentales possèdent un très fort adoucissement, que ne reproduisent pas les courbes théoriques. Seul l'auto-échauffement permet de produire cet adoucissement des courbes théoriques. Mais plus la vitesse de déformation et la température augmentent, moins la courbe modélisée prend en compte le pic initial de contrainte. En fait, pour les vitesses supérieures à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et une déformation comprise entre 0 et 0.5, les valeurs de contraintes modélisées sont plus faibles que les valeurs de contraintes expérimentales.

Il est fort probable que d'autres effets entrent en jeu et ne soient pas pris en compte par le modèle, par exemple les effets de texture ou de morphologie des grains.

### 5.2.2. Evolution des populations de dislocations



**Fig. 113.** Evolution des densités de dislocations à 915 °C et  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$

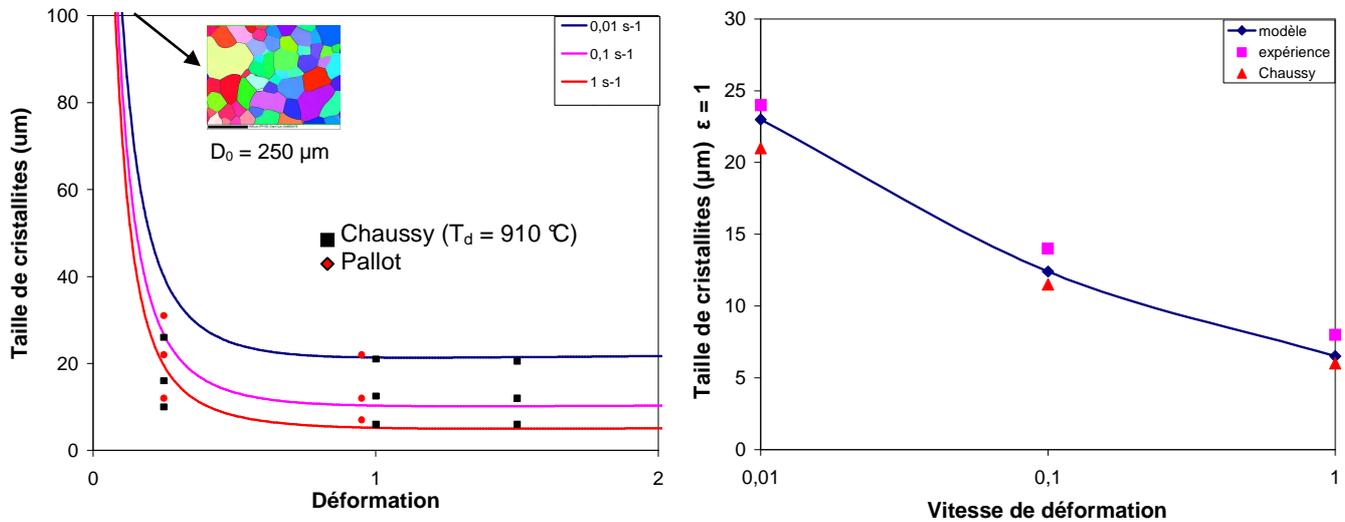
Sur la figure 113, nous distinguons deux types de dislocations : les dislocations contenues dans les parois ( $\rho_j$ ) et les dislocations libres ( $\rho_i$ ). La courbe représentant  $\rho_i$  présente un pic important que l'on retrouve dans la contrainte d'écoulement. La courbe  $\rho_j$  présente un plateau beaucoup plus rapidement et sans pic.

Ce sont essentiellement les dislocations libres qui participent à la relation définissant la contrainte d'écoulement. La relation de Castro-Fernández [1989], obtenue pour l'alliage Al-1Mg-1Mn, est telle que :

$$\sigma = \mu b (A_1 \sqrt{\rho_i} + A_2 \sqrt{\rho_{LAB}})$$

Habituellement  $A_1 = 0,9$  et  $A_2 = 0,1$ . Pour notre modèle de RDC, les valeurs choisies sont  $A_1 = 0,95$  et  $A_2 = 0,05$ .

### 5.2.3. Evolution de taille des cristallites



**Fig. 114.** Evolution de la taille des cristallites en fonction de la déformation à 915 °C (gauche)

**Fig. 115.** Evolution de la taille des cristallites à  $\epsilon = 1$  en fonction de la vitesse de déformation à 915 °C (droite)

L'évolution de la taille des cristallites en fonction de la déformation (Fig. 114) et en fonction de la vitesse de déformation à  $\epsilon = 1$  (Fig. 115) a été considérée comme *prioritaire* pour le calage des paramètres du modèle. En effet, toute une gamme de données expérimentales était à disposition, notamment les essais de la présente étude dont les valeurs sont représentées par des points rouges et ceux de Chaussy [1996] dont les valeurs sont représentées par des carrés noirs (Fig. 114). Ces points expérimentaux ont servi de base à l'ajustement des paramètres d'entrée du modèle.

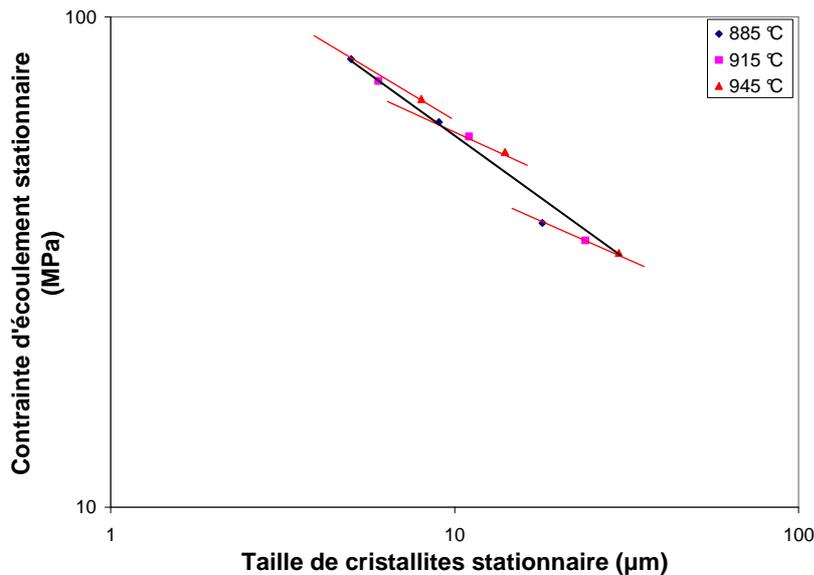
En effet, l'évolution de la taille des cristallites est une prédiction du modèle, et, par ajustements successifs, elle a permis d'estimer les valeurs de  $\alpha$  et  $V_{mig}$ , deux paramètres très sensibles vis-à-vis de la taille des cristallites. Les points expérimentaux ont été portés sur le graphe à titre de comparaison.

La figure 114 montre l'évolution de la taille de cristallites stationnaire ( $\epsilon=1$ ) en fonction de la vitesse de déformation avec le modèle, les points expérimentaux de cette étude et ceux de Chaussy [1996] pour l'alliage BetaCez, déformé quasiment dans les mêmes conditions ( $T=910$  °C).

Les points sont bien groupés ce qui montre une bonne cohérence, d'une part entre les résultats sur les deux alliages voisins Ti-17 et BetaCez, et d'autre part entre l'expérience et la modélisation.

### 5.2.4. Diagramme de Derby

Le diagramme de Derby consiste à représenter en log-log les valeurs de contraintes d'écoulement stationnaire en fonction de la taille de cristallites stationnaire. Typiquement, les points s'alignent selon une droite de pente négative comprise entre 0,5 et 0,8 [Derby, 1992].

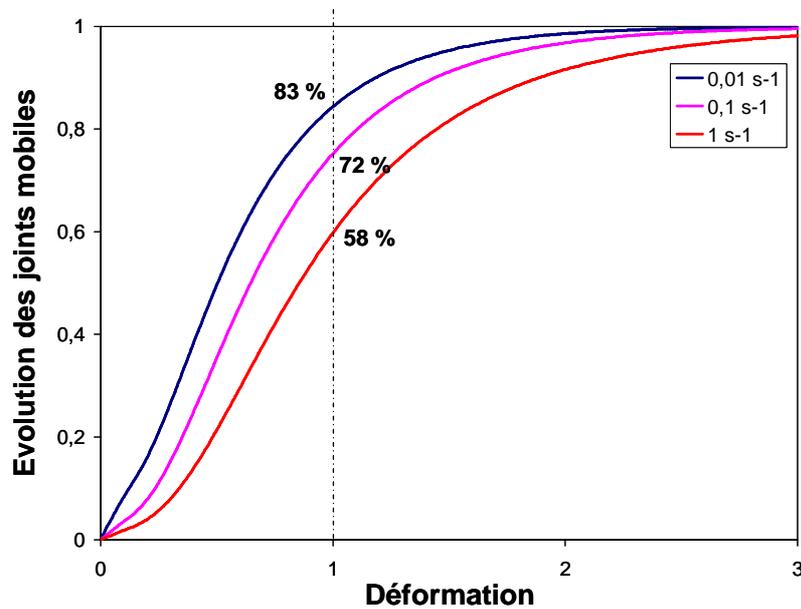


**Fig. 116.** Diagramme de Derby

La figure 116 montre que les points tirés de l'expérience s'alignent relativement bien. La pente de la droite moyenne est de 0,54.

Les pentes obtenues pour les vitesses de déformation identiques sont plus faibles que la pente moyenne. Elles sont respectivement de 0,39, 0,32 et 0,28 pour  $1 \text{ s}^{-1}$ ,  $0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $0,01 \text{ s}^{-1}$ .

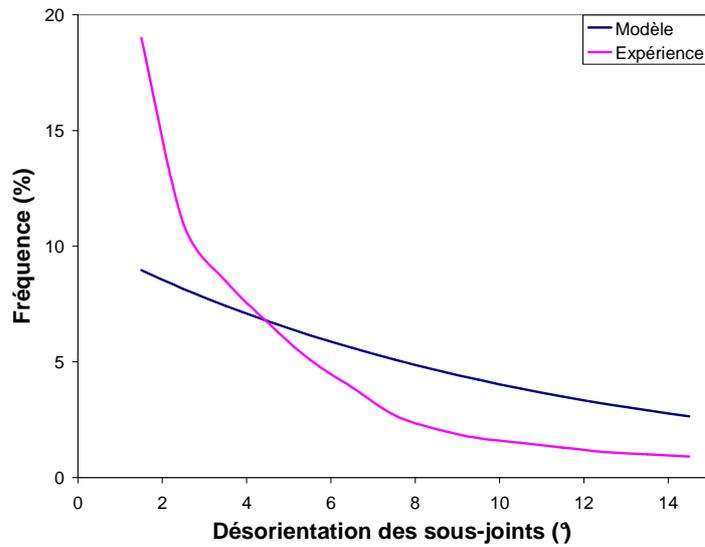
### 5.2.5. Volume balayé par les joints mobiles



**Fig. 117.** Evolution du volume balayé par les joints mobiles à 915 °C

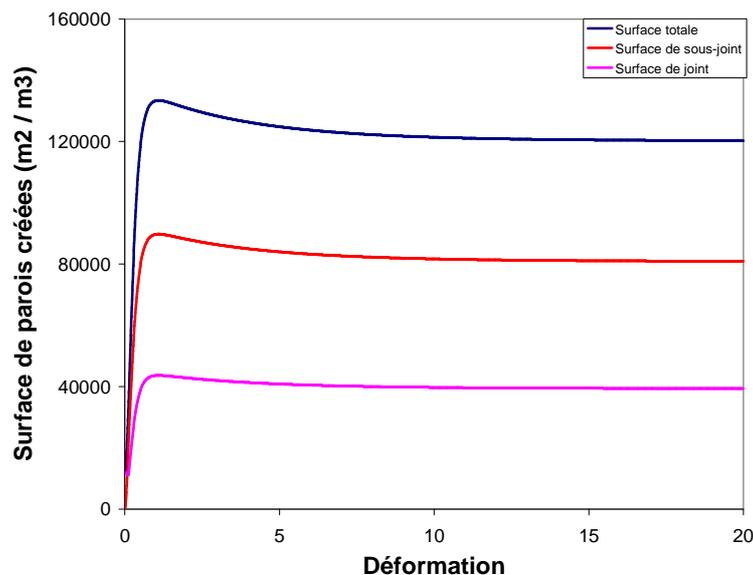
La figure 117 donne la fraction de volume balayé au moins une fois par les joints mobiles à un niveau de déformation donné. En fait, cette fraction est calculée par intégration de la partie de volume balayé  $dV$  pas encore recristallisée (volume étendu) par les joints mobile pendant un temps  $dt$ . Ces courbes sont des sigmoïdes du type Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) et tendent vers 1 au régime stationnaire. Ce régime est atteint à des déformations modérées. Par exemple, 72 % du volume total a été balayé au moins une fois par les joints mobiles pour l'essai à 915 °C,  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$  à  $\epsilon=1$ .

