



**HAL**  
open science

## Etude de la rhéologie à chaud et des évolutions microstructurales de l'alliage Ti-5553

Ameth Maloum Fall

► **To cite this version:**

Ameth Maloum Fall. Etude de la rhéologie à chaud et des évolutions microstructurales de l'alliage Ti-5553. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2015. Français. NNT : 2015EMSE0801 . tel-01408989

**HAL Id: tel-01408989**

**<https://theses.hal.science/tel-01408989>**

Submitted on 5 Dec 2016

**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 : 2015 EMSE 0801



## **THÈSE**

**Présentée par**

**Ameth Maloum FALL**

Pour obtenir le grade de  
Docteur  
de l'École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des matériaux

### **Étude de la rhéologie à chaud et des évolutions microstructurales de l'alliage Ti-5553**

Soutenue publiquement à Saint-Étienne, le 09 novembre 2015

#### Membres du jury

Présidente :	Élisabeth GAUTIER	Directrice de recherche au CNRS IJL, Nancy
Rapporteurs :	Frédéric PRIMA	Professeur des universités Chimie-ParisTech, Paris
	Shigehisa NAKA	Docteur-ès Sciences, Chargé de mission ONERA, Châtillon
Examinatrice :	Sandra ANDRIEU	Docteure, ingénieur matériaux SAFRAN Messier Bugatti Dowty, Bidos
Directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Directeur de recherche émérite au CNRS ENSMSE
Co-encadrant de thèse :	David PIOT	Chargé de recherche des écoles des mines ENSMSE

**Keywords:** Titanium, forging process, rheology, microstructures, textures, phase transformation, modelling, thermomechanical process.

**Abstract:**

Ti-5553 alloy used for landing gear manufacturing has a complex thermomechanical diagram during hot working process which consists of successive forging steps in the single phase  $\beta$  and the two phases  $\alpha + \beta$  region. For this purpose, in order to optimize the Ti-5553 forging process in Messier-Bugatti-Dowty Company, significant development of knowledge of rheology and the microstructural evolution during thermomechanical processing is necessary. The aims of this work are: i) to find out experimentally the rheology, ii) to model the mechanical behavior, and iii) to characterize the microstructural changes during different strain sequences in the  $\alpha + \beta$  and  $\beta$  regions.

Uniaxial compression tests were carried out in order to determine the rheology of the Ti-5553 alloy in the single and the two-phase region. The latter provide the behavior of the alloy in the two initial states, "billet" and "as forged". This information was used to determine the rheological behavior of the material in the temperature range 720 to 990 °C, strain rate range 0.001 to 1 s<sup>-1</sup> and strains in the range 0.1 to 1.2.

A rheological model of the material behavior based on Hansel-Spittle equations was proposed which takes into account the dependence of the flow behavior of the material with strain rate and temperature.

Moreover, characterisation methods such as optical, scanning electron microscopies, X-rays and EBSD analyses were used to examine the microstructures in the initial state (undeformed) and the deformed material. These techniques allowed the measurement of alpha and beta grain sizes as well as the texture of the material at different conditions (undeformed and deformed material). The results also indicated that a dynamic  $\alpha$ -phase precipitation phenomenon in the material can take place during the hot working process.

Mots clefs : Titane, forgeage, rhéologie, microstructures, textures, transformations de phase modélisation, traitements thermomécaniques.

### Résumé :

L'alliage Ti-5553 destiné à la fabrication des trains d'atterrissage suit au cours de sa mise en forme, un schéma thermomécanique assez complexe composé par des étapes de forgeage successives dans les domaines monophasé  $\beta$  et biphasé  $\alpha+\beta$ . Ainsi dans le but de rendre possible l'optimisation de ses gammes de forgeage, un important développement des connaissances sur la rhéologie et sur les évolutions microstructurales au cours du traitement thermomécanique est donc nécessaire pour l'entreprise Messier Bugatti Dowty.

L'objectif ici est de déterminer expérimentalement la rhéologie et de modéliser le comportement mécanique ainsi que la caractérisation des microstructures de l'alliage Ti-5553 au cours des séquences de déformations dans les domaines  $\alpha+\beta$  et  $\beta$ .

La détermination expérimentale de la rhéologie à chaud de l'alliage Ti-5553 a été réalisée d'une part au moyen d'essais de compression uniaxiale dans les domaines biphasé et monophasé. Celle-ci a permis d'identifier une loi de comportement du matériau dans le domaine  $\beta$  pour les deux états "billet" et "pièce forgée", de décrire le comportement rhéologique du Ti-5553 dans les domaines de température, de vitesse et de déformation comprises respectivement entre 720 et 990 °C ; 0,001 et 1 s<sup>-1</sup> ; 0,1 et 1,2. C'est ainsi qu'un modèle rhéologique a été proposé, basé sur la Loi de Hansel et Spittle qui prend en compte l'évolution de la contrainte d'écoulement du matériau en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

Par ailleurs, les analyses microstructurales réalisées en microscopie optique, aux rayons X, au MEB et en EBSD ont permis de caractériser les tailles des grains  $\alpha$  et  $\beta$ , des textures des états initiaux et de déformés, et de mettre en évidence un phénomène de précipitation dynamique de la phase  $\alpha$ .

# Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du département PMM (Physique et Mécanique des Matériaux) du centre SMS (Science des Matériaux et des Structures de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne).

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Frank Montheillet, pour 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 surtout pour ses qualités humaines. Je remercie également Sandra Andrieu qui a encadré ma thèse chez Messier Bugatti Dowty.

J'adresse aussi mes remerciements aux membres du jury de cette thèse : madame Élisabeth Gautier qui a accepté de présider le jury, messieurs Frédéric Prima et Shigehisa Naka qui ont accepté d'être rapporteurs.

J'adresse également mes remerciements à Séverine Girard et à Pauline Lambert pour les essais mécaniques, Gilles Blanc pour sa disponibilité et ses précieux conseils en analyse par microscopie optique et enfin, Maryline Mondon 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 du couloir K4 pour leur sympathie et leur convivialité lors de ces années de thèse passées à l'école.

Enfin j'ai une pensée toute particulière pour mes parents, mes frères et sœurs qui m'ont aidé à réussir ma scolarité.

Je ne finirai sans remercier ma femme qui m'a toujours soutenu et qui a aussi supporté mes humeurs pendant ces années de thèse parfois difficiles. Merci à tous de votre soutien.





# SOMMAIRE

Introduction générale	13
I.1    Contexte industriel	13
I.2    Problématique scientifique	14
I.3    Démarche suivie	15
Synthèse bibliographique	19
II.1   Introduction	19
II.2   Généralités sur le titane et ses alliages	19
II.2.1   Métallurgie d'élaboration du titane et évolution de la production	19
II.2.2   Domaine d'application	21
II.2.3   Classification des alliages de titane	23
II.3   Traitements thermiques et morphologies des alliages de titane	28
II.3.1   Traitements thermiques et types de microstructures	28
II.3.2   Différentes phases rencontrées dans les alliages de titane	29
II.3.3   Les cinétiques de transformation de phases dans les alliages $\beta$ -métastables	33
II.4   Déformation à chaud des alliages de titane	36
II.4.1   Mécanismes de déformation	36
II.4.2   Textures de déformation	40
II.4.3   Traitements thermomécaniques et microstructures	44
II.4.4   Phénomènes d'adoucissement et de recristallisation	47
II.4.5   Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques	50
II.5   Lois de comportement et modèles rhéologiques applicables aux alliages de titane	54
II.5.1   Contrainte d'écoulement et densité de dislocations	54
II.5.2   Lois empiriques de comportement	56
II.5.3   Lois physiques de comportement	59
II.6   Conclusion	61
Matériaux et méthodes expérimentales	65
III.1  Introduction	65

III.2	L'alliage Ti-5553	65
III.2.1	Généralités	65
III.2.2	Matériaux étudiés et leur histoire thermomécanique	72
III.3	Procédure expérimentale	74
III.3.1	Prélèvement des éprouvettes	74
III.3.2	Compression à chaud	75
III.3.3	Détermination des paramètres rhéologiques	80
III.3.4	Techniques d'analyses microstructurales	81
III.4	Conclusion	90
<b>Caractérisation des états initiaux et des traitements thermiques</b>		<b>93</b>
IV.1	Introduction	93
IV.2	Micrographies des états initiaux	93
IV.2.1	État « billette »	94
IV.2.2	État « pièce forgée »	95
IV.2.3	Conclusion	97
IV.3	Traitements thermiques	97
IV.3.1	Taille des grains $\beta$	98
IV.3.2	Fraction de phase $\alpha$	99
IV.4	Dissolution de la phase $\alpha$	100
IV.5	Texture des états initiaux	101
IV.5.1	La phase $\alpha$	102
IV.5.2	La phase $\beta$	103
IV.6	Conclusion	106
<b>Étude et modélisation de la rhéologie</b>		<b>111</b>
V.1	Introduction	111
V.2	Rhéologie de l'alliage Ti-5553	111
V.2.1	Essais de compression à chaud sur éprouvettes cylindriques	111
V.2.2	Détermination des paramètres rhéologiques	120
V.2.3	Étude de l'anisotropie de la billette	124
V.2.4	Rhéologie identifiée sur la billette et sur la pièce forgée dans le domaine $\beta$	126
V.2.5	Ajustement d'un modèle empirique (Hansel et Spittel) sur le Ti-5553	127

V.3	Utilisation des lois de mélange	130
V.3.1	Extrapolation du comportement de la phase $\beta$	130
V.3.2	Définition des lois de mélange	134
V.3.3	Estimation du comportement de la phase $\alpha$	134
V.3.4	Application des lois de mélange au Ti–5553	140
V.4	Conclusion	141
<b>Analyse des évolutions microstructurales</b>		<b>145</b>
VI.1	Introduction	145
VI.2	Évolution des microstructures au cours des traitements thermiques	145
VI.3	Effets de la déformation sur la microstructure	151
VI.3.1	Microstructures de compression uniaxiale	151
VI.3.2	Microstructures de compression à la presse industrielle	157
VI.3.3	Comparaisons des essais sur bicônes et des essais sur cylindres	161
VI.4	Précipitation dynamique pendant la déformation dans le domaine $\beta$	162
VI.4.1	Observations et analyses	162
VI.4.2	Identification de la phase apparue pendant la déformation	164
VI.5	Déformations hors équilibre	182
VI.5.1	Microstructures après compression	182
VI.5.2	Évolution des contraintes d'écoulement avec des fractions hors équilibre	185
VI.6	Effet de la vitesse de déformation sur la microstructure	187
VI.7	Conclusion	188
<b>Conclusion générale et perspectives</b>		<b>191</b>
<b>Annexes</b>		<b>197</b>
VIII.1	Annexe 1 : Détermination des paramètres rhéologiques sur la « pièce forgée » (Riallant, 2010)	197
VIII.1.1	Courbes contrainte – déformation	197
VIII.1.2	Détermination des paramètres $m$ et $Q$	199
VIII.1.3	Micrographies sur la « pièce forgée »	201
VIII.2	Annexe 2 : résultats de la simulation des essais industriels	204
VIII.2.1	Conditions des essais	204
VIII.2.2	Présentation des logiciels de simulation utilisés	205

VIII.2.3	Résultats des simulations avec les rhéologies du Ti-17 et du Ti-5553	207
VIII.3	Annexe 3 : Micrographies optiques, MEB et EBSD sur la billette	211
VIII.3.1	Micrographies optiques	211
VIII.3.2	Micrographies EBSD	214
VIII.3.3	Figures de pôles sur quelques états déformés	224
VIII.3.4	Micrographie MEB	231
VIII.4	Annexe 4 : Modélisation des courbes contrainte-déformation dans le domaine biphasé	235
VIII.4.1	Influence du pic de la phase $\beta$ sur le comportement dans le domaine biphasé	235
VIII.4.2	Effet de la précipitation dynamique de phase $\alpha$ dans le domaine $\beta$	236
VIII.5	Annexe 5 : Modélisation de la croissance dynamique des nodules $\alpha$ dans le domaine $\beta$	238
	Références	245

# **CHAPITRE I**

## **INTRODUCTION GÉNÉRALE**



---

## INTRODUCTION GENERALE

### I.1 Contexte industriel

L'allégement des structures aéronautiques, prioritaire pour le développement de nouveaux avions plus performants, peut être obtenu par l'introduction de matériaux combinant une légèreté accrue et de hautes performances mécaniques. Les alliages de titane, par leur résistance mécanique élevée, leur faible densité, leur grande tolérance au dommage et leur résistance à la corrosion, sont particulièrement intéressants pour atteindre cet objectif d'allégement sur les composants subissant des sollicitations sévères et/ou des limitations strictes d'encombrement. Le titane présente donc un intérêt certain, par exemple, dans les trains d'atterrissage où une bonne résistance est nécessaire, ou dans les disques de turboréacteur qui doivent transmettre un couple mécanique à des températures pouvant être élevées.

Jusqu'à maintenant, l'alliage TA6V est l'alliage de titane principalement utilisé par l'industrie aéronautique. Cependant, il a largement atteint sa maturité et ne présente plus que de minces opportunités d'amélioration de ses performances. Pour les applications futures, il est nécessaire d'asseoir la maîtrise industrielle de la mise en œuvre des alliages de titane plus avancés pour relever les nouveaux défis de l'aéronautique et continuer à alléger les structures par le remplacement progressif des aciers à très hautes caractéristiques ou des superalliages à base de nickel trop lourds et/ou coûteux. Dans ce contexte, l'alliage Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) apparaît comme un très bon candidat avec des propriétés mécaniques élevées (résistance à la traction supérieure à 1240 MPa), pour des applications dans les trains d'atterrissage. Cet alliage a d'ailleurs été utilisé par Boeing dans la réalisation de certaines pièces du B787 (trains d'atterrissage).