### 5.2.6. Désorientation des sous-joints



**Fig. 118.** Evolution de la désorientation des sous-joints à 915 °C,  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon=1$

Les courbes portées sur la figure 118 représentent la distribution de désorientation des sous-joints. La courbe expérimentale, en rose, présente une forte décroissance avec une quantité importante de parois entre 2 et 4° et ensuite une quantité moindre en progressant jusqu'à 15°. La courbe modélisée est une courbe plus plate qui ne prend pas bien en compte cette variation. La moyenne des angles de désorientation donne le même ordre de grandeur que l'expérience (comprise entre 6 et 7°), mais la distribution reste différente. Ce sont les limites actuelles du modèle.



**Fig. 119.** Surface de parois créées à 915 °C et  $0.01 \text{ s}^{-1}$

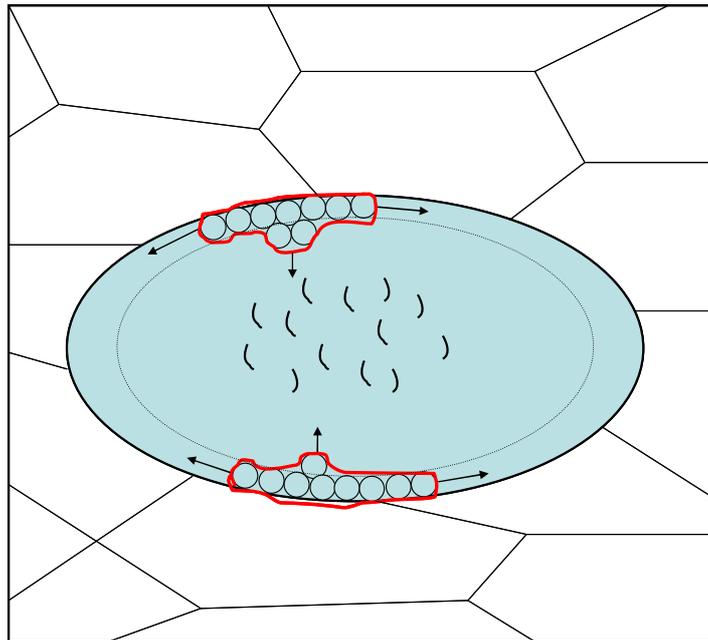
La figure 119 représente les surfaces de parois créées par la désorientation des sous-joints pendant la déformation.

## 5.2.7. Définition et évolution de la fraction recristallisée dynamique

### 5.2.7.1. Théorie

La fraction recristallisée est définie ici comme le volume de cristallites formées pendant la déformation et appartenant au "volume recristallisé".

Le grain initial type se "fragmente" pendant la déformation et forme de nouvelles entités appelées "cristallites" délimitées à la fois par des joints et des sous-joints. Cette zone (Fig. 120 *en rouge*) contenant uniquement des cristallites représente le "volume recristallisé".



**Fig. 120.** Représentation théorique de la création de nouvelles cristallites

Des parois de faible désorientation sont également créées dans le volume non encore recristallisé et constituent des frontières qui ne sont pas encore « refermées ». Les nouvelles parois issues de la fragmentation par CDRX se divisent donc en deux familles (Fig. 120).

La fraction recristallisée définie ici est donc calculée en prenant en compte le fait que toutes les parois formées ne contribuent pas à la formation des cristallites [Gaudout et al., 2008 ; Gaudout, 2009]. La fraction de parois participant à la formation des cristallites à un instant  $t$  (Fig. 121) est prise en compte par un coefficient  $\beta$  ( $0 < \beta < 1$ ). Ce coefficient représente la probabilité pour les nouvelles parois d'être impliquées dans la formation des cristallites et donc d'appartenir au volume recristallisé. La valeur de  $\beta$  dépend du niveau de déformation atteint puisque plus la déformation est importante, plus la densité de nouvelles parois est importante et plus la probabilité de trouver des parois isolées n'appartenant pas à une zone recristallisée est faible. Comme  $\beta = 0$  lorsque la première paroi est formée à  $\varepsilon = \varepsilon_0$  et que  $\beta$  doit tendre vers 1 quand  $\varepsilon \rightarrow \infty$ , on suppose :

$$\beta = 1 - \exp k_{\beta} [(\epsilon - \epsilon_0)^2]$$

Cette relation empirique avec l'exposant 2 attribué à la déformation permet de mieux ajuster l'expérience pour les faibles déformations.

Cette fonction est une sigmoïde du type loi d'Avrami.  $k_{\beta}$  est ajusté par rapport aux valeurs déterminées expérimentalement.

Le nombre de cristallites par unité de volume est donné par le rapport du volume recristallisé avec le volume d'une cristallite, ici une sphère :

$$\frac{V_{\text{rex}}}{\frac{\pi}{6} D_f^3}$$

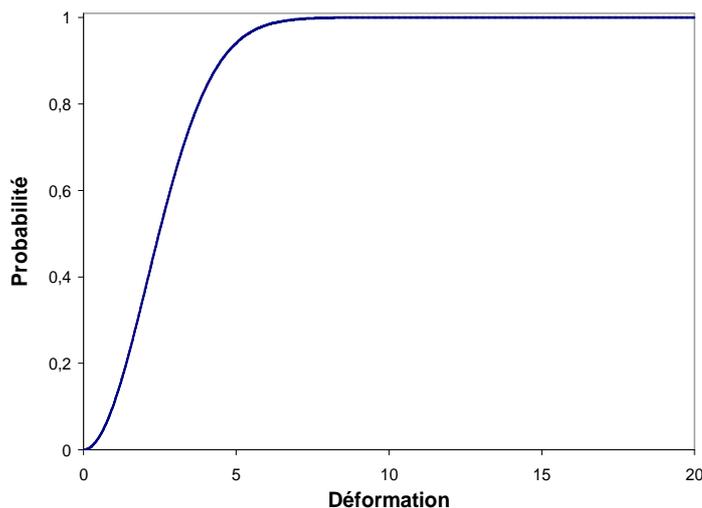
La surface créée par unité de volume est donnée par la relation :

$$\frac{V_{\text{rex}} \cdot \pi D_f^2}{2 \cdot \frac{\pi}{6} D_f^3} = \beta S$$

Un facteur 2 apparait au dénominateur car chaque cristallite possède une paroi en commun avec un voisin.

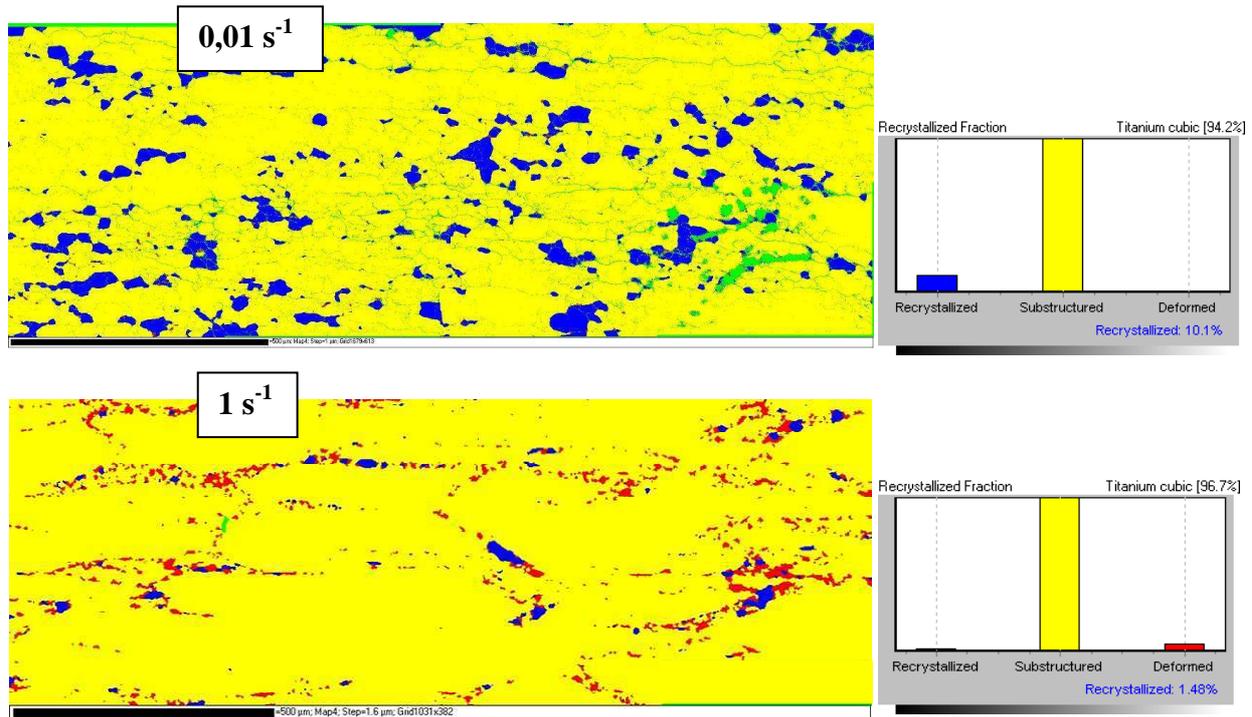
La fraction recristallisée est donc donnée par :

$$F_{\text{rex}} = V_{\text{rex}} = \frac{D_f}{3} \beta S$$



**Fig. 121.** Fraction de parois contribuant à la formation de cristallites (915 °C et 0.01 s<sup>-1</sup>)

## 5.2.7.2. Données expérimentales



**Fig. 122.** Fraction recristallisée à 915 °C et deux vitesses de déformation

La figure 122 montre en jaune les zones ayant une sous-structure, en rouge, les grains allongés et en bleu, les grains équiaxes et non écrouis, c'est-à-dire "recristallisés".

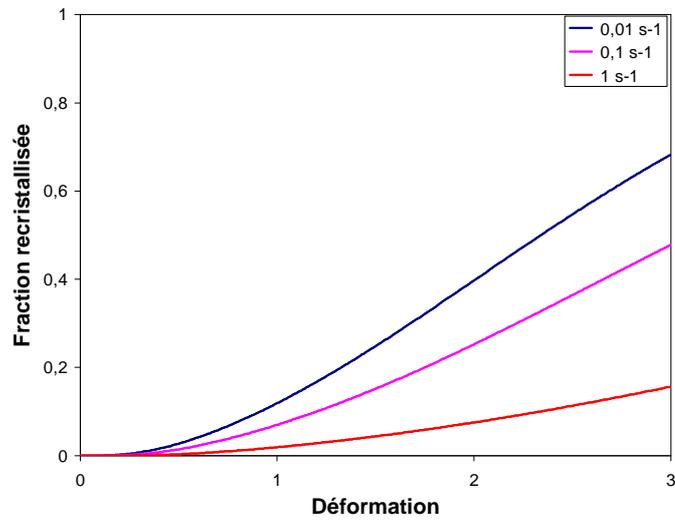
La fraction recristallisée augmente sensiblement quand la vitesse de déformation diminue, elle est par contre peu sensible à la température.

**Tab. 22.** Valeurs en pourcentage de la fraction dite "recristallisée"

	885 °C	915 °C	945 °C	$F_{\text{rex } \varepsilon=1}$ moyenne
$0,01 \text{ s}^{-1}$	14 %	9 %	11,6 %	$11,5 \pm 3 \%$
$0,1 \text{ s}^{-1}$	8 %	9,35 %	6,26 %	$7,5 \pm 2 \%$
$1 \text{ s}^{-1}$	0.8 %	1,48 %	2 %	$1,5 \pm 1 \%$

La fraction recristallisée représente la moyenne des valeurs aux trois températures (Tab. 22). L'incertitude représente quant à elle l'écart entre la moyenne et l'écart maximal arrondie au pourcent près. Quelques essais de reproductibilité (non présentés ici) ont montré que les valeurs obtenues se situent toujours dans la fourchette déterminée.