Trois étapes de fabrication mènent à l'obtention d'une pièce : l'élaboration de l'alliage, la mise en forme et les traitements thermiques. Ces deux dernières étapes tiennent une place de choix 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 de la transformation contribuent à leur microstructure finale et conditionnent donc les propriétés du matériau.

Au lancement de la présente thèse, les connaissances du comportement du Ti-5553 pendant le forgeage étaient bien limitées ; la bibliographie publiée était par ailleurs encore très pauvre. Un important développement des connaissances sur la rhéologie à chaud et sur les évolutions microstructurales en cours de traitement thermomécanique s'avérait donc nécessaire afin de comprendre puis de modéliser le comportement thermomécanique du Ti-5553 dans le but de rendre possible l'optimisation de ses gammes de forgeage (alternance de forgeages dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  et dans le domaine monophasé  $\beta$  à plus haute température) et surtout des microstructures résultantes sur les pièces forgées, gages des performances attendues en tenue en service.

## I.2 Problématique scientifique

La présente thèse porte sur l'alliage Ti-5553. Sa préparation s'est inscrite dans un programme incluant un partenariat entre la société Messier Bugatti Dowty du groupe Safran et le laboratoire Georges Friedel de l'École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne et s'est située dans le contexte du besoin de maîtriser les différents phénomènes qui ont lieu durant les étapes successives du cycle thermomécanique. Les principaux travaux que nous avons réalisés sur cet alliage concernent sa mise en forme et le contrôle de ses microstructures, ce qui aide l'industriel à maîtriser la qualité de ses approvisionnements, les propriétés en service et la sûreté de fonctionnement des pièces en Ti-5553.

La thèse s'est donc attachée d'une part, à l'étude de la rhéologie du Ti-5553, et d'autre part, à développer les 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.

Le cycle thermomécanique de la Figure I.1 représente schématiquement les différentes étapes d'un forgeage du Ti-5553 avec une alternance de déformations dans les domaines biphasé et monophasé. Durant l'étude, ce cycle thermomécanique a été reproduit au mieux par des essais de compression uniaxiale d'éprouvettes de laboratoire et de quelques éprouvettes de grande taille sur presse industrielle.

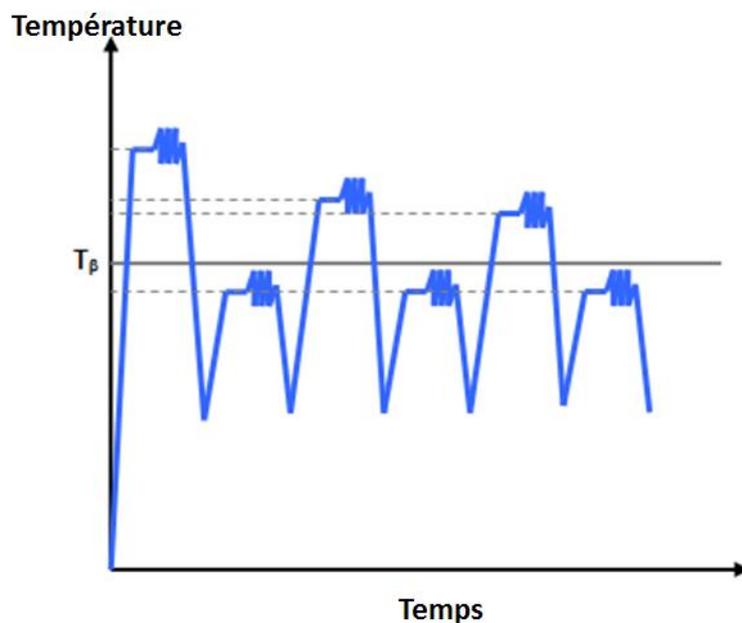


Figure I.1 : Cycle thermomécanique d'une gamme schématique de forgeage du Ti-5553

Pour réduire le coût des essais d'industrialisation souvent très onéreux, les procédés utilisés peuvent faire l'objet de simulations numériques. Pour être complet, le calcul doit prévoir les propriétés mécaniques en (traction, fatigue, fluage, ...) en chaque point de la pièce après la succession de toutes les étapes de fabrication : forgeage, traitements thermiques, usinage, grenailage, etc. Ce calcul se compose le plus souvent de trois phases enchaînées. La première correspond à la modélisation par éléments finis des déformations et de la thermique induite par chaque étape du procédé de fabrication. La deuxième concerne ensuite la prévision des microstructures à partir de l'histoire thermomécanique suivie par chaque point du matériau grâce à des modèles métallurgiques d'évolutions microstructurales. La troisième consiste enfin à prévoir les propriétés d'emploi déjà mentionnées grâce à des modèles de mécanique des matériaux, en particulier les approches de localisation, d'homogénéisation prenant en entrée les données microstructurales telles que la taille de grain, la répartition des phases, les textures...

### I.3 Démarche suivie

Plus précisément l'objectif est de déterminer expérimentalement la rhéologie ainsi que les évolutions de microstructure de l'alliage Ti-5553 au cours d'une déformation dans les domaines biphasé et monophasé. Dans la préparation de la seconde phase de calcul décrite dans la section I.2, des essais de compression uniaxiale ont ainsi permis de simuler physiquement le forgeage industriel par des sollicitations mécaniques très proches. Les vitesses de déformation ont été étudiées entre  $0,001 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$ , ainsi que les déformations, entre 0,1 et 1. Le forgeage industriel comporte des chemins variés et complexes ce qui nécessite de caractériser la rhéologie dans cette large gamme de conditions de déformation. Les microstructures, les évolutions des fractions des phases, la précipitation dynamique, et les textures résultantes ont été étudiées (notamment par MEB, EBSD, et MET), après refroidissement rapide, de manière à caractériser également les évolutions dynamiques indépendamment de celles, métadynamiques, qui se produisent pendant le maintien éventuel qui suit la déformation.

Le plan de la thèse est organisé comme suit :

- le **chapitre I** est cette introduction générale qui se termine par cette annonce du plan ;
- le **chapitre II** est une synthèse bibliographique qui présente l'alliage Ti-5553 ainsi que des alliages proches, et décrit également les principaux mécanismes de déformation à chaud et les évolutions microstructurales associées ;
- le **chapitre III** traite des procédures expérimentales et présente les matériaux étudiés, les essais mécaniques et les techniques d'analyse ;
- le **chapitre IV** est consacré aux caractérisations microstructurales des états de livraison et des états initiaux après les traitements thermiques préalables aux déformations ;

— le **chapitre V** concerne la caractérisation expérimentale et la modélisation de la rhéologie. L'analyse des essais de compression à chaud conduit à la détermination des lois de comportement en fonction de la déformation, de la vitesse de déformation, de la température et des fractions de phases et à une comparaison avec l'alliage Ti-17 qui apparaît comme un alliage  $\beta$ -métastable proche ;

— le **chapitre VI** présente les évolutions microstructurales du Ti-5553 au cours de la déformation à chaud, notamment les évolutions de la répartition des phases au cours du traitement thermomécanique, de la taille des grains  $\beta$  et de celle des nodules  $\alpha$ , etc. ;

— le **chapitre VII** termine en présentant les conclusions et les perspectives qui se dégagent à la fin de la thèse ;

— le **chapitre VIII** est constitué d'annexes qui viennent en complément.

# **CHAPITRE II**

## **SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**



---

## SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

### II.1 Introduction

L'allégement des structures est un défi important à relever dans le domaine de l'aéronautique et de l'aérospatial. Ainsi les alliages de titane, qui présentent un bon compromis entre résistance et légèreté, sont de plus en plus utilisés à la place de certains aciers à hautes propriétés, mais de densité plus élevée. Depuis quelques années les alliages  $\beta$ -métastables suscitent beaucoup d'intérêt dans le milieu aéronautique et aérospatial.

Le présent chapitre retrace le contexte bibliographique dans lequel s'inscrit la thèse. Dans la section II.2 qui suit, il présente la métallurgie du titane, une description générale de ses alliages, leur utilisation dans les divers secteurs, et en particulier les alliages  $\beta$ -métastables. Dans la section II.3, il décrit les traitements thermiques et les microstructures que ces derniers développent dans les alliages de titane. Dans la section II.4, il s'intéresse à la déformation à chaud des alliages de titane  $\beta$ -métastables, en particulier les mécanismes de déformation, le développement des textures cristallographiques induites par le traitement thermomécanique, l'adoucissement et la recristallisation et enfin les relations entre microstructures et propriétés mécaniques à l'ambiante et à chaud. Dans la section II.5, il reprend les lois de comportement habituelles, aussi bien empiriques que physiques qui sont appliquées aux alliages de titane avant de conclure par la section II.6.

### II.2 Généralités sur le titane et ses alliages

#### II.2.1 Métallurgie d'élaboration du titane et évolution de la production

Le titane a pour symbole Ti dans la classification périodique des éléments, sa masse molaire est de 47,5 g et son numéro atomique est de 22 (Shackelford et Alexander, 2010). Il est le quatrième élément métallique le plus abondant dans la croûte terrestre après l'aluminium, le fer, et le magnésium, et se présente sous forme d'ilménite ( $\text{FeTiO}_3$ ) et de rutil ( $\text{TiO}_2$ ) (Combres, 2010). Les principaux producteurs de minerai sont l'Afrique du Sud, le Canada, la Norvège, les États-Unis et la Russie. Le procédé Kroll, schématisé sur la Figure II.1, est principalement utilisé. Il consiste en une chloration du minerai pour produire du  $\text{TiCl}_4$ , puis une distillation du  $\text{TiCl}_4$  pour le purifier, suivie d'une réduction par le magnésium de façon à obtenir le métal appelé « éponge de titane » en raison de sa porosité et de son aspect spongieux. L'éponge de titane doit être broyée pour la fusion et la fabrication des alliages. D'autres procédés de petite échelle ont été aussi développés alternativement, ils sont basés sur la production électrolytique et l'électro-désoxydation (Welsch *et al.*, 1993 ; Boyer, 2010).

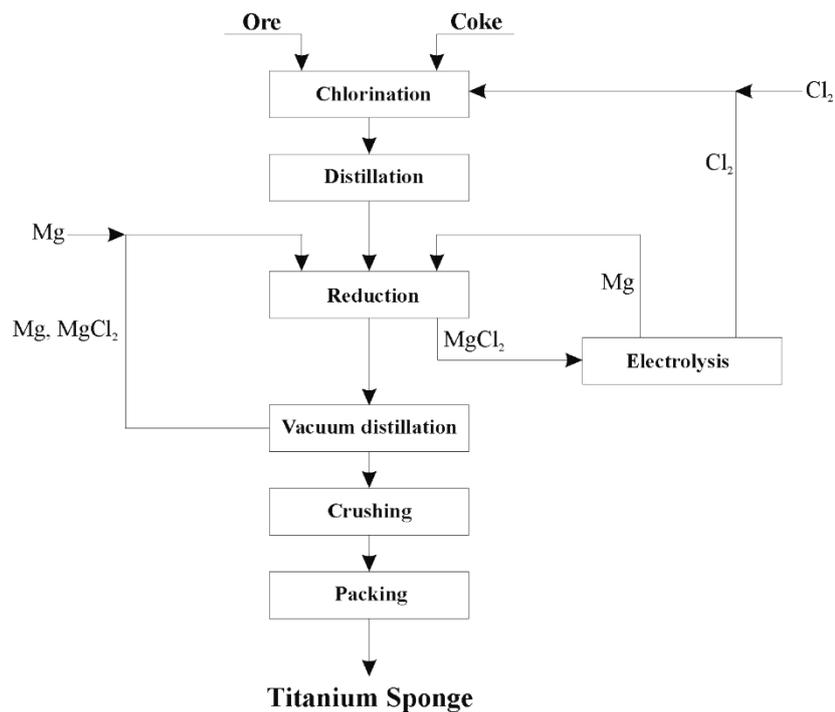


Figure II.1 : Schéma de production d'éponge de titane par le procédé Kroll (Okura, 1996)

Les principaux producteurs d'éponge de titane sont la Russie et le Japon, avec près de 50 % de la production mondiale actuelle, suivis par le Kazakhstan, la Chine, les États-Unis et l'Ukraine (Mitchell, 1998; Donachie, 2000). Dans la dernière décennie, le marché du titane a augmenté pour l'industrie aéronautique avec une production de plus de 200 000 t d'éponge de titane notée pour l'année 2010 en raison de l'augmentation continue de la capacité de production d'éponge en Chine. L'année 2012 a été marquée par un léger tassement de la consommation mondiale de titane de l'ordre de 5 % (120 000 t environ en 2012 pour 125 000 t en 2011) alors que les productions d'éponge et de lingots ont atteint les niveaux record de 240 000 t et 192 000 t respectivement (Louvigné, 2013). Ce paradoxe s'explique, d'une part par le fait que les producteurs ont anticipé une augmentation de la demande qui s'est finalement reportée sur 2013 et, d'autre part, par une incertitude concernant l'évolution du prix et de la disponibilité du minerai de titane. En effet, avec la forte augmentation de la consommation du dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) par l'industrie du pigment, les prix du minerai ont été multipliés par 3 entre 2010 et 2013 et les capacités de production pourraient être saturées à partir de 2014 (Louvigné, 2013).

L'éponge est fondue dans des conditions rigoureuses et alliée sous vide afin d'éviter les variations de composition indésirables des éléments majeurs, c'est-à-dire les ségrégations, et des éléments interstitiels, qui peuvent faire varier les propriétés mécaniques des produits finis (Okura, 1996). En général, une double fusion est nécessaire pour assurer une homogénéité suffisante dans

le produit. Une fois le lingot fondu et conditionné, il est converti en produits façonnés tels que les billettes, les barres, les tôles, les feuilles, qui sont utilisés pour d'autres procédés de fabrication (formage, forgeage, extrusion, usinage...) (Combres, 2010).

Dans le secteur aéronautique, les deux principaux constructeurs d'avion, Airbus et Boeing, augmentent progressivement leurs cadences de production pour faire face au gonflement de leur carnet de commande. Avec plus de 9 000 avions à fabriquer, les deux avionneurs ont devant eux environ 7 ans assurés de production. Ce rythme de production est cohérent avec le besoin de 28 000 nouveaux avions d'ici 2030 pour répondre à l'augmentation du trafic aérien (environ 16 500 avions) et au renouvellement de la flotte en service (11 500 avions) (Louvigné, 2013).

## II.2.2 Domaine d'application

Depuis les années 1950, les progrès de l'industrie du titane peuvent se diviser en deux périodes. La première partie a été dominée par le progrès technique motivé par la nécessité de l'ingénierie de matériaux plus efficaces pour les utilisations militaires. La deuxième, à partir du milieu des années 1980, se caractérise par une forte orientation de l'offre vers l'industrie commerciale sous l'influence de la croissance économique mondiale (Jackson et Dring, 2006). Les principales utilisations se concentrent dans l'aérospatial, la marine, la chimie, la pétrochimie, la production d'énergie et, à moindre échelle, dans les articles de sport, l'industrie automobile, les applications d'implants et articles de consommation courante.

Le Tableau II.1 illustre le marché de consommation du titane divisé en quatre groupes (Lütjering et Williams, 2007). Pour les 3 dernières années, une augmentation continue de la demande de titane dans les marchés émergents (aéronautique, pétrole, gaz, automobile, pétrochimie) est notée, tandis que l'industrie militaire connaît une légère décroissance de son activité (Boyer, 1996). Les Figures II.2 et II.3 illustrent quelques applications des alliages de titane dans le secteur aéronautique, dans le domaine médical et automobile, ainsi que les différentes parties de l'avion A350 dans lesquelles le titane est utilisé (Lütjering et Williams, 2007).

Tableau II.1 : Utilisation du titane dans quelques secteurs d'activité au cours des 3 dernières années

Année	2010	2011	2012
Aéronautique Commerciale	35.000 – 39.000	38.000 – 44.000	40.000 – 46.000
Applications industrielles	47.000 – 56.000	66.000 – 69.000	60.000 – 63.000
Applications militaires	7.000 – 8.000	7.000 – 8.000	6.000 – 7.000
Biens de consommation	8.000 – 10.000	9.000 – 12.000	8.000 – 10.000
<b>TOTAL</b>	<b>97.000 – 113.000</b>	<b>120.000 – 133.000</b>	<b>114.000 – 126.000</b>

-

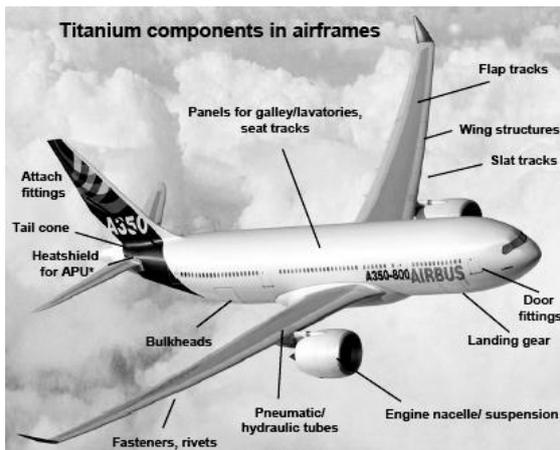


a) Voiture de sport avec des parties de la carrosserie en alliage de titane



b) Prothèse en titane

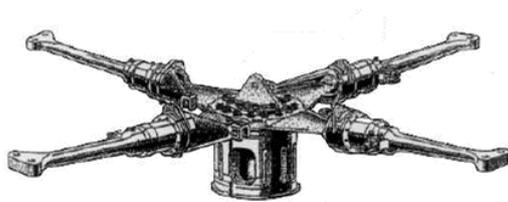
Figure II.2 : Quelques applications des alliages de titane dans les secteurs a) automobile et b) biomédical



a) Les parties de l'avion Airbus A350 contenant du titane



b) Train d'atterrissage



c) Rotor d'hélicoptère en Ti-10-2-3



d) Roue soufflante en Ti-6242

Figure II.3 : Quelques applications des alliages de titane dans le secteur aéronautique

### II.2.3 Classification des alliages de titane

Le titane pur se présente à l'ambiante sous une structure cristalline hexagonale dite  $\alpha$ , qui est stable jusqu'à 882 °C. À cette température, le titane pur subit une transformation allotropique. Au-dessus de cette température, appelée *transus*  $\beta$ , la structure devient cubique centrée et est appelée  $\beta$  ; elle est stable jusqu'à la température de fusion d'environ 1670 °C (Figure II.4).

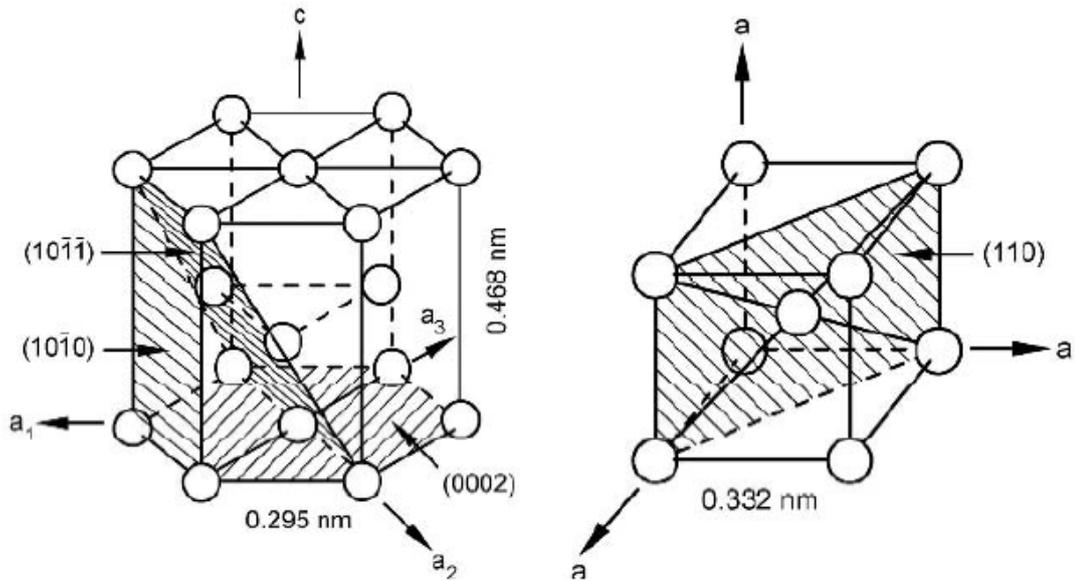


Figure II.4 : Maille hexagonale et maille cubique du titane pur (Lütjering et Williams, 2007)

Le titane se place dans le tableau périodique parmi les métaux de transition, ce qui fait qu'il peut former des solutions solides avec la plupart des éléments en substitution, mais aussi avec des éléments interstitiels tels que l'oxygène, l'azote et l'hydrogène. Les éléments d'alliage ont la capacité de stabiliser soit la phase  $\alpha$ , soit la phase  $\beta$  en faisant varier la température de transformation. Les éléments qui stabilisent la phase  $\alpha$  (alphagènes) élèvent la température de *transus* tandis que cette dernière diminue par ajout de stabilisants de la phase  $\beta$  (bêtagènes). Cependant, certains éléments tels que le zirconium, l'étain, le hafnium, ... n'ont pas de solubilité préférentielle dans l'une ou l'autre des deux phases, et sont dits neutres. Le Tableau II.2 illustre les différents types d'éléments d'addition rencontrés dans les alliages de titane, ainsi que les diagrammes de phases binaires que l'on peut rencontrer (Combres, 2010 ; Welsch *et al.*, 1993).

Tableau II.2 : Classification des éléments d'addition et des diagrammes pseudo-binaires schématiques (Combres, 1997; Héricher, 2004)

caractère	type de diagramme		insertion	substitution
ALPHAGENE			O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , B, C	Al
BETAGENE	isomorphe			Mo, V Nb, Ta.
	eutectoïde		H <sub>2</sub>	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au. Si.
NEUTRE				Sn, Zr. Hf, Ga.

À la température ambiante, les paramètres de maille du titane pur sont :  $a_\alpha = 0,295$  nm et  $c_\alpha = 0,468$  nm pour la phase hexagonale ; pour la phase  $\beta$  cubique, à 908 °C, le paramètre de maille est  $a_\beta = 0,332$  nm (cf. Figure II.4). La transformation allotropique est displacive, analogue à celle qui conduit à la ferrite de Widmanstätten des aciers, qui respecte les relations d'orientation induites par le mécanisme avancé par Burgers et schématiquement présenté sur la Figure II.5, soit  $\{110\}_\beta // (0001)_\alpha$  et  $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  (Burgers, 1934 ; Flower *et al.*, 1974).

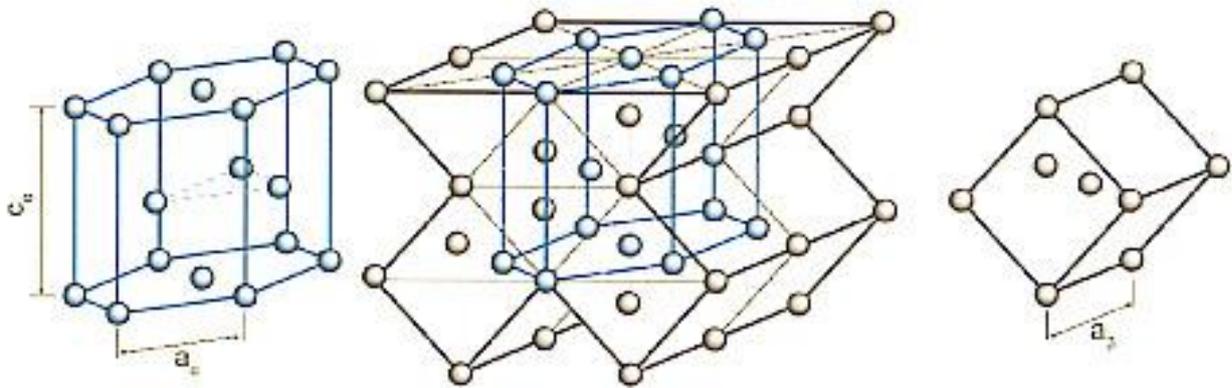
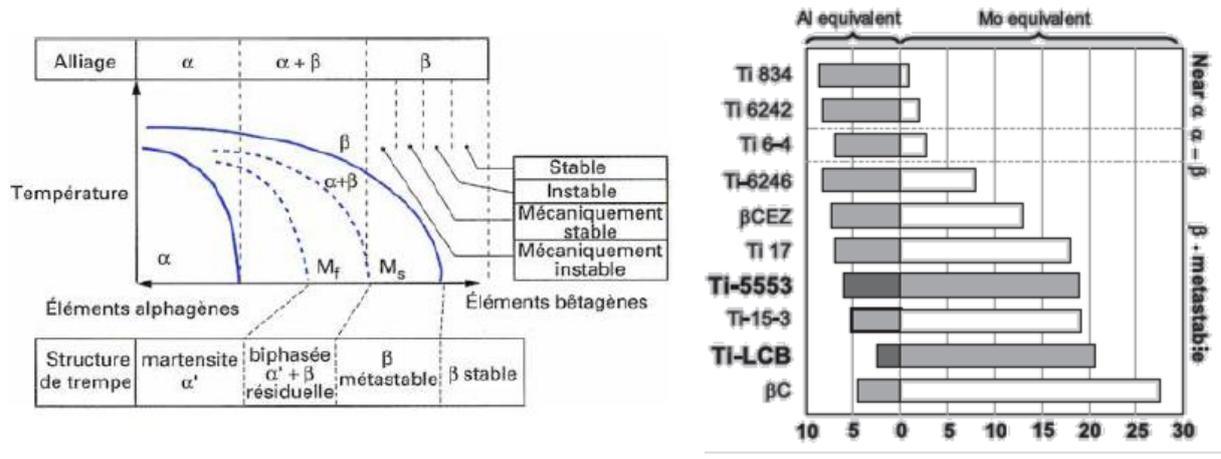


Figure II.5 : Transformation displacive selon le mécanisme proposé par Burgers (Burgers, 1934)

Les alliages de titane peuvent être classés en 3 groupes principaux : alliages  $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$  et  $\beta$ . Au sein du groupe biphasé, on peut trouver deux sous-catégories : les alliages quasi- $\alpha$  et quasi- $\beta$  avec une composition proche respectivement des alliages  $\alpha$  et des alliages  $\beta$ . La sous-figure II.6a montre schématiquement un diagramme pseudo-binaire  $\beta$  isomorphe, c'est-à-dire ne formant pas d'eutectoïde, avec les différentes catégories d'alliages. La sous-figure II.6b montre que les alliages de titane peuvent être classés en fonction de leur teneur équivalente en aluminium et en molybdène (Welsch *et al.*, 1993).



a) Diagramme pseudo-binaire schématisant des différents classes d'alliages de titane

b) Classification de quelques alliages de titane commerciaux

Figure II.6 : Classification des alliages de titane en fonction de leur teneur en éléments alphas ou bêtas (De Gélas et Champin, 1983)

L'équivalence en Al (alphagènes) ou en Mo (bêtagènes) peut être exprimée par les définitions ci-après, où  $[X]$  est la concentration de l'élément "X" en pourcentage massique. Les taux  $[Al]_{eq}$  et  $[Mo]_{eq}$  sont des outils semi-quantitatifs qui permettent la classification des alliages à partir de leur composition chimique (Laude, 1997).