### 5.2.7.3. Modélisation



**Fig. 123.** Variation de la fraction recristallisée dynamique à 915 °C

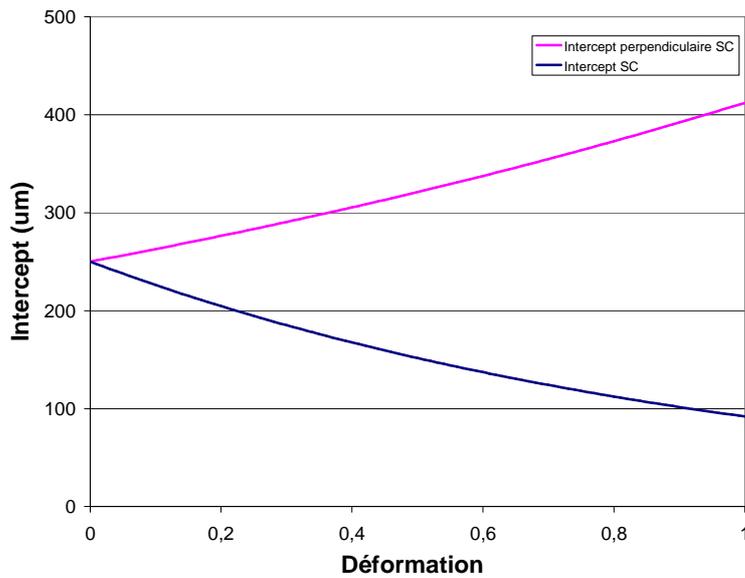
Les courbes représentées sur la figure 123 sont des sigmoïdes et l'on s'intéresse seulement aux faibles déformations. Les points expérimentaux ont servi d'ajustement des courbes modélisées à  $\epsilon = 1$ .

Un essai a été réalisé à  $\epsilon = 3$  et  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$  pour vérifier la robustesse de la modélisation de la fraction recristallisée. La valeur obtenue expérimentalement est de 15 %.

Les résultats expérimentaux sont compatibles avec ce qu'annoncent les courbes théoriques.

### 5.2.8. Evolution des grains initiaux

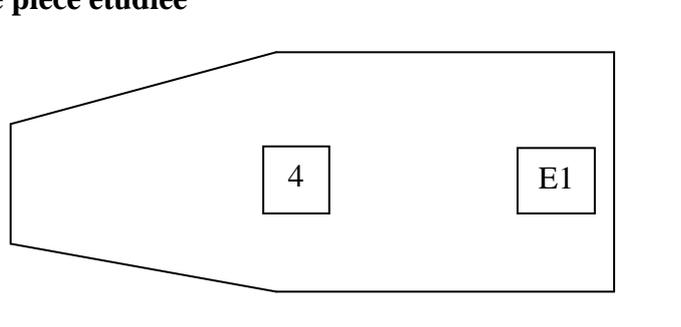
Ce module est basé sur l'hypothèse de Taylor et revient à considérer la déformation d'ellipsoïdes de révolution. L'évolution des grains initiaux donne la taille selon les deux directions perpendiculaires d'un grain moyen, sans prendre en compte la migration des joints (Fig. 124). On considère donc la déformation comme uniforme en ne prenant en compte que le mouvement de convection de la matière.



**Fig. 124.** Evolution de taille des grains initiaux

### 5.3. Application industrielle sur pièce réelle

#### 5.3.1. Type de pièce étudiée



**Fig. 125.** Représentation schématique des deux zones étudiées d'un disque aubagé de compresseur

La pièce étudiée ici (Fig. 125) représente un disque aubagé monobloc de compresseur.

Cette pièce est composée d'aubes de taille moyenne et se situe au cœur du réacteur, entre les disques de soufflantes (entrée du moteur) et les disques de turbines (sortie du moteur). La pièce représentée par la figure 125 a été divisée en plusieurs zones, liées à la morphologie et aux domaines de déformation de la pièce. Par la suite, nous nous intéresserons particulièrement à un nœud central de la zone 4 et un nœud périphérique de la zone E1.

#### 5.3.2. Les étapes de forge chez Snecma

Snecma exécute neuf étapes pour la mise en forme par forgeage de cette pièce :

Etape 1 : Préchauffe

Etape 2 : Transfert

Etape 3 : Chauffe

Etape 4 : Transfert

Etape 5 : Attente

Etape 6 : Forge

Etape 7 : Attente

Etape 8 : Transfert

Etape 9 : Refroidissement

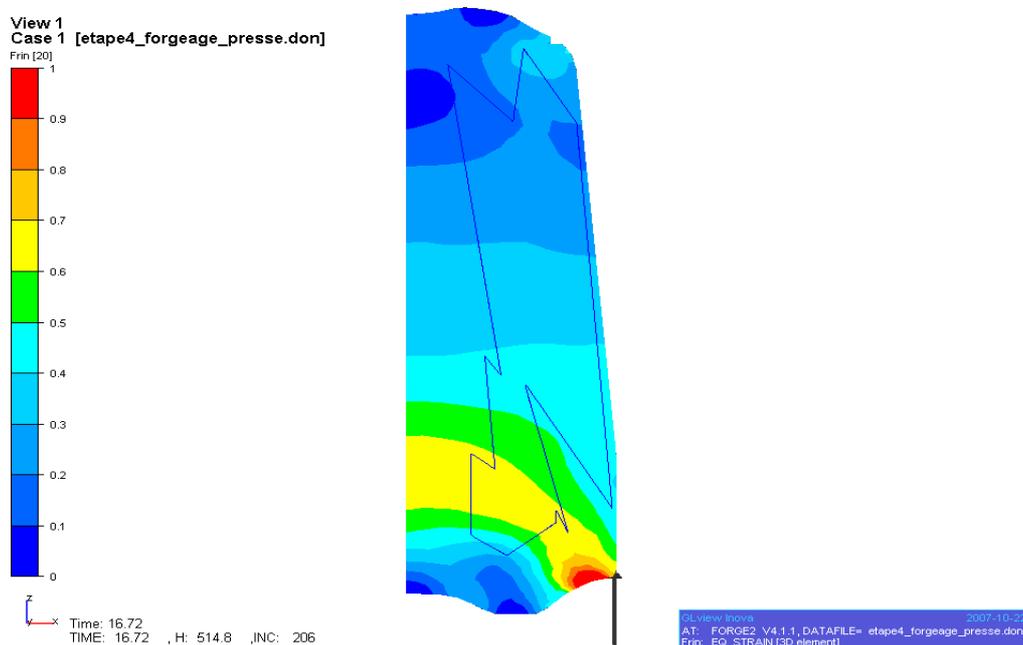
Par la suite, seule l'étape 6 sera modélisée, qui concerne la partie dynamique de la recristallisation se produisant pendant le traitement thermomécanique.

L'étape 7 concerne la partie post-dynamique de la recristallisation avec grossissement des grains, mais cette étape n'a pas été modélisée.

### 5.3.3. Modélisation de l'évolution d'un nœud sous Forge

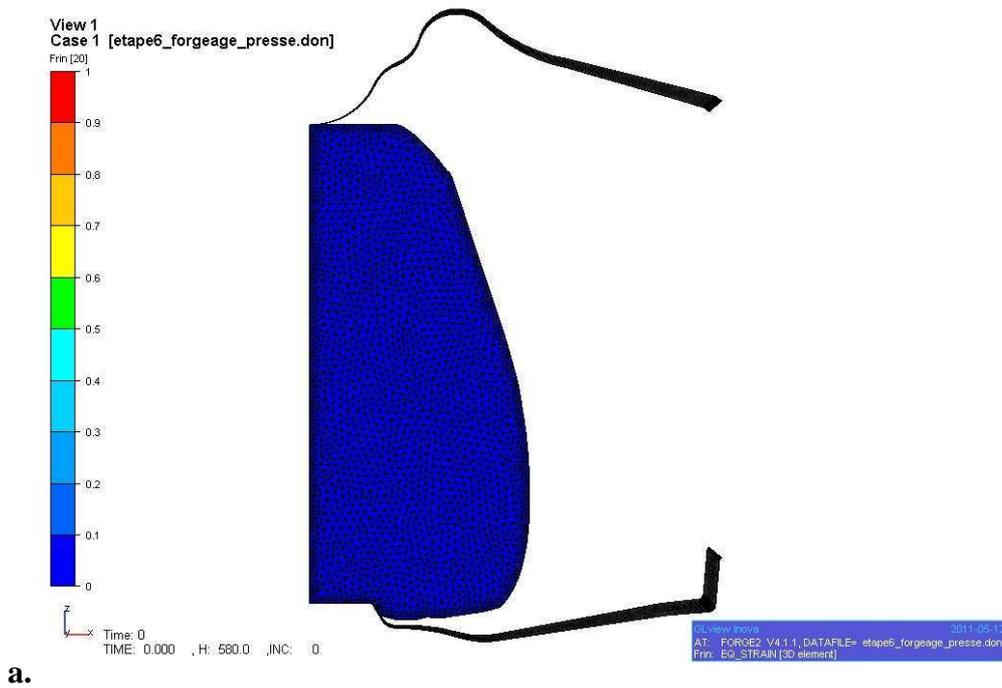
Les cartes obtenues sous Forge présentent un réseau de nœuds constituant le maillage. Pour chaque nœud, des données locales en température, en déformation, en vitesse de déformation sont disponibles.

Toute une série de cartes est générée pour chaque étape de forgeage.

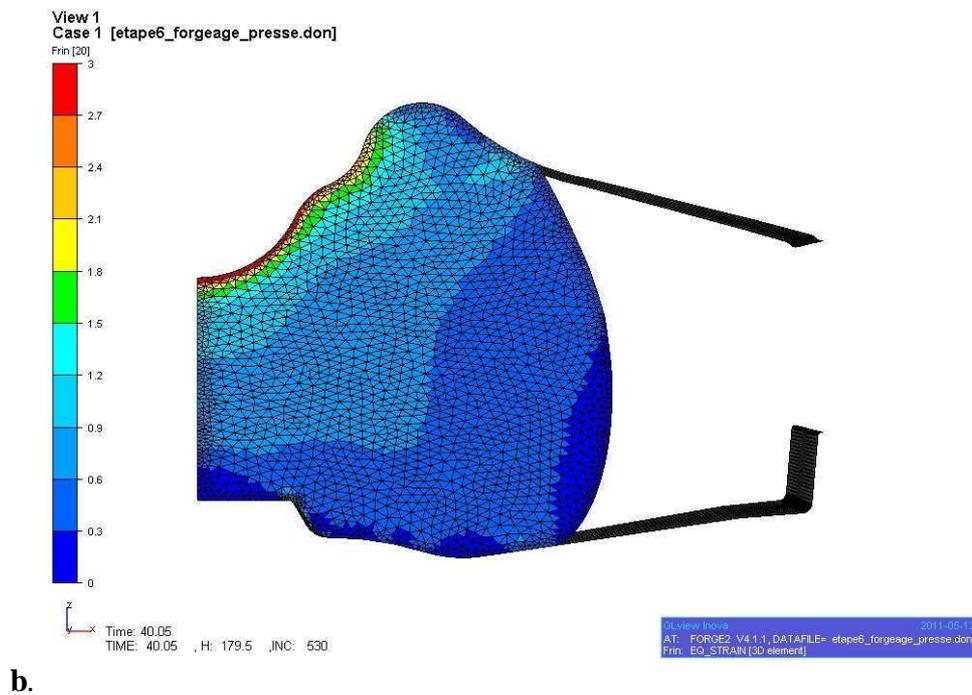


**Fig. 126.** Carte de déformation Forge

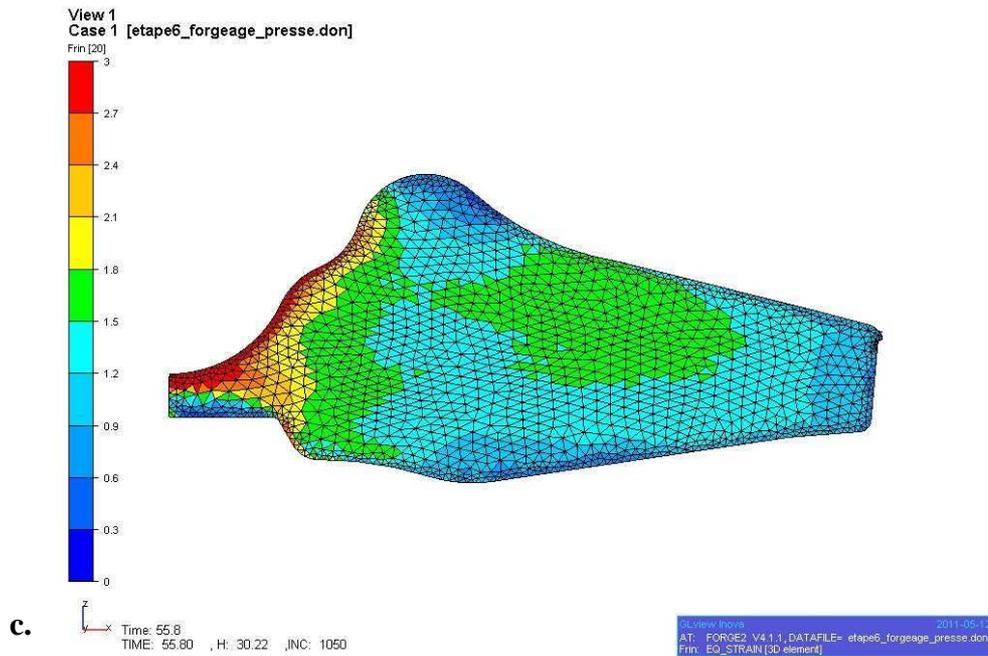
La figure 126 montre la carte de déformation Forge d'une pièce avant l'étape de forgeage. On rappelle que les échantillons qui ont été utilisés pour les essais laboratoire ont été prélevés dans une tranche de matière située au milieu de l'ébauche, zone ayant subi une déformation équivalente comprise entre 0,3 et 0,4.