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10[O] \quad (II.1)$$

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[Ta]}{5} + \frac{[Nb]}{3,6} + \frac{[W]}{2,5} + \frac{[V]}{1,5} + 1,25[Cr] + 1,25[Ni] + 1,7[Mn] + 1,7[Co] + 2,5[Fe] \quad (II.2)$$

L'oxygène (O) et l'azote (N) sont des éléments alphas qui diffusent très vite dans les alliages de titane. Ils sont en insertion totale et stabilisent ainsi la phase  $\alpha$ .

La classe d'alliages, qui nous intéresse dans cette étude, est celle des alliages  $\alpha + \beta$ , et particulièrement des alliages  $\beta$ -métabstables, parmi lesquels se range le Ti-5553. Ces alliages s'utilisent de plus en plus dans l'industrie aéronautique et aérospatiale. Plus précisément, les alliages  $\beta$ -métabstables font partie des alliages  $\alpha + \beta$  à l'équilibre ce qui leur permet d'être trempés en restant totalement  $\beta$  ; mais dans des conditions seulement métabstables en raison de la teneur limitée en éléments bêtagènes (cf. Figure II.6a) (Semiatin *et al.*, 1998). Cela signifie aussi que la phase  $\alpha$  peut précipiter au cours d'un vieillissement ultérieur dans le domaine  $\alpha + \beta$ . Ces alliages présentent une excellente aptitude au formage, une trempabilité élevée et une grande résistance à la corrosion. Parmi eux, les plus répandus sont le Ti-10-2-3 (Ti-10V-2Fe-3Al), le Ti-17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-

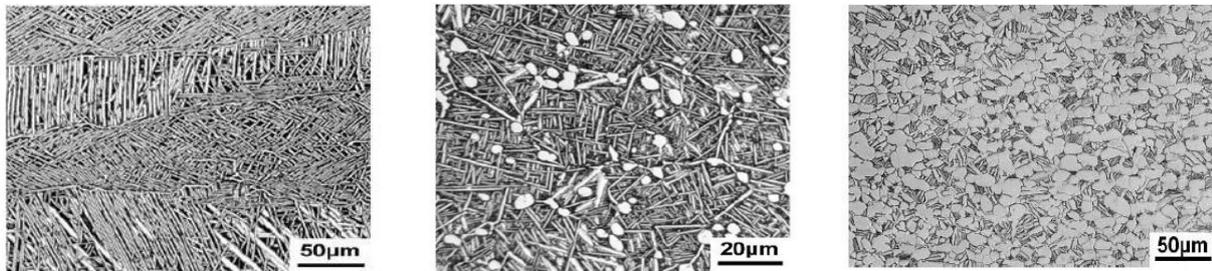
4Mo-4Cr), le VT22 (Ti-5Al-5Mo-5V-1Fe-1Cr) et le Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) qui est un dérivé du VT22 (Boyer, 2010).

## II.3 Traitements thermiques et morphologies des alliages de titane

Comme les alliages  $\alpha + \beta$ , les alliages  $\beta$ -métastables présentent différents types de microstructures en fonction du traitement thermique effectué.

### II.3.1 Traitements thermiques et types de microstructures

Dans les alliages de titane, le traitement thermique effectué est d'une importance capitale. Il agit sur l'arrangement des phases présentes ainsi que sur leur proportion. Trois types de microstructures sont notés dans les alliages de titane et illustrés sur la Figure II.7 : lamellaire, bimodale et globulaire.



- a) Microstructure lamellaire du Ti-6246    b) Microstructure bimodale du  $\beta$ -Cez    c) Microstructure globulaire du TA6V

Figure II.7 : Les principaux types de microstructures rencontrés dans les alliages de titane (Lütjering et Williams, 2007)

#### II.3.1.1 Microstructure lamellaire

La microstructure lamellaire (cf. Figure II.7a) peut être contrôlée par traitement thermique et par le refroidissement à partir du domaine monophasé  $\beta$ . Les structures obtenues dépendent fortement de la vitesse de refroidissement. Après une trempe sévère sur certains alliages, notamment les alliages  $\alpha + \beta$ , la structure est entièrement martensitique (phase  $\alpha'$ ), avec de fines lamelles qui apparaissent comme des aiguilles en 2D. Pour des refroidissements moins rapides, la structure est de type Widmanstätten, dite en lattes, composée de lamelles beaucoup plus épaisses. Ces aiguilles ou lamelles  $\alpha$  se forment préférentiellement à partir des joints des ex-grains  $\beta$ . Leur structure cristallographique est hexagonale compacte, mais avec une composition chimique proche de celle de la phase  $\beta$  dont elles sont issues.

### ***II.3.1.2 Microstructure mixte ou bimodale***

Dans le type de microstructure mixte (cf. Fig. II.7b), aussi appelée bimodale, on observe des grains équiaxes de phase  $\alpha$  primaire qui sont isolés dans une matrice lamellaire formée au cours du refroidissement.

### ***II.3.1.3 Microstructure équiaxe ou globulaire***

Le type de microstructure équiaxe (cf. Figure II.7c), ou encore globulaire, est obtenu par déformation plastique et fragmentation de lamelles au cours du traitement thermomécanique dans le domaine  $\alpha + \beta$ . On obtient ainsi des grains de phase  $\alpha$  primaire qui se forment par recristallisation statique dans le domaine biphasé après déformation.

## **II.3.2 Différentes phases rencontrées dans les alliages de titane**

Parmi les phases présentes dans les alliages de titane, outre la phase  $\alpha$ , on rencontre aussi de la martensite  $\alpha'$ , de la phase  $\omega$ , évidemment de la phase  $\beta$  et aussi des intermétalliques comme  $Ti_3Al$ .

### ***II.3.2.1 Phase $\alpha$***

La phase  $\alpha$  se présente sous trois grandes morphologies qui apparaissent aux joints de grains (phase intergranulaire, GB), depuis le joint vers l'intérieur du grain (WGB) ou dans le grain (intragranulaire, WI), comme illustré sur la Figure II.8.

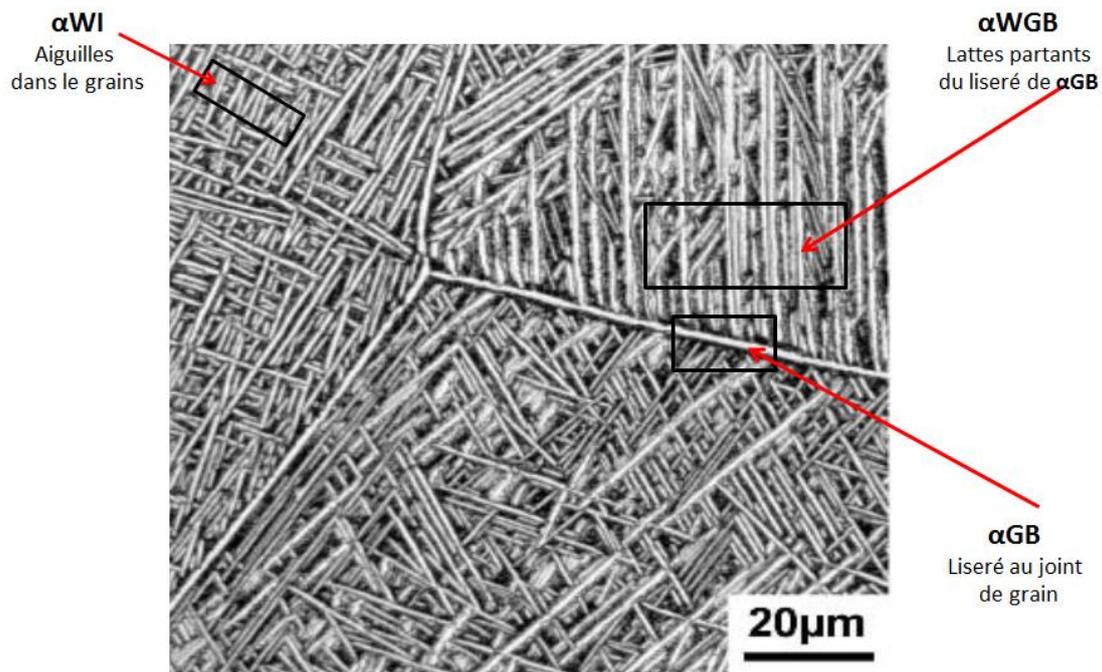


Figure II.8 : Les différentes morphologies de la phase  $\alpha$  de l'alliage  $\beta$ -Cez d'après Lütjering et Williams (2007)

#### II.3.2.1.1. Morphologie $\alpha_{GB}$

La phase  $\alpha_{GB}$  primaire précipite sous forme de liserés plus ou moins épais aux ex-joints des grains  $\beta$  au cours du refroidissement depuis une température supérieure à la température du *transus*  $\beta$ . La germination et la croissance commencent à partir de la température du *transus* jusqu'à 725 °C environ. Cette phase vérifie les relations de Burgers avec l'un des ex-grains  $\beta$  en présence.

#### II.3.2.1.2. Morphologie $\alpha_{WGB}$

La phase  $\alpha_{WGB}$  précipite à partir de la phase  $\alpha_{GB}$  sous forme de colonies de lamelles parallèles. Elle précipite lorsque la phase  $\alpha_{GB}$  atteint une épaisseur critique.

#### Morphologie $\alpha_{WI}$

La phase  $\alpha_{WI}$  est appelée de Widmanstätten intragranulaire. Elle précipite à l'intérieur des ex-grains  $\beta$  (phase intragranulaire). Elle apparaît lors du refroidissement, après déformation ou pendant le traitement thermique, et est constituée de fines lamelles entremêlées. Elle peut aussi se former pendant la transformation de la phase  $\beta$ -métastable au cours d'un vieillissement. Sa température d'apparition est inférieure à celle de  $\alpha_{GB}$ .

### **II.3.2.2 Phase $\alpha'$**

La phase  $\alpha'$  est martensitique de structure hexagonale comme celle de la phase  $\alpha$  mais avec une composition proche de celle de la phase  $\beta$ , donc avec une forte teneur en éléments bêtagènes. La transformation de phases  $\beta \rightarrow \alpha'$  est displacive et implique une distorsion du réseau cubique centré de  $\beta$  et un cisaillement  $\{112\} \langle 111 \rangle$ .

### **II.3.2.3 Phase $\omega$**

La phase  $\omega$  existe sous deux formes : l'une athermique, apparaît lors d'une trempe rapide à partir de la température du *transus*, l'autre isotherme, peut apparaître par décomposition isotherme de la phase  $\beta$  de certains alliages.

### **II.3.2.4 Phase $\beta$**

On distingue trois types de phase  $\beta$  selon leur caractère de stabilité : stable, transformée et métastable.

#### **II.3.2.4.1. Phase $\beta_s$**

Dans les alliages  $\beta$ , la phase  $\beta_s$  est stable à toute température ; elle est impossible à transformer par traitement thermique.

#### **II.3.2.4.2. Phase $\beta_t$**

La phase  $\beta_t$ , pour  $\beta$  transformée, résulte d'un refroidissement lent à partir du domaine monophasé  $\beta$  pendant lequel se développe une structure lamellaire  $\alpha + \beta_t$  par décomposition de la phase  $\beta$  en  $\alpha$  avec une partition, entre les deux phases, des éléments d'alliages selon leur caractère alphagène ou bêtagène.

#### **II.3.2.4.3. Phase $\beta_m$**

La phase  $\beta_m$ , pour  $\beta$ -métastable, retenue à l'ambiante, se caractérise par une composition chimique qui est la même, ou proche, que celle à haute température. Elle est susceptible de se transformer en phase  $\alpha$  lors d'un traitement thermique de vieillissement.

### **II.3.2.5 Intermétallique $Ti_3Al$**

La phase intermétallique  $Ti_3Al$  apparaît lors de maintiens prolongés dans un domaine intermédiaire de température de 400 à 700 °C. Elle est hexagonale, extrêmement durcissante, mais aussi très fragilisante (Laude, 1997 ; Boyer, 1996).

### II.3.2.6 Synopsis générale des phases

Le Tableau II.3 récapitule l'ensemble des phases que l'on peut rencontrer dans les alliages de titane ainsi que leur formation et leurs aspects morphologiques.

Tableau II.3 – Principales phases présentes dans les alliages de titane (Prima, 2000)

Phases	Structures cristallographiques	Caractéristiques
A $\alpha_{GB}$ $\alpha_{WGB}$ $\alpha_p$ $\alpha_s$	Hexagonale compacte	C'est le produit stable de la décomposition de la phase $\beta$ . De composition chimique différente de $\beta$ , elle respecte en général les relations de Burgers.  Précipitation aux joints de grains, aux premiers stades du refroidissement.  Phase $\alpha$ de type Widmanstätten qui précipite à partir de $\alpha_{GB}$ .  Phase $\alpha$ primaire intragranulaire d'équilibre après un traitement de mise en solution dans le domaine $\alpha + \beta$ .  Phase $\alpha$ secondaire intragranulaire issue de la transformation de la phase $\beta$ lors d'un revenu.
$\alpha'$	Hexagonale	De même composition que $\beta$ , elle peut se former selon deux mécanismes : par trempe rapide, pour les alliages contenant moins de 5 % de Mo ; ou par décomposition de la phase $\beta$ sous l'effet d'une contrainte
$\alpha''$	Ortho rhombique	Phase martensitique avec une teneur en éléments bêtagènes importante. Elle peut apparaître également sous l'effet d'une contrainte.
$\Omega$ $\omega_{ath}$ $\omega_{iso}$ $\omega_s$	Hexagonale	Elle est produite par la transformation de la phase $\beta$ lorsque l'alliage est suffisamment riche en éléments bêtagènes.  Elle se forme lors de la trempe d'un alliage suffisamment riche en éléments bêtagènes.  Elle se forme lors du revenu entre 300 et 400 °C par transformation de la phase $\beta$ .  Elle apparaît sous l'action d'une contrainte, et est souvent associée au maclage $\{332\} \langle 113 \rangle$ dans les alliages $\beta$ -métastables.
$\beta$	Cubique centrée	Elle est stable à haute température, supérieure au <i>transus</i> .
$\beta'$	Cubique centrée	Phase produite par décomposition spinodale de la phase $\beta$ dans les alliages de titane à teneur élevée en éléments bêtagènes.