La figure 127.a montre la carte de déformation Forge de la pièce étudiée au tout début de l'étape de forgeage. La déformation de la pièce a été initialisée à zéro.

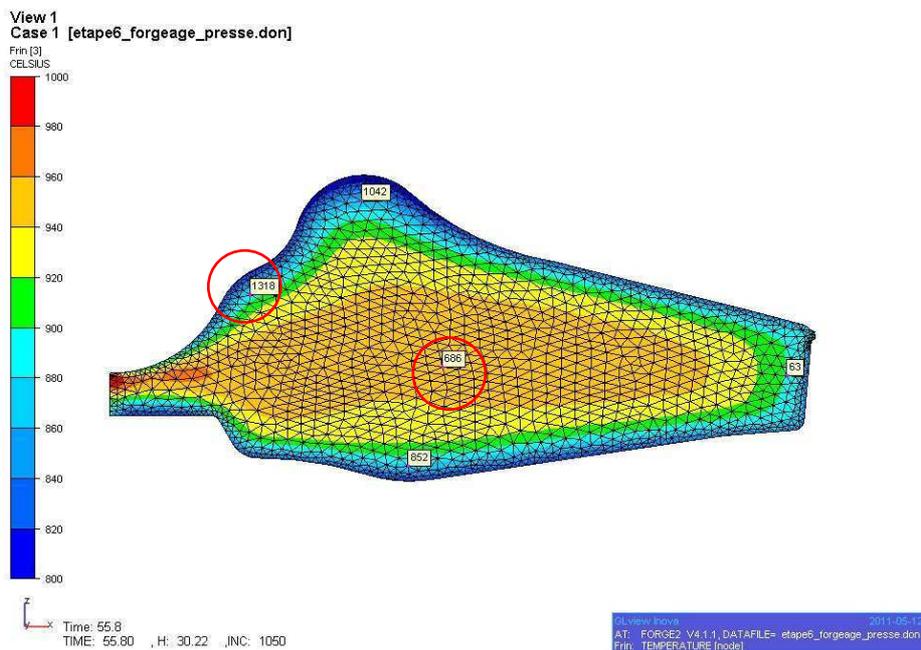


La figure 127.b montre la carte de déformation Forge de la pièce étudiée pendant l'étape de forgeage. Chaque nœud suit un chemin de température et un chemin de vitesse de déformation spécifiques.



**Fig. 127.** Cartes de déformation Forge

La figure 127.c montre la carte de déformation Forge de la pièce étudiée juste après l'étape de Forge.



**Fig. 128.** Carte de température Forge

La figure 128 la carte de température Forge de la pièce étudiée juste après l'étape de forgeage. La modélisation va porter sur l'évolution du nœud central 686 situé en zone 4 et d'un nœud périphérique voisin du nœud 1318, situé en zone E1 (cf. fig. 125).

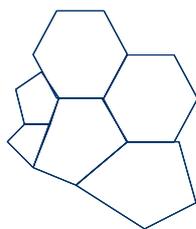
5.3.4. Données extraites du rapport de dissection Snecma

Tab. 23. Extrait de rapport de dissection Snecma

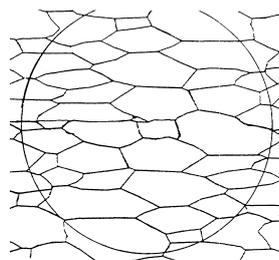
REPERE	POPULATION MAJORITAIRE				POPULATION MINORITAIRE 1				POP. MINORITAIRE 2			
	%	TAILLE		ASPECT	%	TAILLE		ASPECT	%	TAILLE ASTM	ASPECT	
		MM	ASTM			MM	ASTM					
<b>MICROGRAPHIE SUR COUPE</b>												
Zones DMF	E1	70	1		N1	30		7	E			
	4	80	3		N3	20		8	E			
	6	80	1		N3	20		8,5	E			
<b>ZONE REFERENTIEL</b>												
Sens d'observation perpendiculaire	Proche zone E1	60	1,5		N1	30	0,8		N1	10	8,5	E
	Proche zone 4	90	1		N1	10		9	E			

La population appelée "majoritaire" rassemble les grains déformés et non recristallisés alors que la population dite "minoritaire 1" comprend les grains recristallisés, souvent équiaxes. La population minoritaire 2 comprend les grains recristallisés de petite taille et toujours équiaxes (9-10 ASTM). Cette codification est effectuée selon un référentiel interne permettant de mesurer la taille et la proportion des grains dits "majoritaire".

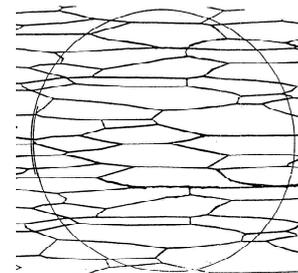
ASPECT DES GRAINS	CODIFICATION
Equiaxes	E
Non Equiaxes avec $L/l = 2.5$	N1
Non Equiaxes avec $2.5 < L/l \leq 5$	N2
Non Equiaxes avec $L/l > 5$	N3



Grains bêta équiaxes  
E



Grains bêta non équiaxes  
 $L/l = 2,5 \rightarrow N1$



Grains bêta non équiaxes  
 $L/l = 5 \rightarrow$  Limite N2-N3

Fig. 129. Aspect des grains selon codification interne

Le tableau 23 montre que la zone 4 contient 80 % de grains déformés et non recristallisés. Ces grains ont une longueur de 3 mm contre 1 mm de largeur dans le sens d'observation perpendiculaire.

La population minoritaire 1, qui concerne les grains "recristallisés", c'est-à-dire les cristallites, est présente à 20 %. Dans la zone DMF, ces cristallites sont équiaxes et ont une taille de 8 ASTM, c'est-à-dire environ 20-25  $\mu\text{m}$ . Dans le sens d'observation perpendiculaire, la taille des cristallites est de 9 ASTM soit 15  $\mu\text{m}$ . Cette différence peut être prise comme marge d'incertitude pour la taille de ces cristallites.

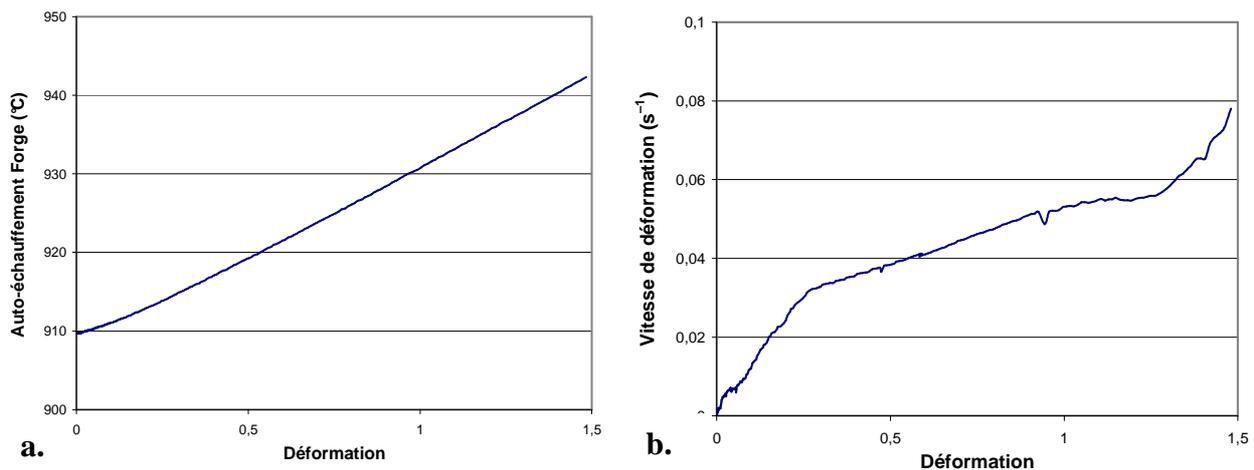
### 5.3.5. Résultats de modélisation associés au nœud central 686 (zone 4)

Le programme Fortran utilisé pour la modélisation des nœuds créés par Forge a été adapté aux entrées du logiciel. Notamment les données d'entrée en température et en vitesse de déformation. La forge industrielle provoque des vitesses de déformation variables ainsi qu'une évolution en température prenant déjà en compte l'auto-échauffement. Celui calculé initialement par le modèle pour l'essai de torsion a donc été supprimé pour cette application.

Nous disposons ainsi en paramètres d'entrée d'un chemin de vitesse de déformation et d'un chemin de température donnés.

#### 5.3.5.1. Chemin de température et de vitesse de déformation

La déformation au cœur de la pièce produit un auto-échauffement d'environ 35 °C pendant la déformation (Fig. 130.a). La forge induit une augmentation de la vitesse de déformation (Fig. 130. b).



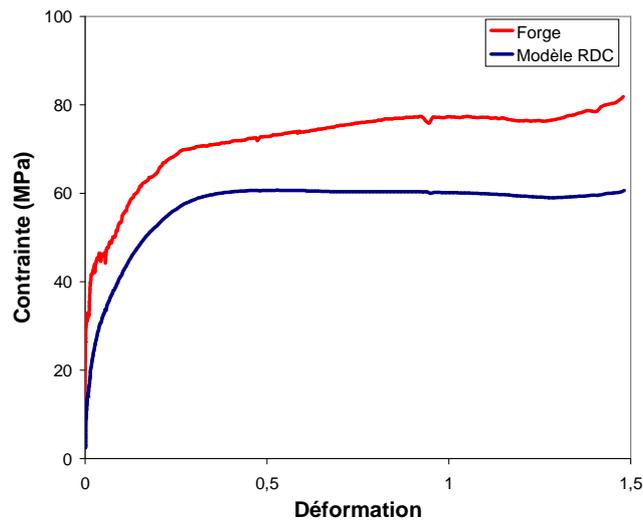
**Fig. 130.** Chemin de température et de vitesse de déformation calculé sous Forge

Le modèle RDC utilisé pour la torsion calcule un auto-échauffement de 30 °C pour la même température initiale et une vitesse constante de 0,01 s<sup>-1</sup>.

#### 5.3.5.2. Contrainte d'écoulement

La figure 131 montre la contrainte d'écoulement établie par le modèle RDC en comparaison de celle établie sous Forge pour un nœud central.

Les deux courbes ont une forme très similaire mais elles ne se superposent pas, celle obtenue sous Forge donnant des contraintes plus grandes (environ 20 MPa).



**Fig. 131.** Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation

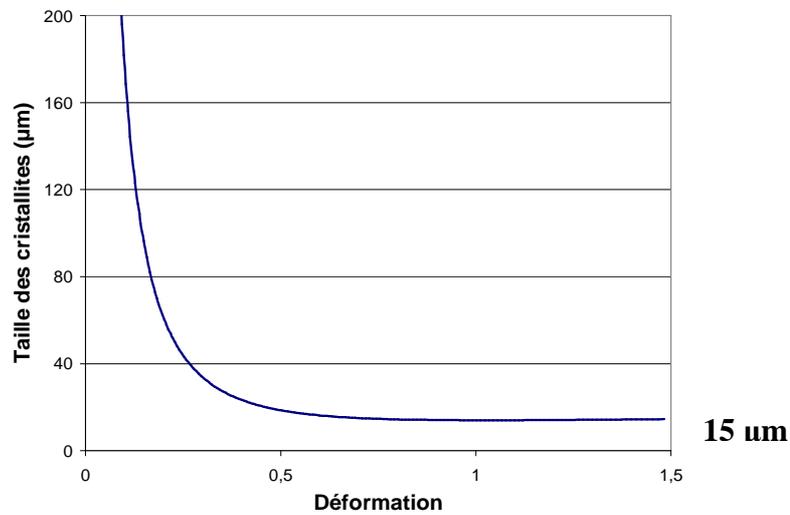
Le décalage entre les deux courbes est tout d'abord lié à la rhéologie de chaque modèle. Sous Forge, la rhéologie est basée sur les contraintes maximales, c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'adoucissement, le matériau est considéré aussi dur qu'au pic de contrainte. Ce modèle surestime donc les contraintes. Le modèle RDC possède par contre un long adoucissement après la contrainte maximale.

De plus, le décalage peut être lié aux valeurs des contraintes expérimentales utilisées d'une part pour l'ajustement des paramètres du modèle RDC, et d'autre part, du modèle rhéologique implémenté dans Forge. Ce dernier se base sur les contraintes maximales. Les contraintes d'écoulement dans Forge apparaissent légèrement surestimées aux basses températures et fortement surestimées aux grandes vitesses de déformation en comparaison de l'ensemble des données rhéologiques expérimentales présentées dans le chapitre 4 (Tab. 14).

Par ailleurs, une explication du décalage réside dans les limites du modèle RDC lui-même pour les faibles déformations. Il a été vu que pour les vitesses supérieures à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et une déformation comprise entre 0 et 0.5, les valeurs de contraintes modélisées sont plus faibles que les valeurs de contraintes expérimentales (cf. § 5.2.1). Par exemple à  $915 \text{ °C}$ , la différence entre les contraintes des deux courbes est de 5 MPa pour  $0,1 \text{ s}^{-1}$  et de 15 MPa pour  $1 \text{ s}^{-1}$ .

Tous ces phénomènes peuvent expliquer le fait que les contraintes obtenues sous Forge sont plutôt surestimées alors que les contraintes du modèle RDC sont plutôt sous-estimées.

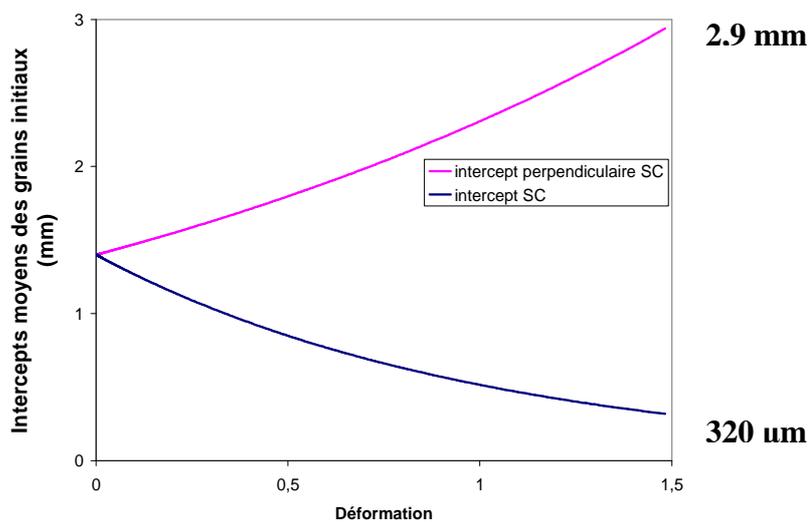
### 5.3.5.3. Evolution de taille des cristallites (population minoritaire)



**Fig. 132.** Evolution de la taille de la population minoritaire

La taille stationnaire de cristallites modélisée figure 132 recoupe les valeurs expérimentales fournies par Snecma. En effet, le rapport de dissection (cf. Tab. 23) donne des valeurs de taille comprises entre 8 et 9 ASTM, soit des valeurs comprises entre 15 et 20 µm.

### 5.3.5.4. Evolution de taille des grains initiaux (population majoritaire)



**Fig. 133.** Evolution de taille d'un grain moyen initial pendant une déformation

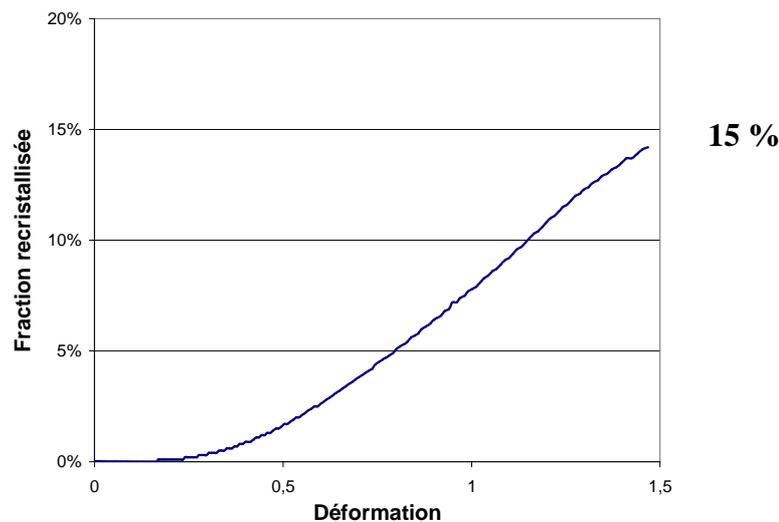
Le modèle prend en compte la déformation d'un ellipsoïde de révolution. Le modèle prévoit pour le grand axe un état final d'une valeur de 2,9 mm et pour le petit axe un état final d'une valeur de 320 µm.

**Tab. 24.** Rappel des valeurs fournies par le rapport de dissection Snecma

	Taille (mm)	Aspect (su)
<i>Coupe</i>	<b>3</b>	<b>N3</b>
<i>Obs. perpen- diculaire</i>	<b>1</b>	<b>N1</b>

Le tableau 24 donne les valeurs de taille de la population majoritaire concernant la zone 4. La valeur du grand axe correspond bien à la valeur donnée par le modèle, par contre la valeur du petit axe est sous-estimée par notre modèle, 320  $\mu\text{m}$  contre 1 mm pour la valeur Snecma.

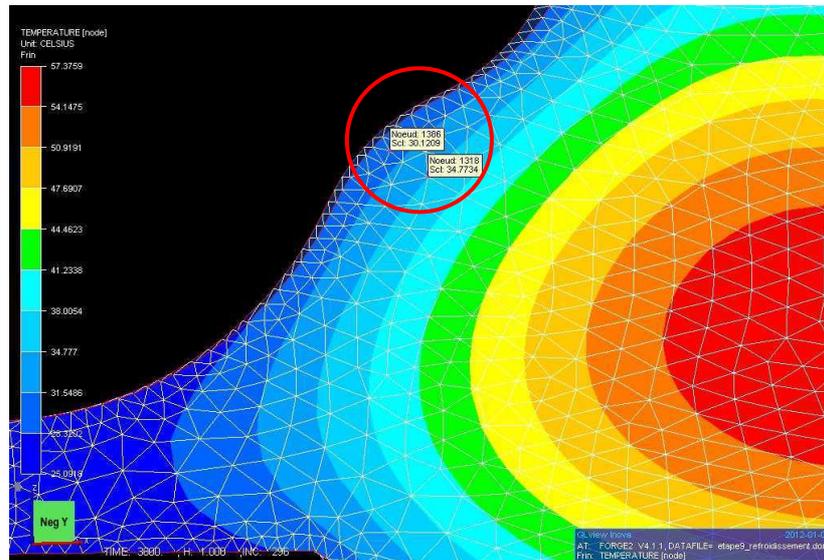
#### 5.3.5.5. Evolution de la fraction recristallisée

**Fig. 134.** Evolution de la fraction recristallisée dynamique sur pièce réelle

La fraction recristallisée donnée par Snecma est évaluée entre 10 et 20 % (cf. Tab. 23).

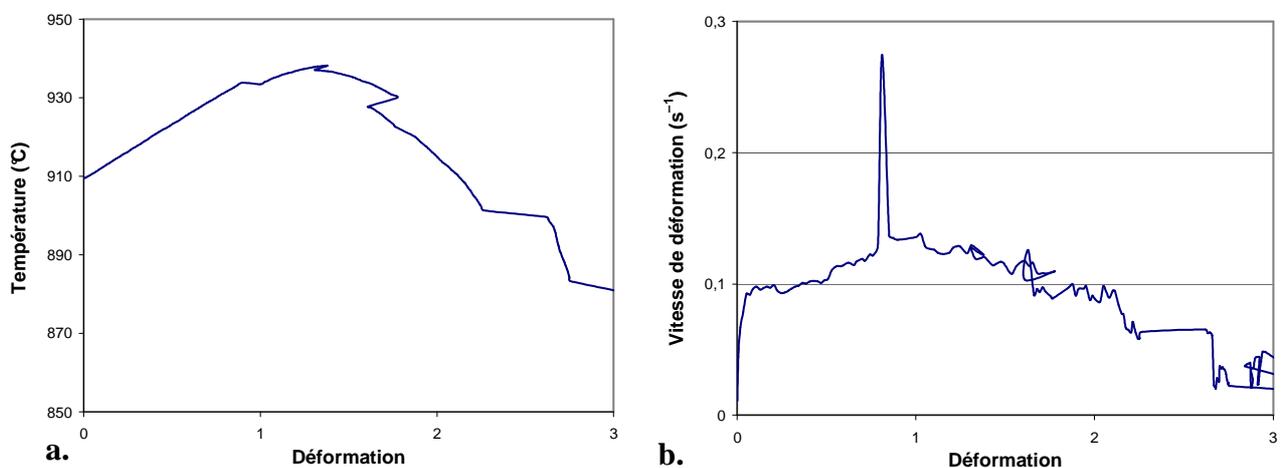
La valeur de 15 % donnée par le modèle RDC (Fig. 134) est située dans la fourchette d'incertitude de la mesure expérimentale. Elle est donc cohérente avec la valeur fournie par le rapport de dissection Snecma.

### 5.3.6. Résultats de modélisation associés au nœud central 1386 (zone E1)



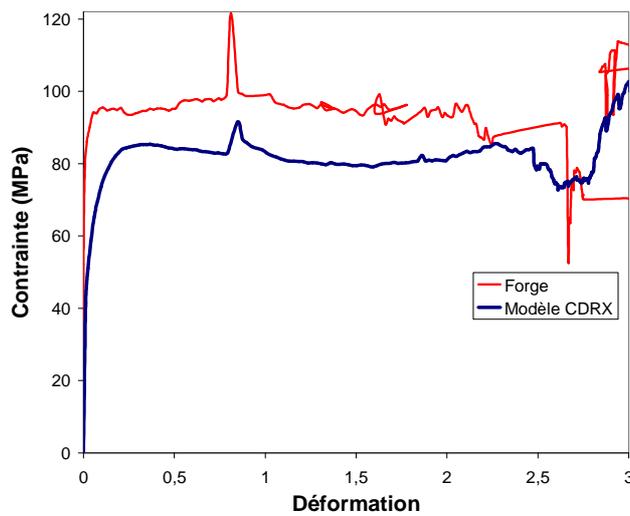
**Fig. 135.** Carte illustrant la position du nœud 1386 étudié

Le nœud étudié est celui numéroté 1386. Il est voisin du nœud 1318 (cf. fig. 128). La température en surface diminue beaucoup plus vite qu'au cœur de la pièce. Les chemins de température seront donc différents comme l'illustre la figure 136.



**Fig. 136.** Chemin de température et de vitesse de déformation calculé sous Forge

La déformation en périphérie de la pièce produit un auto-échauffement d'environ 40 °C jusqu'à  $\epsilon = 1,5$  et ensuite la température redescend et tombe à 880 °C à  $\epsilon = 3$  (Fig. 136.a). Ce phénomène est normal car pendant le temps de forgeage, la pièce refroidit plus vite en surface qu'au cœur de la pièce. La figure 136.b donne l'évolution de la vitesse de déformation au cours de la déformation. On peut noter beaucoup de bruit pour cette courbe et un fort pic de vitesse qui se retrouve ensuite dans l'évolution de la contrainte (cf. Fig. 137).