### II.3.3 Les cinétiques de transformation de phases dans les alliages $\beta$ -métastables

La transformation de phases à l'état solide est fondamentale puisque la quasi-totalité des alliages de titane subissent un traitement thermique après la coulée ou le forgeage dans le but d'améliorer leurs propriétés (Banerjee et Mukhopadhyay, 2007). Elle peut être de nature diffusive ou bien displacive, sans diffusion d'éléments d'alliage. Cette dernière se produit par une réorganisation de la structure cristalline notamment lors de la trempe rapide. Dans le cas d'un refroidissement lent les éléments chimiques ont le temps de diffuser dans l'alliage.

La diffusion des éléments d'alliage contrôle la cinétique de transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . La plupart des travaux relatifs à la cinétique de transformation de phases dans les alliages de titane sont réalisés à partir du domaine  $\beta$  pour des transformations de phase dans le domaine  $\alpha + \beta$  (Azimzadeh et Rack, 1998 ; Semiatin *et al.*, 1999). Le taux de germination et la morphologie des phases peuvent être étudiés pendant un traitement thermique isotherme dans la région biphasée où pendant le refroidissement continu. Différentes techniques, outre la métallographie, peuvent être employées pour déterminer expérimentalement la cinétique de transformation. Notamment, plusieurs travaux (Avrami, 1939; Malinov *et al.*, 2000) ont utilisé la résistivité électrique afin de suivre *in situ* les transformations de phases au cours du traitement thermique isotherme après un refroidissement rapide à partir de la région  $\beta$ . Les variations de résistivité s'analysent avec la théorie de Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov (JMAK),

$$f = 1 - \exp(-kt^n) \quad (\text{II.3})$$

où  $f$  est la fraction du volume transformé en  $\alpha$  à partir du matériau, entièrement  $\beta$  à l'état initial, qui varie avec le temps  $t$ ,  $k$  la constante de vitesse de réaction, et  $n$  l'exposant d'Avrami, qui dépend des mécanismes de germination et de croissance. Dans le cas de la transformation dans le domaine biphasé depuis le domaine  $\beta$ , l'équation (II.3) peut être réécrite,

$$y = \frac{f_\alpha(t)}{f_\alpha^{\max}} = 1 - \exp(-kt^n) \quad (\text{II.4})$$

où  $y$  est le degré de transformation,  $f_\alpha(t)$  est la fraction de phase  $\alpha$  formée au temps  $t$ , et  $f_\alpha^{\max}$  est la fraction de phase  $\alpha$  de l'équilibre à la température correspondante. Cette équation valable pour un maintien isotherme ne tient pas compte de l'histoire thermique préalable et du temps d'incubation. Par conséquent, le temps doit être pris non pas comme un temps absolu, mais une durée depuis le début effectif de la transformation.

Pour un refroidissement continu, Laude, 1997 et Malinov *et al.*, 2000 ont simulé la transformation par discrétisation de la loi de transformation isotherme (II.4) en appliquant la règle de cumul de Scheil.

Des simulations numériques aident à comprendre l'équilibre des phases, la transformation de phases et l'évolution de la microstructure durant le traitement thermique. L'utilisation du logiciel THERMOCALC permet d'estimer de façon fiable le diagramme de phases des alliages de titane en tenant compte du rôle critique des éléments légers tels que C, O, N. En utilisant une base de données comprenant tous les éléments impliqués, (Laude, 1997) ont obtenu une bonne prévision dans la prédiction de la température de transformation de phases (Figure II.9).

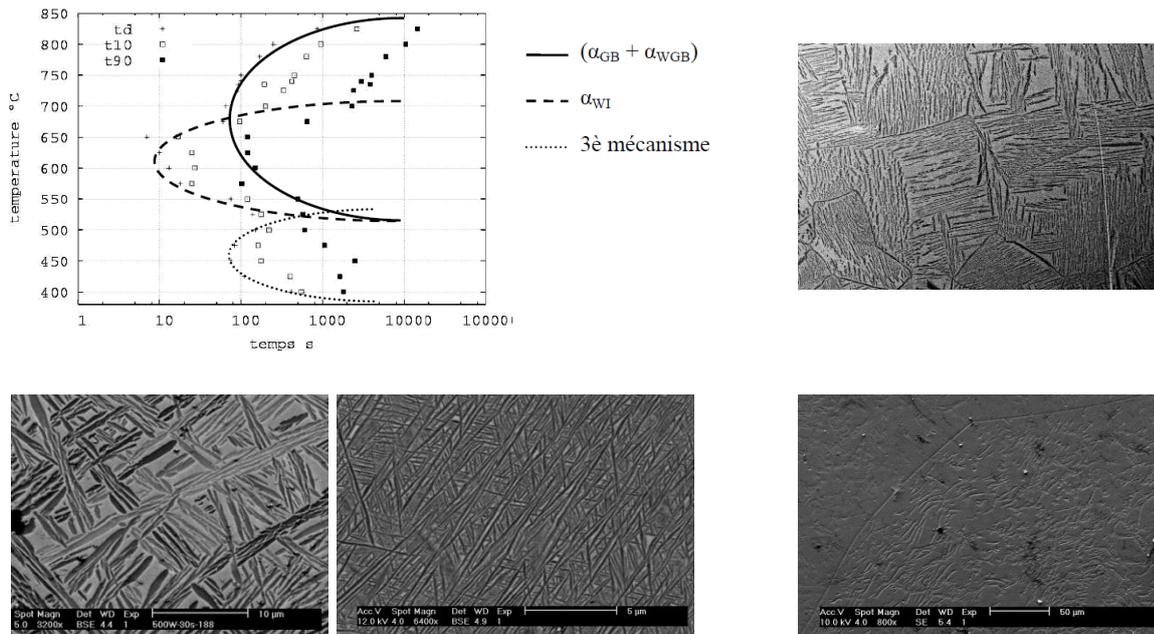
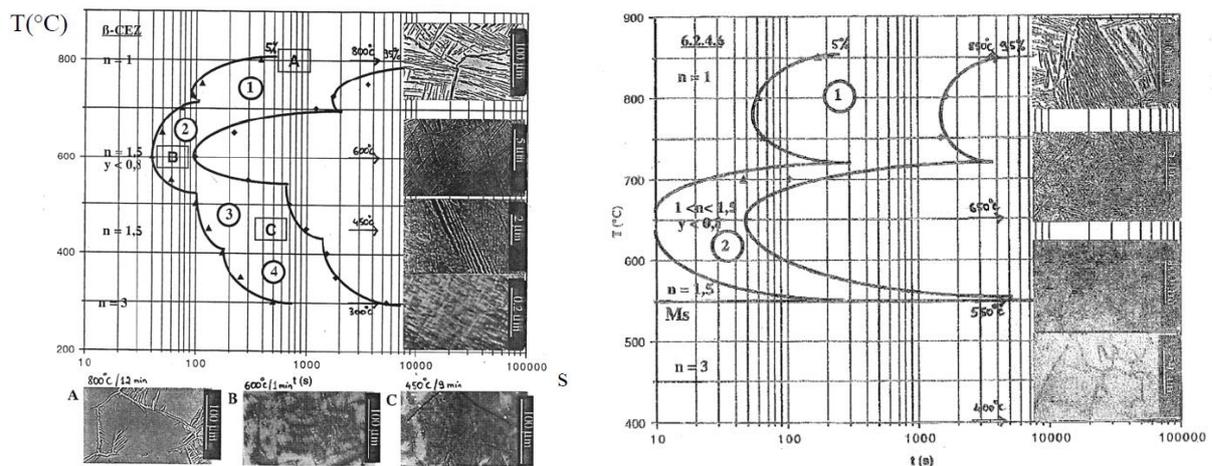


Figure II.9 : Diagramme TTT (température-temps-transformation) de l'alliage  $\beta$ -métastable Ti-17 (Laude, 1997)

Les modèles à base de champs de phases ont permis de décrire la croissance de la phase  $\alpha$  primaire, la formation de plaquettes  $\alpha_{WGB}$  ou l'évolution de la microstructure lors de la croissance de grains (formation de textures, etc.) (Shi et Wang, 2013 ; Ammar, 2010). La mise en œuvre de réseaux de neurones a été aussi utilisée pour étudier l'influence des différents éléments sur la cinétique de transformation dans les alliages de titane et la prévision de diagrammes TTT obtenue est cohérente avec les résultats expérimentaux (Da Costa Teixeira *et al.*, 2008).

Certains alliages quasi- $\beta$  ont également été étudiés au moyen de la résistivité électrique. (Bein et Béchet, 1996 ; Angelier *et al.*, 1997) ont observé, comme sur la Figure II.10, dans le Ti-10-2-3 et le  $\beta$ -Cez, après refroidissement rapide à  $T_{\beta-170}$  des germes de phase  $\alpha$  aux joints de grains et également des colonies de lattes  $\alpha$ .


 a) Diagramme TTT du  $\beta$ -Cez

b) Diagramme TTT du Ti-6246

Figure II.10 : Diagrammes température-temps-transformations (TTT) de deux alliages de titane (Bein et B chet, 1996)

Avec un refroidissement   des temp ratures proches de  $T_{\beta} - 270$ , des germinations intergranulaire et intragranulaire se sont produites, avec une morphologie des grains  $\alpha$  obtenue qui ressemble   une structure en vannerie.   des temp ratures inf rieures, les r seaux de dislocations, et de la phase  $\omega$  sont devenus des sites privil gi s pour la croissance de la phase  $\alpha$ .

L' volution de la microstructure dans les alliages de titane peut aussi  tre caract ris e par des m thodes de diffraction des rayons X (XRD) (Bruneseaux *et al.*, 2008) et de diffraction XRD dans un synchrotron (Stefansson et Semiatin, 2003).

Pendant le chauffage de l'alliage Ti-17, qui est quasi- $\beta$  avec une structure bimodale Semiatin *et al.*, 2004 ont montr  que de la phase  $\alpha$  demeure pr sente jusqu'  une temp rature avoisinant 600  C. Au-del  de 600  C, deux  tapes de dissolution ont  t  observ es : la phase  $\alpha$  aciculaire commence   se dissoudre dans la phase  $\beta$  jusqu'  820  C puis c'est au tour de la phase  $\alpha$  globulaire jusqu'  la transformation compl te. Lors d'un refroidissement de l'alliage Ti-17   partir de  $\beta$  vers le domaine  $\alpha + \beta$ , trois morphologies diff rentes de phase  $\alpha$  ont  t  observ es :  $\alpha_{GB}$  (phase  $\alpha$  continue aux joints de grains) et  $\alpha_{WGB}$  (lattes ou aiguilles  $\alpha$  aux joints de grains formant une structure de Widmanst tten) ont  t  observ es au-dessus de 750  C et  $\alpha_{WI}$  (aiguilles  $\alpha$ , structure de Widmanst tten intragranulaire) pour des temp ratures comprises entre 500 et 750  C (Bruneseaux *et al.*, 2008 ; Da Costa Teixeira *et al.*, 2008).

La transformation de phases de l'alliage Ti-5553 est de plus en plus  tudi e cependant tr s peu de donn es sont disponibles pour cet alliage. Aeby-Gautier *et al.*, 2012 d crivent l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure et la pr cipitation de la phase  $\alpha$    une temp rature d'environ 650  C.

Au chauffage, la phase  $\beta$  trempée commence à montrer des débuts de transformation pendant le chauffage à 200 °C, ce qui suggère une précipitation de phase  $\alpha$  (Da Costa Teixeira *et al.*, 2008). Dans le cas de l'alliage  $\beta$ -métastable Ti-5553-1 Contrepois *et al.*, (2011) ont également mis en évidence à l'aide d'analyse DSC une transformation de phases au cours du chauffage.

D'autres auteurs comme Stefansson et Semiatin, (2003) ; Malinov *et al.*, (2003), se sont également intéressés à l'effet d'une déformation de la phase  $\beta$  sur les cinétiques de transformation. On peut en retenir le fait que la déformation augmente les sites de germination et conduit à une accélération des cinétiques de transformation. Cette interprétation a été évoquée également par Laude, (1997).

## II.4 Déformation à chaud des alliages de titane

### II.4.1 Mécanismes de déformation

La déformation plastique des métaux et alliages est provoquée par le déplacement de défauts linéaires appelés dislocations dans la maille cristalline. Elles vont se déplacer selon certaines directions de glissement, dans les plans réticulaires les plus denses en général. À une échelle supérieure, le mouvement d'un grand nombre de dislocations dans un même plan de glissement génère des bandes de glissement (Montheillet, 1986 ; Gourdet et Montheillet, 2003).