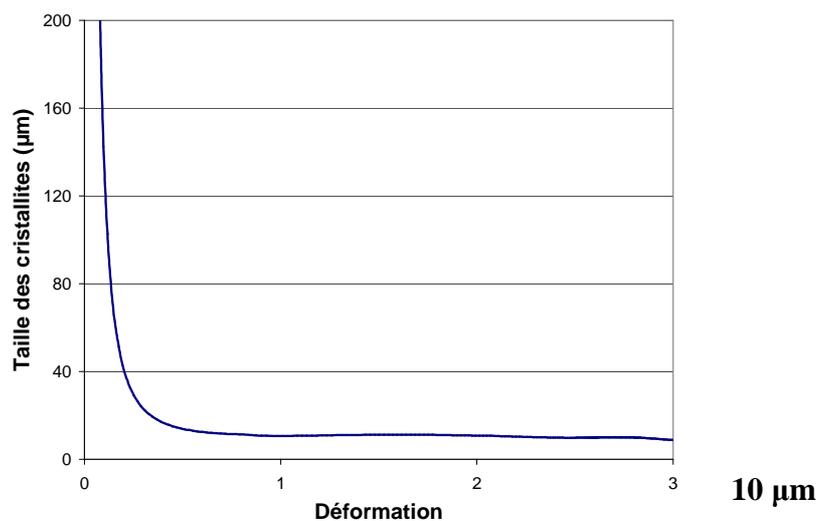


**Fig. 137.** Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation

La figure 137 montre la contrainte d'écoulement établie par le modèle RDC en comparaison de celle établie sous Forge pour un nœud périphérique proche de la surface.

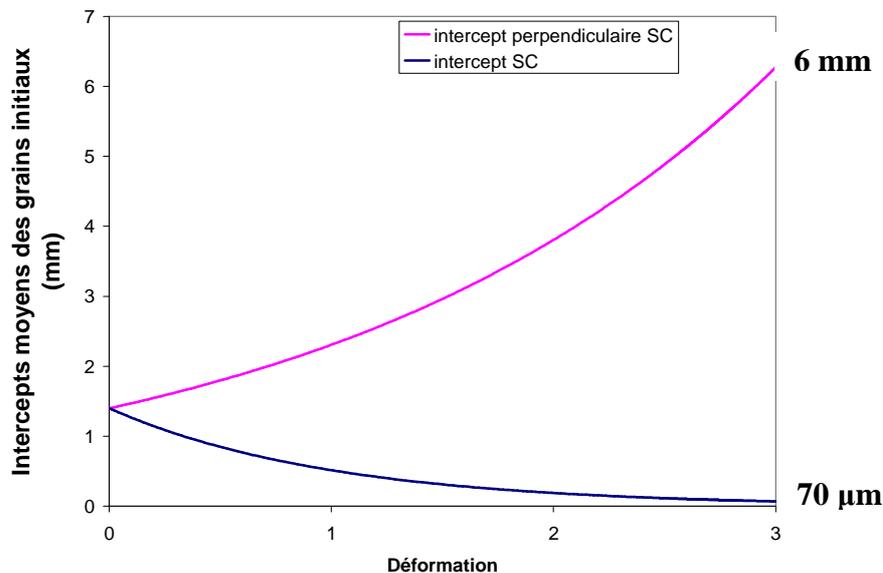
Les variations de la contrainte d'écoulement induites par les changements de température et de vitesse de déformation se retrouvent bien corrélées entre les deux calculs.

Les deux courbes ne se superposent toujours pas, une différence de 10 à 20 MPa existe comme pour les courbes obtenues avec le nœud central (cf. fig. 131). Forge exagère les pics de contraintes, dus à une diminution de la température et/ou une augmentation de la vitesse de déformation (cf § 5.3.5.2). Néanmoins, le modèle RDC donne une prévision de contraintes qui suit très raisonnablement les fluctuations prévues par le code Forge, induites par l'hétérogénéité du procédé lui-même.



**Fig. 138.** Evolution de la taille de la population minoritaire

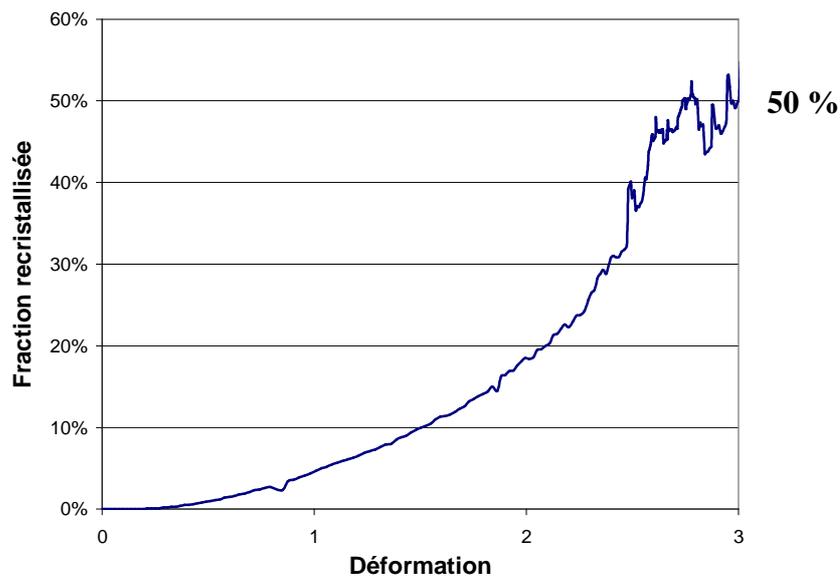
La taille de cristallites stationnaire modélisée de  $10\ \mu\text{m}$  est inférieure aux valeurs expérimentales fournies par Snecma pour ce nœud périphérique. En effet, le rapport de dissection (cf. Tab. 23) donne des valeurs de taille comprises entre 7 et  $8,5\ \text{ASTM}$ , soit des valeurs comprises entre  $15$  et  $30\ \mu\text{m}$ . Le fait que les valeurs fournies par Snecma soient plus élevées vient probablement de la recristallisation post-dynamique. En effet, le temps de transfert pour la trempe de la pièce est ici d'une vingtaine de secondes. Or il a été dit dans le chapitre 3 que la recristallisation post-dynamique a une cinétique rapide ce qui explique que les cristallites ont le temps de grossir avant la trempe (d'autant plus qu'on est près du cœur).



**Fig. 139.** Evolution de taille d'un grain moyen initial pendant la déformation

Le modèle d'évolution de taille d'un grain moyen initial donne une longueur moyenne de  $6\ \text{mm}$  et une largeur moyenne de  $70\ \mu\text{m}$  alors que le rapport de dissection donne respectivement les valeurs de  $1,5\ \text{mm}$  et  $1\ \text{mm}$ .

Il faut rappeler une différence entre le modèle RDC et la modélisation sous Forge. En effet, avec Forge, la déformation n'est pas de la compression uniaxiale. De plus, il est aussi discutable de parler de population majoritaire ou grains initiaux pour des taux de déformation aussi importants.



**Fig. 140.** Evolution de la fraction recristallisée dynamique sur pièce réelle

La figure 140 montre que le taux de recristallisation est de 50 % environ. Le rapport de dissection de la zone E1 donne une population majoritaire comprise entre 60 et 70 % ce qui donne une population minoritaire et donc une fraction recristallisée de l'ordre de 30 à 40 %.

Les résultats sont compatibles mais, pour les mêmes raisons que celles données au paragraphe précédent, ces valeurs calculées représentent une limite, car au-delà, cette définition de la "fraction recristallisée" perd son sens. En effet, la limite entre la population initiale et la nouvelle population formée par recristallisation dynamique devient floue. En dynamique, à partir d'un certain taux de déformation, les cristallites nouvellement formées sont continuellement redéformées, écrouies de nouveau et cela tant que la déformation n'est pas terminée.

- **Discussion des résultats de modélisation associés au nœud central 1386**

Une des raisons qui expliquerait les différences entre les résultats du modèle et ceux de Snecma, vient certainement de la localisation de la zone E1. Les prélèvements et analyses de cette zone ont été faits dans un périmètre réduit et dans une zone de déformation moins élevée qu'au niveau du point 1386 (Fig. 135). En effet, en comparant avec la figure 127.c, on peut voir que la fourchette de déformation de la zone E1 n'est comprise qu'entre 1,8 et 2,4.

Elle n'atteint donc pas la déformation de 3. Par conséquent, les résultats obtenus figure 138 et figure 139 sont à revoir à la baisse au niveau de la déformation.

Si l'on prend une déformation moyenne de 2, le taux de recristallisation chute à 20 % et un grain moyen initial a une longueur moyenne de 3,6 mm et une largeur moyenne de 200  $\mu\text{m}$ . Pour le haut de la fourchette, c'est-à-dire pour une déformation de 2,4, le taux de recristallisation est de 30 % et un grain moyen initial a une longueur moyenne de 4,5 mm et une largeur moyenne de 140  $\mu\text{m}$ .

Ces valeurs sont plus cohérentes avec les valeurs fournies dans le rapport de dissection Snecma. Ce dernier fournit des valeurs de longueur de grain de 3 mm pour la zone 2 et pour une fourchette de déformation comprise entre 1,8 et 2,4, ce qui montre que la valeur calculée de 3,6 mm n'est pas aberrante.

La valeur de 20 % de fraction recristallisée est également cohérente car elle se retrouve dans la fourchette donnée dans le rapport de dissection (15-30 %).

## 5.4. Conclusion

Au cours de notre étude, le modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003] pour la recristallisation dynamique continue a été utilisée. Le principe de ce modèle est de décrire l'évolution d'une structure polycristalline par l'intermédiaire de la répartition de la densité de dislocations au niveau des joints et sous-joints au cours de la déformation. Ce modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement : la formation des sous-joints de faible désorientation, l'augmentation de la désorientation de ces parois par accumulation de dislocations, la transformation de sous-joints en joints quand une désorientation critique de  $15^\circ$  est atteinte et la migration des joints.

Ce modèle permet de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructure. La taille des cristallites augmente et par conséquent, la contrainte diminue lorsque la température augmente et lorsque la vitesse diminue ce qui est conforme avec ce qui est attendu. La comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées montre une bonne correspondance dans la gamme de température de  $885^\circ\text{C}$  à  $945^\circ\text{C}$ , et la gamme de vitesse de déformation de  $0,01\text{ s}^{-1}$  à  $1\text{ s}^{-1}$ .

Les influences du paramètre  $\alpha$ , de la vitesse de migration des joints et de l'auto-échauffement ont été étudiées. Ces paramètres varient avec la température et la vitesse de déformation.

Deux modules indépendants ont été ajoutés au modèle de recristallisation. Tout d'abord, nous avons développé un modèle simple (basé sur l'hypothèse de Taylor) calculant l'évolution de l'épaisseur moyenne (intercept) des joints initiaux. Nous avons également défini et évalué l'évolution d'une fraction recristallisée.

Pour terminer, cette modélisation a été appliquée à 2 nœuds d'une pièce réelle Snecma et les résultats sont conformes à ceux fournis par Snecma.

Cependant, ce modèle a des limites aux faibles déformations. La définition de l'évolution de taille des cristallites reste floue aux très faibles déformations. Les grains sont assimilés à des cristallites dès le début de la déformation alors qu'en fait ce sont des sous-grains, d'où la nécessité d'utiliser le modèle indépendant de l'épaisseur moyenne des joints initiaux. Par ailleurs, plus la déformation est faible, plus les contraintes modélisées sont sous-estimées.

# **Chapitre VI**

## **Conclusion générale**



## 6. Conclusion générale

Les disques de compresseur en alliages de titane sont des pièces critiques dans un moteur d'avion : leur tenue mécanique doit être parfaitement contrôlée, ce qui se traduit par une maîtrise des transformations métallurgiques mises en jeu lors du forgeage de ces pièces.

La maîtrise scientifique de Snecma dans ce domaine se traduit notamment par la modélisation du procédé de forgeage.

Dans ce contexte, l'objectif de la thèse était double. Tout d'abord, il a fallu enrichir les connaissances de Snecma sur les mécanismes mis en jeu lors du forgeage des disques en alliages de titane Ti-17 dans le domaine  $\beta$  notamment en ce qui concerne la recristallisation du grain  $\beta$  et l'évolution de la texture. Ensuite, le but ultime a été de développer un programme informatique permettant de modéliser ces évolutions. Ce programme doit être, à l'avenir, couplé à la modélisation par éléments finis du procédé de forgeage déjà utilisé à la Snecma.

Il est généralement admis, lors d'une déformation à chaud, que les alliages de titane, à haute énergie de faute d'empilement, donnent lieu aux processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG). Les mécanismes élémentaires contrôlant la RDC sont l'écroutissage, la restauration dynamique et la migration des joints de grains. Les vitesses de déformation visées n'étant pas très élevées ( $0,01 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 1 \text{ s}^{-1}$ ), de même que les déformations ( $\bar{\epsilon} \approx 1$ ) et pour se rapprocher au mieux des essais industriels, on a eu recours essentiellement à l'essai de compression uniaxiale. Les températures d'essai étaient comprises entre 885 °C et 945 °C.