Pour un monocristal soumis à un effort, la loi de Schmid indique que la composante de la contrainte projetée sur un système et une direction de glissement donnés est la variable critique pour le déclenchement de la déformation plastique (Figure II.11). La loi de Schmid définit en quelque sorte l'effort nécessaire pour activer un système de glissement. Dans le cas d'une traction, cet effort peut être calculé à partir de la contrainte appliquée  $\sigma$  et est donné par l'équation suivante :

$$\tau_s = \sigma \cos \theta \cos \chi \quad (\text{II.5})$$

où  $\theta$  et  $\chi$  donnent les orientations relatives du plan et de la direction de glissement par rapport à la direction de traction. Le produit  $\cos \theta \cos \chi$  est appelé facteur de Schmid et est compris entre 0 et 0,5. Plus cette valeur est élevée, c'est-à-dire plus proche de 0,5, plus le système de glissement est orienté de façon à favoriser la déformation plastique. L'activation du système n'est possible que si la contrainte de cisaillement atteint une valeur spécifique appelée cission résolue critique.

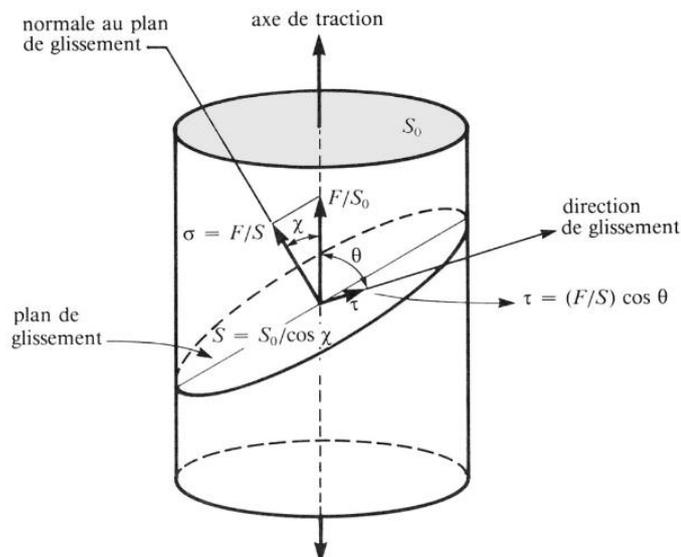


Figure II.11 : Projection de la contrainte sur le plan de glissement

D'autres mécanismes de déformation comme le maclage peuvent cependant intervenir dans les matériaux métalliques et notamment dans le cas des alliages de titane [Hanada et Izumi \(1986\)](#) ; [Xing et Sun \(2008\)](#) ; [Bertrand et al. \(2011\)](#) . Ce phénomène reste cependant peu répandu dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables et est plus courant dans les alliages  $\alpha$  et quasi- $\alpha$ .

Le mécanisme du maclage consiste en un basculement d'une partie du cristal pour former des joints de macles encadrant la partie déformée (Figure .12).

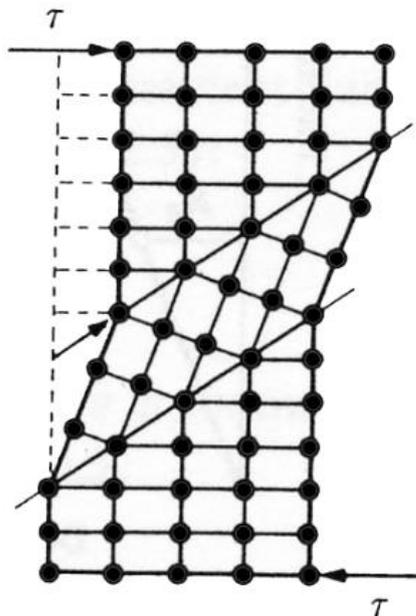


Figure II.12 : Schéma du phénomène de maclage dans un cristal schématique

Dans les alliages de titane en général et particulièrement les alliages de titane  $\beta$ -métastables, 4 familles de systèmes de glissement de la phase  $\alpha$  sont représentées. Les plans basaux et prismatiques ayant la compacité la plus grande se présentent comme privilégiés pour contenir le glissement (Figure II.13). Les directions de glissement  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  sont les plus fréquentes, ce qui se justifie par le fait qu'il s'agit des directions les plus denses du réseau hexagonal (Hinton, 2006; Semiatin *et al.*, 1998).

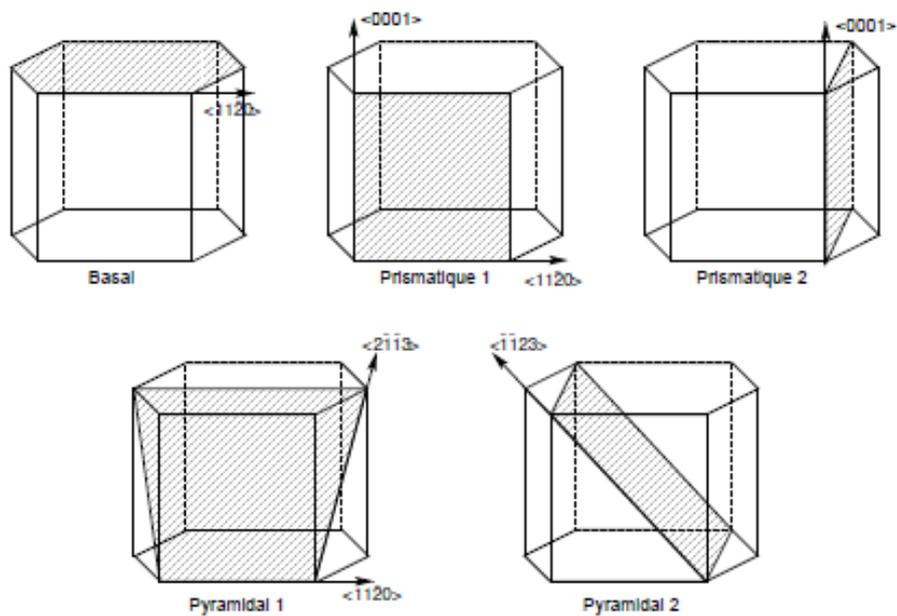


Figure II.13 : Système de glissement de la phase  $\alpha$  hexagonale (Hinton, 2006)

Le Tableau II.4 donne les valeurs du rapport  $c/a$  de quelques éléments chimiques (Pearson, 1958). On remarque que pour le titane, ce rapport est inférieur à la valeur spécifique définie pour une compacité parfaite (1,63).

Tableau II.4 : Valeur du rapport  $c/a$  de quelques éléments chimiques

Matériaux HCP	Rapport $c/a$
Cd	1,886
Zn	1,856
Ti	1,578
Ru	1,581
Co	1,628
Mg	1,624
Zr	1,593

En association avec la direction  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , qui correspond à la direction dense, deux types de plan de glissement sont envisageables : les plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$  et le plan basal (0001). Comme le plan le plus dense est le plan prismatique, ainsi il correspond au glissement le plus facile. Les glissements prismatiques sont en général privilégiés dans les alliages de titane (Bertrand *et al.*, 2011). Cependant, au cours d'études récentes menées par Duval (2013), sur certains alliages de titane tel que le Ti-5553, l'analyse des bandes de glissement dans les nodules de la phase  $\alpha$  (hexagonale compacte) a montré une contribution à la déformation des différents systèmes de glissement de la phase  $\alpha$  à la température ambiante. Ainsi le glissement basal est dominant avec 60 %, tandis que le glissement prismatique (22 %) et le glissement pyramidal (18 %) sont moins représentés.

Pour la phase  $\beta$  qui a une structure cristallographique cubique centrée, les systèmes de glissement actifs sont représentés sur la Figure II.14.

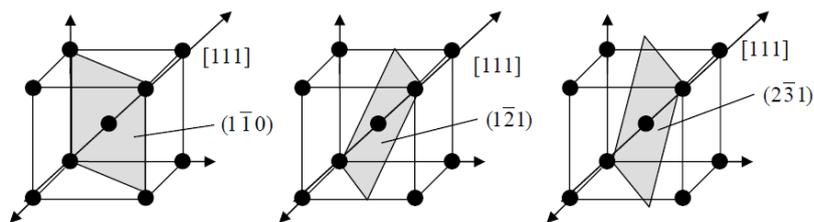


Figure II.14 : Système de glissement de la phase cubique centrée (Hinton, 2006)

La déformation de la phase  $\beta$  a été évoquée par certains auteurs tels que [Semiatin et al. \(1999\)](#), La déformation plastique par glissement des dislocations dans les matériaux de symétrie cubique centrée, se fait suivant les familles de systèmes résumées dans le Tableau II.5.

Tableau II.5 : Systèmes de glissement dans les matériaux cubiques centrés

Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de systèmes
$\langle 111 \rangle$	$\{110\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{112\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{123\}$	24

Le critère de Schmid permet de prévoir quels systèmes de glissement seront activés en fonction de l'orientation d'un grain. Schmid et Boas ont supposé que les trois systèmes de glissement les plus contraints étaient actifs ([Schmid et Boas, 1935](#)). Ce processus conduit à une texture de déformation, formée d'orientations stables à la suite du glissement. Les rotations dues à l'activation de chacun des trois systèmes de glissement se compensent lorsque l'orientation stable est atteinte. Selon cette théorie, les matériaux de symétrie cubique centrée, en compression uniaxiale, développent une fibre  $\langle 111 \rangle$  parallèle à l'axe de compression, lorsque les seuls systèmes  $\{110\}\langle 111 \rangle$  sont actifs, et deux fibres  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$  si, de plus, les systèmes  $\{112\}\langle 111 \rangle$  sont aussi actifs ([Barrett et al., 1966](#)). [Mraizika-Chaussy \(1996\)](#), qui a étudié la compression à chaud d'un alliage de titane  $\beta$ -métastable, a observé le développement des deux fibres, avec un renforcement de la fibre  $\langle 111 \rangle$  avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

## II.4.2 Textures de déformation

La texture cristallographique représente la distribution non aléatoire des orientations cristallographiques des grains à l'échelle du volume élémentaire représentatif. Elle prend en compte uniquement l'orientation cristalline, négligeant tout renseignement sur la position, la taille, la forme et l'arrangement respectif des cristallites individuelles dans l'agrégat ([Esling, 1992](#)). Ceci correspond à la définition conventionnelle de la texture cristallographique.

Historiquement, l'étude et la caractérisation des textures de déformation des alliages hexagonaux ont conduit à leur classification en trois grandes familles suivant la valeur du rapport  $c/a$ , voir Tableau II.5, peut être supérieure, égale ou inférieure au rapport théorique (1,633) ([Humphreys et Hatherly, 2004](#)). Le titane et le zirconium appartiennent à la dernière catégorie et la

texture attendue en laminage à froid d'une nuance d'alliage de titane est présentée sur la Figure II.15.

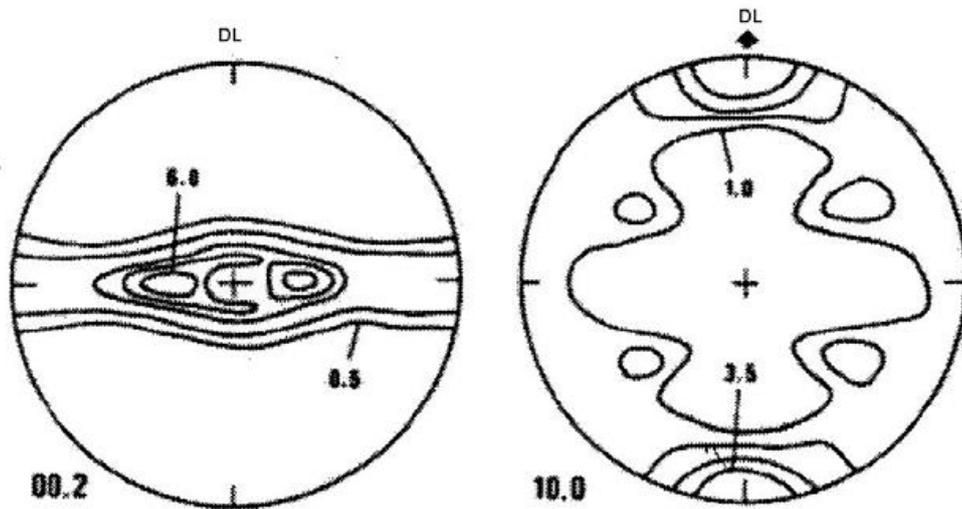


Figure II.15 : Texture d'un alliage de titane T35 après déformation de 50% par laminage à froid  $(1000) \perp DL$ ,  $C // DL$  (Philippe, 1998)

Cette texture a été en l'occurrence obtenue avec un alliage de titane T35 pratiquement pur (0,18 % O ; 0,03 % N ; 0,08 % C ; 0,15 % H ; 0,3 % F) après déformation de 50 % par laminage à froid. Ce critère n'est néanmoins applicable que dans le cas des métaux purs. En effet, les alliages présentent des textures de déformation souvent différentes de celles du matériau pur qui les constitue majoritairement ; on peut donner l'exemple du cuivre et du laiton.

Selon (Philippe, 1998), les textures obtenues par laminage à froid du titane et de ses alliages et en compression varient du fait du chemin de déformation différent. L'influence des éléments d'alliage est donc très forte bien que ces textures puissent aussi être fortement influencées par l'état de recristallisation du matériau. La majorité des cas se situe entre ces deux extrêmes.