Toutefois, des essais de torsion ont également été effectués, de manière à disposer de deux chemins de déformation très différents pour l'étude et la modélisation des textures cristallographiques. Ces essais ont permis également d'aller beaucoup plus loin dans la déformation ( $\bar{\epsilon} \approx 20$ ). Les microstructures et les textures résultantes ont été étudiées par microscopie optique et par analyse EBSD, après refroidissement rapide (injection d'argon).

En ce qui concerne les microtextures de compression uniaxiale, on observe que l'alliage Ti-17 produit des orientations typiques des alliages cubiques centrés. Le mode de recristallisation et la texture sont très proches des résultats obtenus dans les aciers ferritiques.

La déformation de l'alliage induit deux textures de fibres de texture prédominantes,  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , toutes deux parallèles à la direction de compression. On observe que la fibre  $\langle 100 \rangle$  croît au détriment de la fibre  $\langle 111 \rangle$  au cours de la déformation.

Ces approches expérimentales ont été associées à un travail de modélisation : un modèle de recristallisation dynamique "continue" (fragmentation progressive des grains  $\beta$  initiaux), développé auparavant pour les alliages d'aluminium, a été transposé au cas de la phase  $\beta$  des alliages de titane.

Le principe de ce modèle est de décrire l'évolution d'une structure polycristalline par l'intermédiaire de la répartition de la densité de dislocations au niveau des joints et des sous-joints au cours de la déformation. Ce modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement : la formation des sous-joints de très faible désorientation ( $2^\circ$ ), l'augmentation de la désorientation des sous-joints qui se transforment en joints de grains quand une désorientation critique de  $15^\circ$  est atteinte, et la migration des joints de grains.

Ce modèle a été appliqué à l'alliage Ti-17. La composition du matériau, la température et la vitesse de déformation ont été prises en compte par l'intermédiaire des variations des paramètres d'écroutissage ( $h$ ) et de restauration dynamique ( $r$ ) associés à la loi de Laasraoui et Jonas, ainsi que de la vitesse de migration des joints de grains  $V_{\text{mig}}$ . Pour cela, une étude rhéologique a été effectuée afin de déterminer les paramètres rhéologiques  $h$  et  $r$  en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

Le modèle a été calé sur 3 températures ( $885^\circ\text{C}$  ;  $915^\circ\text{C}$  ;  $945^\circ\text{C}$ ) et 3 vitesses de déformation ( $0,01 \text{ s}^{-1}$  ;  $0,1 \text{ s}^{-1}$  ;  $1 \text{ s}^{-1}$ ). Une loi de Laasraoui-Jonas modifiée a été utilisée. Les deux variables principales du modèle sont le paramètre  $\alpha$  fixant la fraction de dislocations "restaurées" utilisées pour générer de nouveaux sous-joints, et la vitesse de migration des joints  $V_{\text{mig}}$ .

Le paramètre  $\alpha$ , qui influe directement sur la taille de cristallites et la fonction de répartition de désorientations des sous-joints en sortie du modèle, n'a jamais été étudié expérimentalement. En l'absence de données concrètes sur la valeur de ce paramètre, il est resté une valeur ajustée de façon à être en accord avec les résultats expérimentaux. Pour améliorer le modèle, nous avons tenté de faire varier ce paramètre en fonction de la taille de la structure (donc en fonction de la déformation) selon une fonction sigmoïde, comme le proposait Gourdet [1997]. En effet, on peut imaginer que plus la taille de grains est grande, moins il y a de dislocations absorbées par les parois préexistantes, et donc, plus  $\alpha$  est grand. Les résultats n'étant pas probants, cette idée a été abandonnée au profit d'un paramètre  $\alpha$  fixe.

La vitesse de migration des joints représente en revanche un paramètre qui a pu être approché et quantifié dans cette thèse. Il influe également sur l'évolution de la taille des cristallites mais aussi sur les valeurs de la contrainte d'écoulement.

Ce modèle permet de reproduire correctement les évolutions de microstructure, mais la confrontation des résultats expérimentaux et simulés fait apparaître quelques limites. Dans le modèle, la déformation est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière (hypothèse de Taylor), ce qui constitue une hypothèse forte puisque l'on néglige les effets d'orientation

---

crystallographique ainsi que les effets morphologiques et topologiques. Ceci peut expliquer certaines différences obtenues entre résultats expérimentaux et simulés.

Pour évaluer les effets liés à l'orientation cristallographique, il serait intéressant d'effectuer d'autres essais afin de déterminer quelles sont les orientations qui se fragmentent le plus rapidement et celles qui se fragmentent le plus lentement.

Pour terminer, ce modèle a été testé sur deux nœuds d'une pièce représentative Snecma, un nœud situé au centre de la pièce et un autre situé dans une zone périphérique.

Les résultats du modèle sont dans l'ensemble en accord avec les données fournies par Snecma.

Il serait intéressant de continuer les simulations pour d'autres nœuds et d'observer si le modèle est cohérent pour d'autres taux de déformation. Il serait aussi intéressant pour Snecma que les différentes zones de dissection soient plus nombreuses de façon à être plus précis sur les données des taux de déformation et celles des fractions recristallisées.

Ce modèle a cependant des limites aux faibles déformations. La définition de l'évolution de taille des cristallites reste floue aux très faibles déformations. Les grains sont assimilés à des cristallites dès le début de la déformation alors qu'en fait ce sont des sous-grains, d'où la nécessité d'utiliser le modèle indépendant de l'épaisseur moyenne des grains initiaux. Par ailleurs, plus la déformation est faible, plus les contraintes modélisées sont sous-estimées. Ce modèle est beaucoup plus robuste et précis aux fortes déformations.

Il serait intéressant d'approfondir le travail sur un modèle complet traitant les faibles déformations, les déformations intermédiaires et les fortes déformations.

Après avoir traité la partie dynamique du modèle, il serait intéressant d'ajouter à celle-ci un module post-dynamique afin d'avoir un modèle complet et ainsi simuler une passe de forgeage et une interpasse avec maintien (ou non) en température. Gaudout [2009] a décrit des évolutions post-dynamiques par un modèle de croissance de grains considérant comme conditions initiales, les sorties du modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003]. Le lien entre le modèle de recristallisation dynamique continue (RDC) et le modèle post-dynamique se fait à travers une densité de germes potentiels mais également à travers la densité de dislocations qui détermine la vitesse de croissance des grains.



## Références

### AUDRERIE, P.

Etude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de titane, Thèse (1993)

### AUGRIS, L.

La recristallisation du Ti 17. Travail de fin d'étude, Département Matériaux et Procédés, SNECMA Gennevilliers (2000)

### BALASUBRAHMANYAM, V.V., PRASAD Y.V.R.K.

Deformation behaviour of beta titanium alloy Ti-10V-4.5Fe-1.5Al in hot upset forging, *Mater. Sci. Engng.* **A336**, 150-158 (2002)

### BARRALIS, J., MAEDER, G.

Précis de métallurgie (1991)

### BAUDIN, Th.

Analyse EBSD-Déformation et recristallisation des matériaux métalliques. *Les Techniques de l'Ingénieur M4 139*, p. 1-17

### BEIN, S.

Transformation de phases dans les alliages de titane  $\alpha+\beta$  en quasi  $\beta$ . Approches comparatives des évolutions morphologiques et des mécanismes de précipitation observés dans l'alliage  $\beta$ cez. Thèse, CNAM (1996)

### BUNGE, H. J.

Texture Analysis in Materials Science. Butterworths, London (1982)

### CASTAN, Ch.

Etude de la recristallisation au tours du laminage à chaud d'aciers à basse densité fer-aluminium. Thèse, ENSM Saint-Etienne, Saint-Étienne (2011)

### CASTRO-FERNANDEZ, F.R., SELLARS, C.M.

Relationship between room-temperature proof stress, dislocation density and subgrain size, *Phil. Mag.*, **A-60-4**, 487-506 (1989)

### CHAMPIN, B.

Les traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique. 24<sup>ème</sup> Colloque de Métallurgie, Saclay, p. 235-244 (1981)

**CHAUSSY-MRAIZIKA, F.**

Evolutions microstructurales en compression à chaud des alliages de titane BETACEZ et 6246 et influence du forgeage sur la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , Thèse, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne (1996)

**CHOVET SAUVAGE, C.**

Evolution de microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'un alliage Al-Mg-Si caractérisation du mécanisme de recristallisation dynamique continue, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne (2000)

**COLIN, A.**

Hétérogénéités de déformation au cours du forgeage d'aubes en alliage de titane TA6V, Thèse, ENSM Saint-Étienne (2007)

**COMBRES, Y.**

Propriétés du titane et de ses alliages. Technique de l'ingénieur, *traité matériaux métalliques M-557* (1994)

**DA COSTA TEIXEIRA, J.**

Etude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane ti 17, Thèse, INPL (2005)

**DAJNO, D.**

Rhéologie globale et structurale des alliages de titane TA6V et BETACEZ dans les domaines  $\alpha+\beta$  et  $\beta$ , Thèse, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne (1991)

**DE GELAS, B., ARMAND, M., SERAPHIN, L., TRICOT, R.**

Titane et alliages de titane. Techniques de l'ingénieur, *traité matériaux métalliques M-557* (1976)

**DELFOSSÉ, J.**

Forgeage  $\beta$  du Ti 17 – Propriétés en fatigue, Thèse, Ecole Centrale Paris (2005)

**DERBY, B.**

The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization. *Acta Metall. Mater.* **39**, 955-962 (1991)

**DERBY, B.**

Dynamic recrystallisation: the steady state grain size. *Scripta Metall.* **27**, 1581-1585 (1992)

**DERBY, B., ASHBY, M.F.**

On dynamic recrystallization. *Scripta Metall.* **21**, 879-884 (1987)

**DE OLIVEIRA, T.R.**

Effet du niobium et du titane sur la déformation à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés, Thèse, Université Jean Monnet Saint-Étienne, ENSM Saint-Étienne (2003)

**DIMITROV, O.**

Migration des joints de grains – La migration des joints de grains intergranulaires, *J. Phys. Colloques* **36**, C4-319-C4-332 (1975)

**DI NAPOLI, P.**

Modélisation des évolutions microstructurales par changement de phases dans les alliages de titane  $\beta$  métastable, Thèse, ENSM Nancy (2010)

**DUMANOWSKI, B.**

Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane Ti-6Al-4 dans le domaine biphasé  $\alpha+\beta$ . Thèse, ENSM Saint-Étienne (1997)

**ESTRIN, Y., MECKING, H.**

A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metall.* **32**, 57-70 (1984)

**FARENC, S., CAILLARD, D., COURET, A.**

A new model for the peak of the activation area of  $\alpha$  titanium, *Acta Metall. Mater.* **39-10**, 3669-3678 (1995)

**FIELDS, D.S., BACKOFEN, W.A.**

Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing. *Proc. ASTM*, **57**, 1259-1272 (1957)

**FROST, H.J. and ASHBY, M.F.**

Deformation mechanism maps, the plasticity and creep of metals and ceramics (1982)

**FURUHARA, T., TOJI, Y., MAKI, T.**

Microstructure formed by hot deformation in a near  $\beta$  titanium alloy, Congrès CCH Hambourg (2003)

**GAUDOUT, B.**

Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium. Thèse, Mines ParisTech (2009)

**GAUDOUT, B., FELDER, E., MONTHEILLET, F., BARRANX,V., BARBERIS, P., LOGÉ, R.**

Modelling dynamic and post-dynamic recrystallization of Zy-4 during and after hot extrusion. *12th Int. Conf. Metal Forming, Kraków, in Steel Research Int.* **79**, p. 216-223 (2008)

**GEORGE, M.**

La recristallisation du Ti 17 – Etude microstructurale et modélisation. DEA, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne, SNECMA Gennevilliers (1999)

**GIRINON, A.**

Etude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al au cours de traitements thermomécaniques dans le domaine  $\beta$ . Mémoire CNAM (1999)

**GOURBESVILLE, O.**

Caractérisation par DRX de la microstructure d'alliages à base de nickel (718) et à base titane (Ti 17) forgés et traités – Prévision des propriétés mécaniques. Thèse, ENSAM (2000)

**GOURDET, S.**

Etude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation à chaud de l'aluminium. Thèse, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne (1997)