Les textures de déformation à chaud ne sont connues qu'au cas par cas. La composition chimique, la texture initiale, le chemin de déformation et les conditions d'essai sont autant de paramètres qui influencent la texture finale du matériau (Figures II.16, II.17 et II.18).



a) TA6V Figure de pôles (0001) C // R

b) TA6V Figure de pôles  $\{10\bar{1}0\}$  C // R

Figure II.16 : Texture de déformation obtenues sur le TA6V à 679 °C et à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Mondon, 2008)

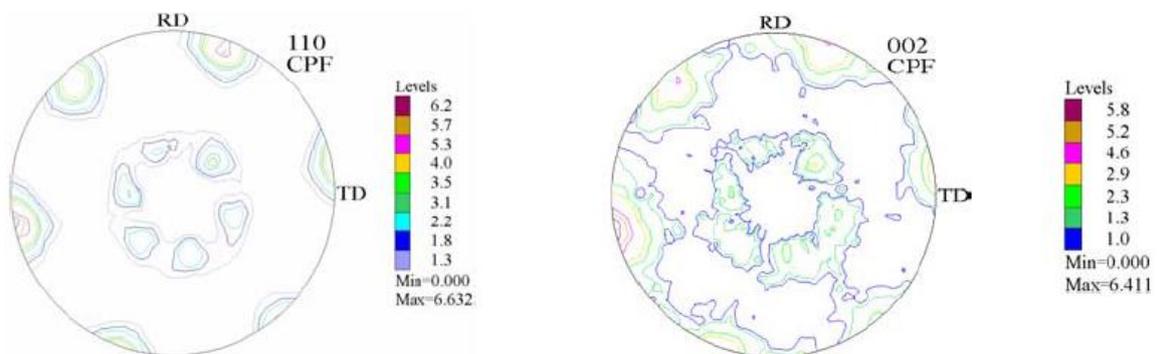


Figure II.17 : Mise en évidence des relations de Burgers par comparaison des FDP  $\{110\}$  de la phase  $\beta$  (gauche) et  $\{00.2\}$  de la phase  $\alpha$  (droite) après forgeage en phase  $\beta$  (résultats obtenus par diffraction neutronique) (Delfosse, 2005)

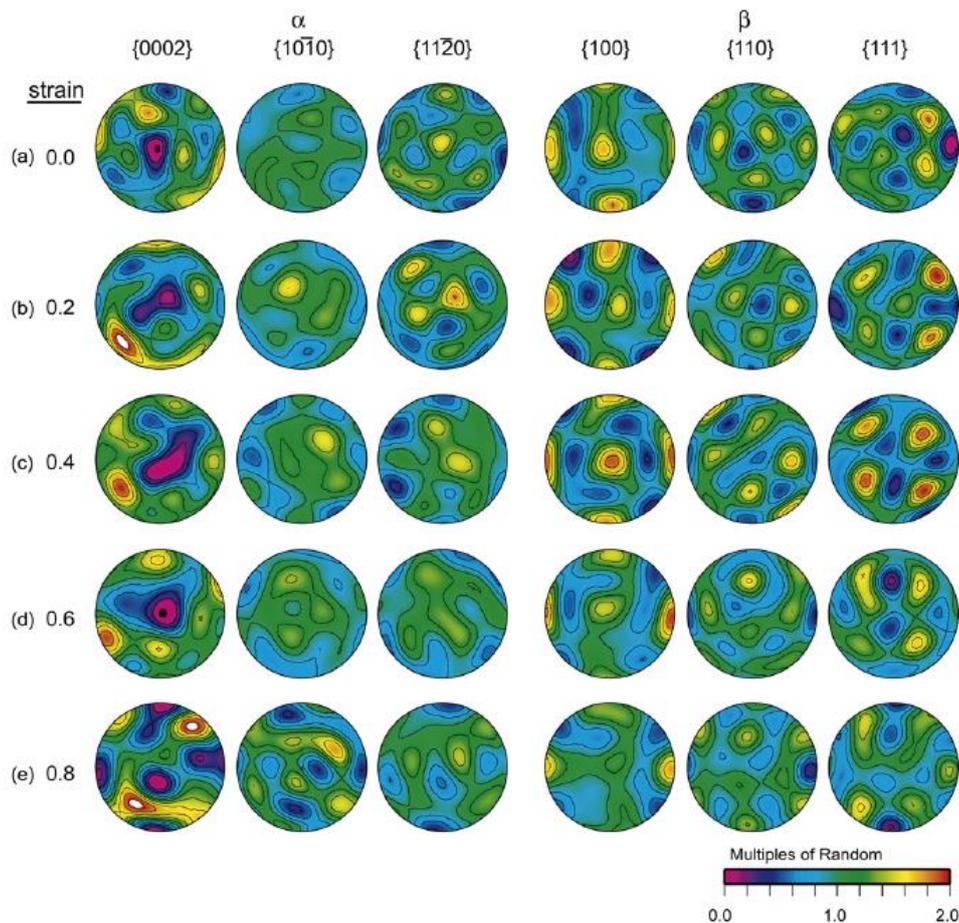


Figure II.18 : Texture de déformation mesurée par diffraction RX du Ti-10-2-3 en fonction de la déformation obtenues avant forgeage sur des états trempés à 820 °C et après forgeage à 760 °C à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Raghunathan *et al.*, 2008)

La Figure II.18 montre la texture, les figures de pôles obtenues sur du Ti-10-2-3 non déformé et trempés à 820 °C (Figure II.18-a). Elle montre également les textures issues de la déformation à 760 °C à la vitesse de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (Figure II.18- b, c, d, e). La direction de forgeage est suivie le nord des figures de pôles. On peut remarquer de manière générale sur ces résultats que la texture n'est pas bien marquée dans ces états, cependant on peut avoir une certaine indication sur celles des phases  $\beta$  et  $\alpha$ .

Les textures des alliages de titane en déformation à chaud ou à froid montrent des résultats différents ce qui peut résulter de la différence des chemins de déformation mais également des phases présentes. Il est vraisemblable que cette différence pourrait venir de la différence des contraintes d'écoulement des phases  $\beta$  et  $\alpha$  dans le cas du Ti-6%Al-4%V. Celle-ci ayant une contrainte d'écoulement beaucoup plus faible que la phase  $\alpha$ , les grains de cette dernière pourraient tourner librement dans la matrice  $\beta$  au cours de la déformation, prenant ainsi des orientations aléatoires.

### II.4.3 Traitements thermomécaniques et microstructures

Différents traitements thermomécaniques sont réalisés depuis l'élaboration du lingot jusqu'à la pièce finale (Figure II.19). Le premier traitement thermomécanique est réalisé par l'élaborateur de l'alliage. Outre la mise en forme du matériau, il permet d'une part de réduire la taille de grain  $\beta$  héritée de l'étape de solidification de l'alliage et d'autre part d'obtenir la microstructure souhaitée à la livraison du matériau (Boyer et Briggs, 2005 ; Bieler et Semiatin, 2002).

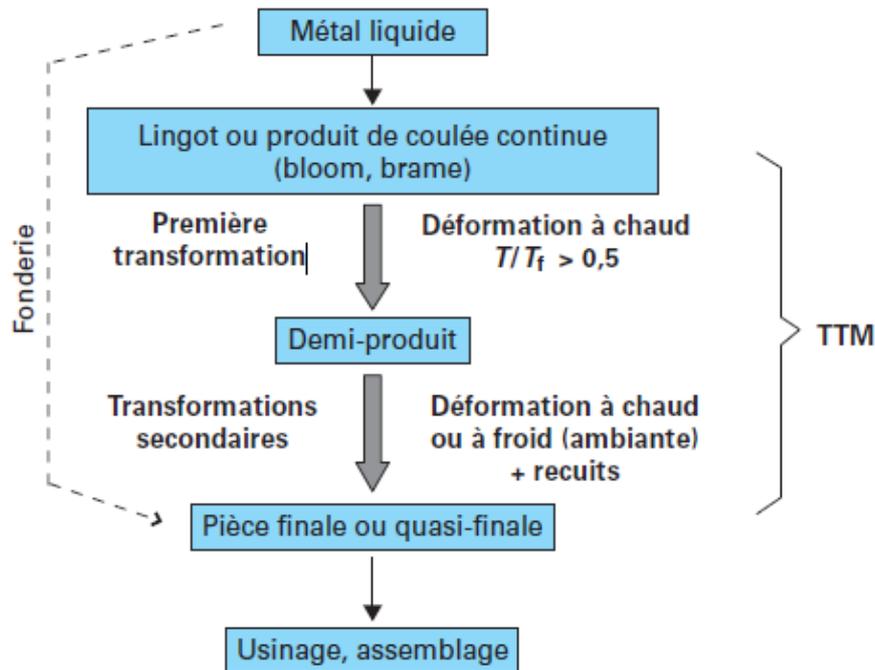


Figure II.19 : Schéma du processus de fabrication d'une pièce métallique

L'effet de la déformation sur la transformation de phase a été largement étudié. [Stefansson et Semiatin \(2003\)](#) ont étudié l'évolution de la morphologie de la phase  $\alpha$  dans le Ti-6Al-4V. En particulier, ils ont caractérisé sa liaison avec la diffusion de vanadium à travers la phase  $\beta$ . La globulisation de la phase  $\alpha$  après déformation dans le domaine  $\alpha + \beta$  peut être affectée par le degré de déformation avant le traitement thermique ainsi que la température à laquelle s'effectue celui-ci, ce qui suggère un processus de globulisation en deux étapes : d'abord un changement de la microstructure au cours de la déformation avec formation d'une sous-structure, puis le grossissement par l'intermédiaire de la migration des joints des grains  $\alpha$  résiduels contrôlée par la diffusion, et la maturation d'Oswald, mécanisme qui a lieu pendant un recuit [prolongé \(Miller et Semiatin, 2005\)](#). Les effets de la température de mise en solution dans le domaine  $\alpha + \beta$  et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure au cours du traitement thermique ont été étudiés sur l'alliage Ti-6242 puis comparés avec des résultats obtenus sur du Ti-6Al-4V. L'analyse a montré des comportements similaires des deux matériaux pendant le refroidissement, en particulier la fraction de

phase  $\alpha$  équiaxe a augmenté plus rapidement que celle de la structure lamellaire (Lütjering et Williams, 2007 ; Wang *et al.*, 2010).

Les Figures II.20, II.21 et II.22 montrent les différentes étapes du cycle thermomécanique conduisant respectivement à une structure lamellaire, bimodale et une structure équiaxe, dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables. Chaque étape du cycle thermomécanique joue un rôle capital pour l'obtention de la microstructure souhaitée. Sur ces figures sont définies 4 phases parmi ces gammes de transformation ; nous les détaillerons ci-après.

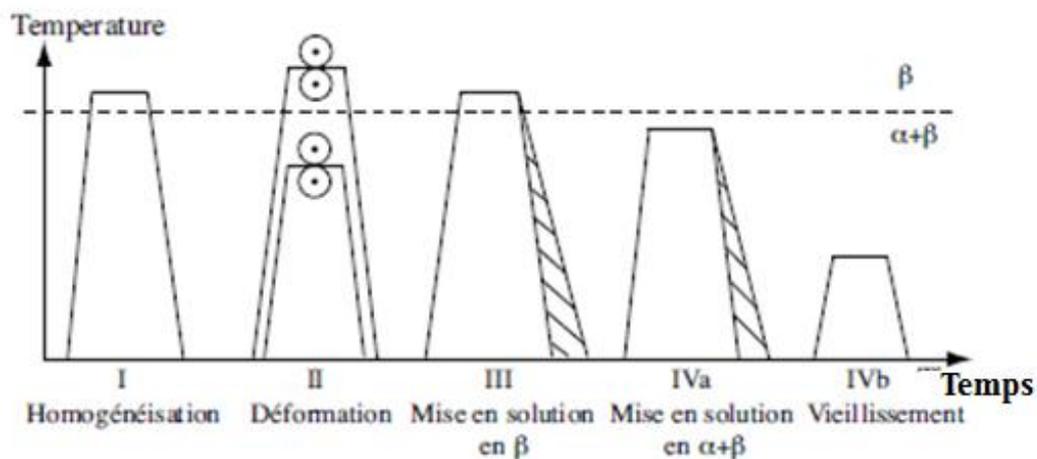


Figure II.20 : Cycle thermomécanique utilisé pour obtenir une structure lamellaire d'après Lütjering et Williams (2007)

Le rôle de la phase I est d'homogénéiser la structure et la taille des grains  $\beta$ . La phase II consiste en une déformation plastique dans les domaines  $\beta$  ou  $\alpha+\beta$ . Celle-ci est très importante car plusieurs auteurs Laude (1997) et Bein et Béchet (1996) ont montré qu'elle a une grande influence sur la cinétique de précipitation de la phase  $\alpha$  respectivement dans les alliages  $\beta$ -Cez et Ti-10-2-3. En effet, la déformation plastique favorise la formation de sous-grains et de sous-joints qui sont des sites de germination de la phase  $\alpha$ . L'étape III qui consiste en une mise en solution est aussi importante que les autres. Un refroidissement rapide depuis la température de mise en solution permet de retenir une phase  $\beta$  entièrement métastable. Pour des refroidissements plus lents, des transformations de la structure peuvent avoir lieu.

Les étapes IVa et IVb, qui constituent le traitement thermique final se font dans le domaine biphasé. Pendant ces étapes, la phase  $\alpha$  peut précipiter pendant le chauffage, si l'on part d'un état soit trempé  $\beta$ -métastable soit partiellement transformé. La température de la deuxième mise en solution se situe en général au voisinage du *transus* pour contrôler le taux de phase  $\alpha$  grossière. La dernière étape IV consiste en un revenu à une température comprise entre 500 et 600 °C pour

favoriser la précipitation de fines plaquettes et obtenir ainsi une structure avec deux tailles de précipités  $\alpha$  différentes (microstructure bimodale, lamellaire). La fraction de lamelles fines dépend de celle des lamelles grossières et influence fortement les propriétés mécaniques du matériau.