**GOURDET, S., MONTHEILLET, F.**

Effects of dynamic grain boundary migration during the hot compression of high stacking fault energy metals, *Acta Mater.*, **50**, 2801-2812 (2002)

**GOURDET, S., GIRINON, A., MONTHEILLET, F.**

Discussion and modelling of continuous dynamic recrystallization. *Thermec '97*, Wollongong NSW, Australie, ed. by T. Chandra and T. Sakai, p. 2117-2124 (1997)

**GOURDET, S., MONTHEILLET, F.**

A model of continuous dynamic recrystallization, *Acta Mater.*, **51-9**, 2686-2699 (2003)

**HOLT, D.L.**

Dislocation cell formation in metals – *Journal of Applied Physics*, **41-8**, 3197-3201, (1970)

**HUMPHREYS, F.J.**

Review : Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, *Journal of Materials Science*, **36-16**, 3833-3854 (2001)

**HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M.**

Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second edition), ch. 14, Continuous Recrystallization During and after Large Strain Deformation, 451-467 (2004)

**JONAS, J.J., QUELENNEC, X., JIANG, L., MARTIN, E.**

The Avrami kinetics of dynamic recrystallization, *Acta Mater.*, **57-9**, 2748-2756 (2009)

**JONES, N.G., DASHWOOD, R.J., DYE, D., JACKSON, M.**

Thermomechanical processing of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. *Mater. Sci. Eng A* **490**, 369-377 (2008)

**KARADJOFF, N.**

Etude de la recristallisation dynamique et post-dynamique du Ti 17. DEA, INP Grenoble, ENSM Saint-Étienne, SNECMA Gennevilliers (1997)

**KOCKS, U.F., ARGON, A.S., ASHBY, M.F.**

Thermodynamics and kinetics of slip. *Prog. Mater. Sci.* **19**, 1-291, cf. p. 146 (1975)

**LAASRAOUI, A., JONAS, J.J.**

Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates, *Metallurgical Transactions*, **A22-7**, 1545-1558 (1991)

**LE BIAVIANT, K.**

Etude de l'amorçage de fissures de fatigue dans le TA6V. Thèse, Ecole Centrale Paris (2000)

**LIM, S.M.**

Caractérisation et modélisation des microstructures et des textures d'alliages ferritiques en grande déformation : genèse de grains ultrafins. Thèse, ENSM Saint-Étienne (2008)

**LOMBRY, R., ROSSARD, C., THOMAS, B.**

Etude des mécanismes de déformation et d'adoucissement dynamique des aciers ferritiques Fe-Cr au cours de la déformation à chaud, *Mém. Sci. Rev. Métall.* **78**, 975-988 (1981)

**MACKENZIE, J.K.**

Second paper on statistics associated with the random distribution of cubes. *Biometrika* **45**, 229-240 (1958)

**McQUEEN, H.J., JONAS, J.J.**

Recovery and recrystallization during high temperature deformation. *Treatise on Materials Science and Technology*, **6**, p. 393-493 (1975)

**McQUEEN, H.J., KNUSTAD, O., RYUM, N., SOLBERG, J.K.**

Microstructural evolution in Al deformed to strains of 60 at 400°C, *Scripta Metall.*, **19**, 73-78 (1985)

**MARTY, B.**

Modèle de prédiction des structures métallurgiques sur Inconel 718 forgé. Rapport interne SNECMA (1997)

**MECKING, H., KOCKS, U.F.**

Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metall.* **29**, 1865-1875 (1981)

**MOMENI, A., ABBASI, S.M.**

Effect of hot working on flow behavior of Ti-6Al-4V alloy in single phase and two phase regions, *Materials and Design*, **31**, 3599-3604 (2010)

**MONTHEILLET, F.**

Moving grain boundaries during hot deformation of metals: dynamic recrystallization. In : *Moving Interfaces in Crystalline Solids, CISM Courses and Lectures - N° 453*, SpringerWienNewYork, p. 203-256 (2004)

**MONTHEILLET, F.**

Métallurgie en mise en forme à chaud, *Les Techniques de l'Ingénieur*, **M3031**, 1-14 (2009)

**MONTHEILLET, F., DESRAYAUD, Ch.**

Essais rhéologiques à chaud. *Les Techniques de l'Ingénieur*, **M3 009**, 1-16 (2009)

**MONTHEILLET, F., JONAS, J.J.**

Dynamic recrystallization, in *Encyclopedia of Applied Physics*, vol.16, VCH Publishers, 205-225 (1996).

**MONTHEILLET, F., LURDOS, O., DAMAMME, G.**

A grain scale approach for modelling steady state discontinuous dynamic recrystallization. *Acta Mater.* **57**, 1602-1612 (2009)

**MONTHEILLET, F., PALLOT, L., PIOT, D.**

Hot deformation and dynamic recrystallization of the beta phase in titanium alloys. *Thermec-2011*, Québec, Canada (2011), in *Materials Science Forum*, vols. 706-709, 127-134 (2012)

**NAKA, S., LASALMONIE, A., COSTA, P., KUBIN, L.P.**

The low-temperature plastic deformation of  $\alpha$ -titanium and the core structure of a type screw dislocations, *Phil. Mag.*, **57-5**, 717-740 (1988)

**ORLANS-JOLIET, B.**

Déformation plastique de monocristaux de structure cubique centrée en compression plane, Thèse, ENSM Saint-Étienne (1989)

**ORLOVA, A., CADEK, J.**

Some substructural aspects of high-temperature creep in metals, *Phil. Mag.*, **28**, 891-899 (1973)

**PERDRIX, Ch., PERRIN, M.Y., MONTHEILLET, F.**

Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours d'une déformation à chaud de grande amplitude. *Mém. Etud. Sci. Rev. Métall.* **78**, 309-320 (1981)

**PRASAD, Y.V.R.K., SESHACHARYULU, T., MEDEIROS, S.C., FRAZIER, W.G.**

A study of  $\beta$  processing of Ti-6Al-4V, *Journal of Engineering Materials and Technology*, **355-360** (2001)

**PRIMIG, S., LEITNER, H., LORICH, A., KNABL, W., CLEMENS, H., STICKLER, R.**

SEM and TEM investigations of recovery and recrystallization in technically pure molybdenum, *Prakt. Metallogr.*, **48** (2011)

**RAKOTONOELINA, M.**

Etude de l'effet de la gamme de forgeage sur la microstructure des pièces aéronautiques en alliage Ti 17. Mémoire CNAM (1999)

**RINGEVAL, S.**

Microstructures et textures d'alliages d'aluminium déformés par forgeage croisé (compression multidirectionnelle). Thèse, ENSM Saint-Étienne (2006)

**ROSSARD, C.**

Contribution à l'étude de la déformation plastique à chaud des aciers. Thèse, in *Métaux-Corrosion-Industries* **35**, 1<sup>ère</sup> partie : 102-115, 2<sup>ème</sup> partie : 140-153, 3<sup>ème</sup> partie : 190-205 (1960)

**RUSTE, J.**

La microscopie électronique à balayage,  
[http://mr.gnmeba.free.fr/tutorial/tutorial\\_meb.htm](http://mr.gnmeba.free.fr/tutorial/tutorial_meb.htm)

**SAKAI, T., JONAS, J.J.**

Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations. *Acta Metall.* **32**, 189-209 (1984)

**SATGER, E.**

Etude et modélisation de la recristallisation du Ti 17 forgé. DEA, ENSI Caen, SNECMA Gennevilliers (1995)

**SEAGLE, S.R.**

Titanium and its alloys. Lesson 3: Principles of alloying titanium. Metals Engineering Institute, ASM (1968)

**SÉRAPHIN, L., CASTRO, R.**

Traitements thermiques du titane et de ses alliages. *La Technique Moderne* **58-2**, 3-11 (1966)

**TANAKA, K., OTSUKA, M., YAMAGATA, H.**

Effect of orientation and purity on the dynamic recrystallization of aluminium single crystals with multi glide systems, *Materials Transactions JIM*, **40-3**, 242-247 (1999)

**URCOLA, J.J., SELLARS, C.M.**

Influence of changing strain rate on microstructure during hot deformation, *Acta Metall.*, **35**, 2649-2657 (1987)

**WARCHOMICKA, F., POLETTI, C., STOCKINGER, M.**

Study of the hot deformation, behaviour in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr. *Mater. Sci. Eng. A* **528**, 8277-8285 (2011)

**VAUGHAN, L.**

Influence du carbone et du niobium sur la rhéologie et les mécanismes de déformation à chaud dans le domaine alpha d'alliages à base de fer et fer-chrome, Thèse, ENSM Saint-Étienne (2007)

**(1) METROLOGIE DES CAPTEURS**

[http://michel.hubin.pagesperso-orange.fr/capteurs/metro/chap\\_met3.htm](http://michel.hubin.pagesperso-orange.fr/capteurs/metro/chap_met3.htm)



**NNT: 2012 EMSE 0675**

**Loïs PALLOT**

THERMOMECHANICAL PROCESSING OF ALLOY Ti-17. EXPERIMENTAL INVESTIGATION AND MODELING OF DYNAMIC RECRYSTALLIZATION IN THE BETA RANGE

**Speciality:** Materials Science and Engineering

**Keywords:** titanium alloys, continuous dynamic recrystallization, forging, beta phase, modeling

**Abstract:**

Titanium alloys used for the manufacture of rotating parts of aircraft engines undergo complex thermomechanical processing schedules, involving usually several forging operations. The forging step in the single  $\beta$ -phase domain plays an important role, because it governs the phase transformation that occurs during cooling or subsequent heat treatment in the two-phase  $\alpha+\beta$  range, and therefore the final mechanical properties of the workpiece. Controlling the microstructural evolutions during forging in the  $\beta$ -domain is of prime interest to optimize the entire process of disks manufacture. A full understanding of the (continuous and geometric) dynamic recrystallization mechanisms occurring in this type of material is therefore required. In this study, the effects of temperature, strain and strain rate were investigated by hot uniaxial compression and torsion tests. The microstructures and textures were characterized using backscattering electron diffraction (EBSD). These experimental approaches were associated with the development of a physical model. In the latter, the mechanism of "continuous" dynamic recrystallization (CDRX), consisting of a progressive initial fragmentation of the grains leading to the formation of new grain boundaries, was adapted from former studies. The parameters characterizing the elementary mechanisms of CDRX (strain hardening, dynamic recovery, grain boundary migration) were determined by fitting the experimental data. The final objective of this work is to develop a metallurgical post-processor dedicated to forging operations of titanium alloys in the  $\beta$ -phase range.

NNT : 2012 EMSE 0675

## **Loïs PALLOT**

TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES DE L'ALLIAGE DE TITANE TI-17.  
ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION DE LA RECRISTALLISATION  
DE LA PHASE BETA

**Spécialité :** Science et Génie des Matériaux

**Mots clefs :** alliages de titane, recristallisation dynamique continue, forgeage,  
phase bêta, modélisation

### **Résumé :**

Au cours de leur mise en forme, les alliages de titane destinés à la fabrication de pièces tournantes pour moteurs d'avions suivent un schéma thermomécanique complexe constitué généralement de plusieurs opérations de forgeage. L'étape de forgeage dans le domaine monophasé  $\beta$  joue un rôle important, car elle conditionne la transformation de phases qui s'opère au cours du refroidissement ou du traitement thermique consécutif dans le domaine biphasé  $\alpha$ - $\beta$ , et donc les propriétés mécaniques finales de la pièce. La maîtrise de l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique au cours du forgeage dans le domaine  $\beta$  est donc indispensable pour optimiser l'ensemble du procédé de mise en forme. Pour cela, il est important de bien comprendre les mécanismes de recristallisation dynamique (continue et géométrique) se produisant dans ce type de matériau.

Dans cette étude, les effets de la température, de la déformation et de la vitesse de déformation ont été étudiés au moyen d'essais de compression uniaxiale et de torsion à chaud. Les microstructures et textures de déformation ont été caractérisées par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Ces approches expérimentales sont associées à un travail de modélisation, pour lequel le schéma de recristallisation dynamique "continue" (ou CDRX), consistant en une fragmentation progressive des grains  $\beta$  initiaux par la formation de nouveaux joints de grains, a été adapté à partir d'études antérieures. Les paramètres caractérisant les mécanismes élémentaires de la CDRX (écrouissage, restauration dynamique, migration des joints) ont été déterminés par ajustement sur les données expérimentales.

Ces travaux ont pour objectif l'élaboration d'un post-processeur métallurgique dédié au forgeage des alliages de titane en phase  $\beta$ .