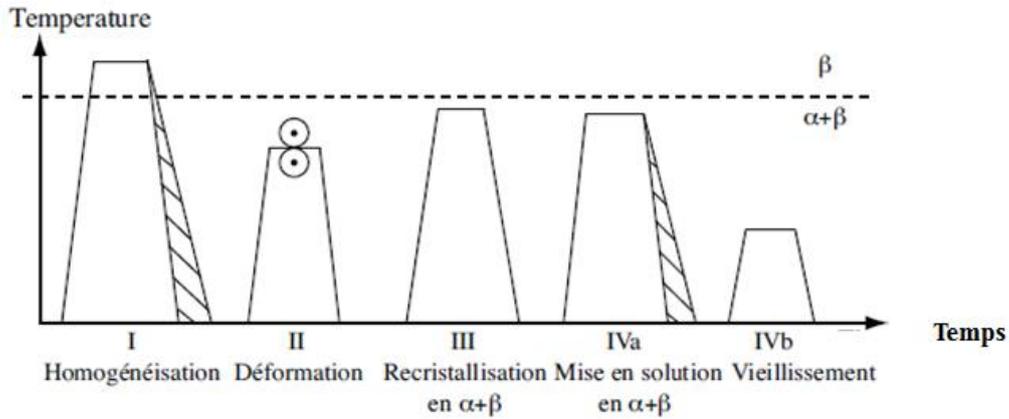


Figure II.21 : Schéma thermomécanique utilisé pour obtenir une microstructure bimodale d'après Lütjering et Williams (2007)

Pour obtenir une microstructure équiaxe, le cycle thermomécanique de la Figure II.22 est utilisé. La phase  $\alpha$  précipite au cours du refroidissement depuis la température d'homogénéisation (phase I). Toutes les autres étapes sont alors effectuées à des températures situées dans le domaine biphasé afin d'éviter la dissolution complète de la phase  $\alpha$  formée. Les successions des étapes de déformation et de recristallisation conduisent à la microstructure équiaxe de la phase  $\alpha$  dont la présence limite la croissance du grain  $\beta$ .

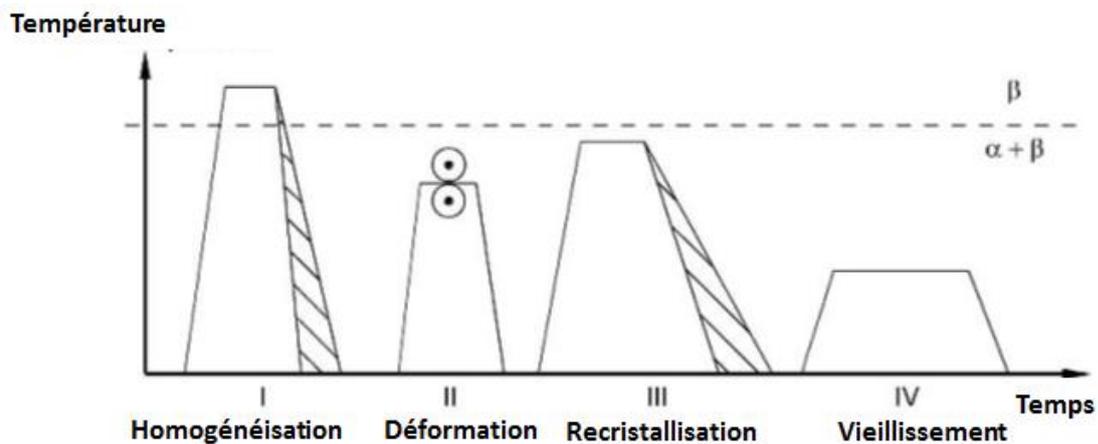


Figure II.22 : Schéma thermomécanique conduisant à une structure équiaxe d'après Lütjering et Williams (2007)

La Figure II.23 montre que dans tous les cycles thermomécaniques la dernière étape est faite à des températures intermédiaires, de manière à éviter une précipitation abondante de  $Ti_3Al$  qui est une phase extrêmement durcissante, mais aussi fragilisante. De ce fait les températures visées sont comprises entre 500 et 600 °C (Boyer, 2010).

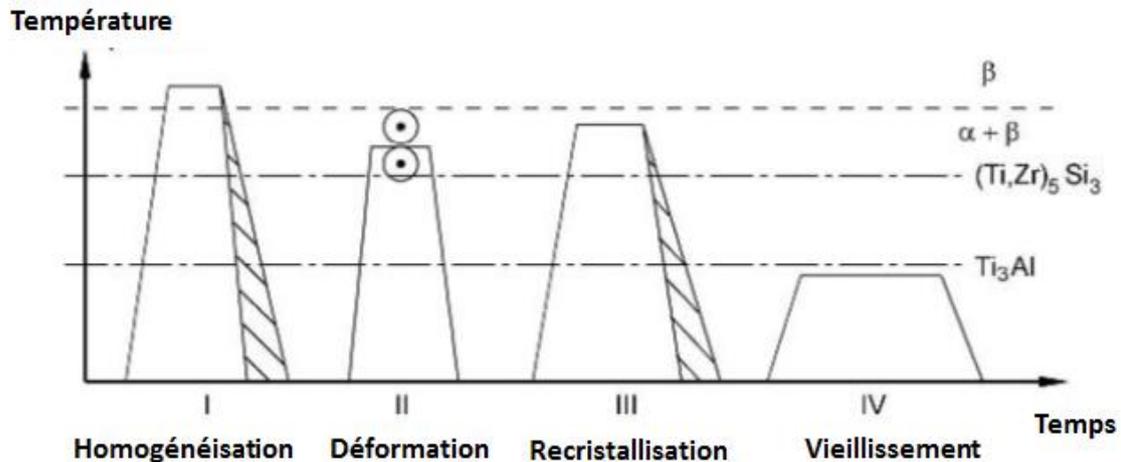


Figure II.23 : Schéma thermomécanique utilisé pour éviter la précipitation du  $Ti_3Al$  d'après Lütjering et Williams (2007)

#### II.4.4 Phénomènes d'adoucissement et de recristallisation

Les mécanismes d'adoucissement de la phase  $\beta$  dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables sont attribués soit à la restauration dynamique, soit à la recristallisation dynamique. On parle aussi de recristallisation dynamique continue ou discontinue. Dajno (1991), ont rapporté lors de la déformation dans le domaine  $\beta$  d'un alliage de  $\beta$ -Cez, l'existence simultanée des deux mécanismes. L'activité respective de chacun des mécanismes est fonction de la température de déformation mais également de la vitesse et du taux déformation.

##### II.4.4.1 La restauration dynamique et recristallisation dynamique continue

Au cours de la déformation, les dislocations peuvent s'annihiler ou se réarranger continûment en parois de faible désorientation (ou sous-joints). Ce mécanisme est courant dans les matériaux ayant une forte énergie de faute d'empilement. Les sous-grains ainsi formés vont progressivement se désorienter les uns par rapport aux autres, jusqu'à ce qu'ils puissent être considérés comme de nouveaux grains. La microstructure finale est formée de grains allongés dans lesquels les sous-grains possèdent une densité de dislocations uniforme (Figure II.24). Les courbes contrainte-déformation caractéristiques de ce mécanisme présentent un régime stationnaire après durcissement (Figure II.25) (Gourdet et Montheillet, 2003).

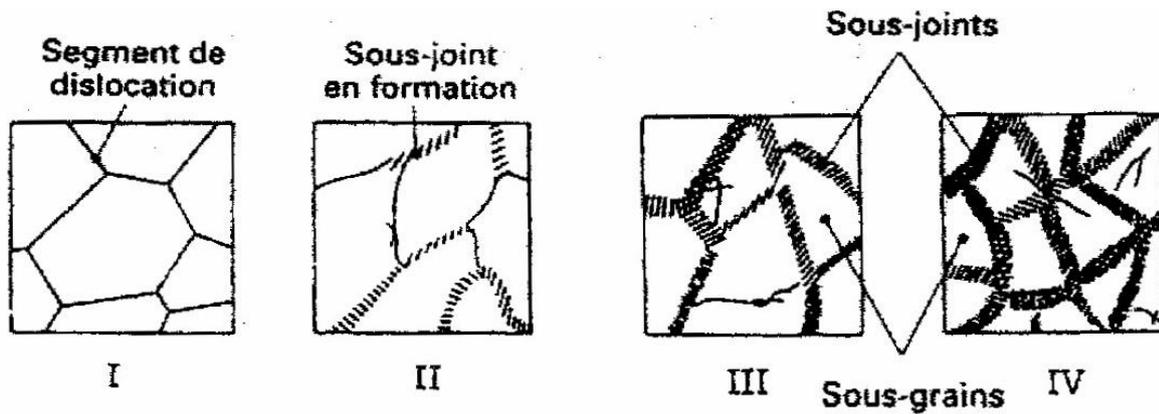
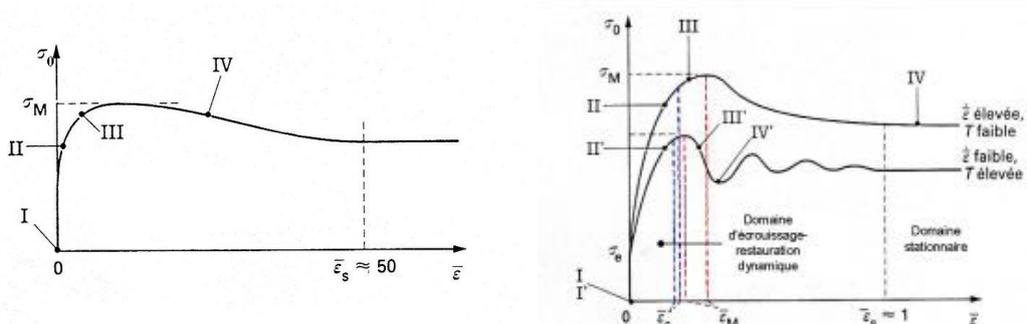


Figure II.24 : Schéma du phénomène de restauration et de formation d'une sous-structure organisée en sous-grains



a) Recristallisation dynamique continue b) Recristallisation dynamique discontinue

Figure II.25 : Courbes contrainte – déformation à chaud en lien avec la recristallisation dynamique a) Cas d'un métal ou d'un alliage à forte énergie de défaut d'empilement : recristallisation dynamique continue et recristallisation dynamique géométrique, b) Cas d'un métal ou d'un alliage à faible énergie de défaut d'empilement : recristallisation dynamique discontinue (Montheillet, 2008)

#### II.4.4.2 La recristallisation dynamique discontinue

L'hétérogénéité de déformation dans un matériau qui restaure mal comme les métaux à faible énergie de défaut d'empilement implique que localement (aux joints de grains, aux points triples, dans les bandes de cisaillement...) le gradient de dislocations est si élevé que la formation de nouveaux grains deviennent possible pour des températures suffisamment élevées. Ces grains grossissent dans la matrice écrouie. Néanmoins, la densité de dislocations de ces nouveaux grains augmente au cours de la déformation, ce qui entraîne une nouvelle germination : en fait la recristallisation dynamique est caractérisée par la germination et la croissance permanente de nouveaux grains. Elle permet l'élimination d'un grand nombre de dislocations par migration des joints de

grains qui sont des puits pour les dislocations. Ce mécanisme est responsable d'un adoucissement important durant la déformation à chaud. L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation peut être de deux types : elle passe par un maximum puis soit la contrainte diminue pour atteindre un état stationnaire, soit on observe des ondulations amorties, on parle alors de recristallisation cyclique (Figure II.26 et Figure .25b) (Sakai et Jonas, 2001).

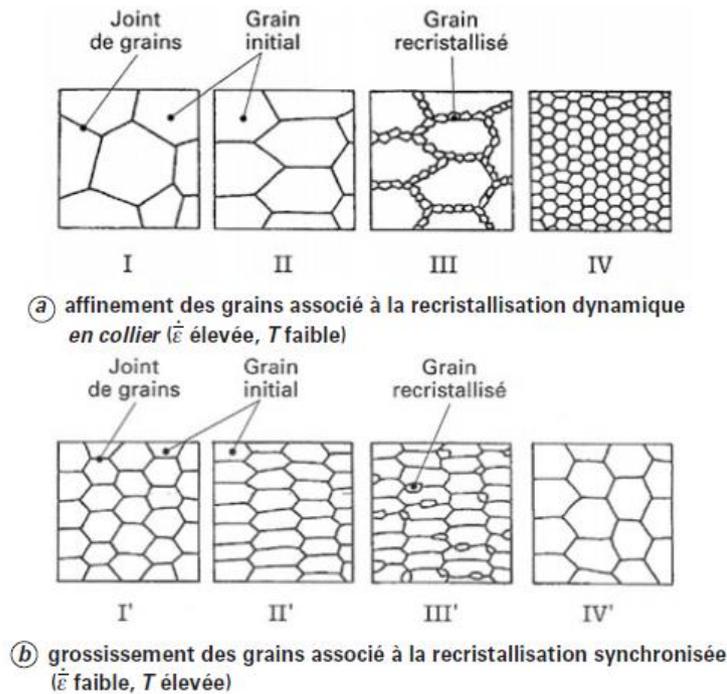


Figure II.26 : Illustration de la recristallisation dynamique discontinue en collier (a) et synchronisée (b)

### **La recristallisation dynamique géométrique**

L'évolution de la microstructure pendant la mise en forme s'explique dans ce cas par l'accroissement de la surface des joints de grains initiaux, le nombre de grains restant constant dans un premier temps. L'allongement des grains obtenu par grande déformation à chaud s'accompagne progressivement d'un effet de dentelure des joints. Les lamelles des structures en bandes ainsi développées se fragmentent lorsque leur épaisseur atteint une taille critique. Typiquement, celle-ci correspond à environ deux fois la taille des sous-joints qui, elle, reste constante. Cette fragmentation n'est pas due à un effet classique de recristallisation, mais plutôt à un « effet de coin » des sous-grains dans les sous-joints apparus pendant la restauration dynamique (Huang et Humphreys, 1999). Elle conduit dans un second temps à une subdivision des grains initiaux en plusieurs grains de taille moyenne inférieure (Figure II.27).

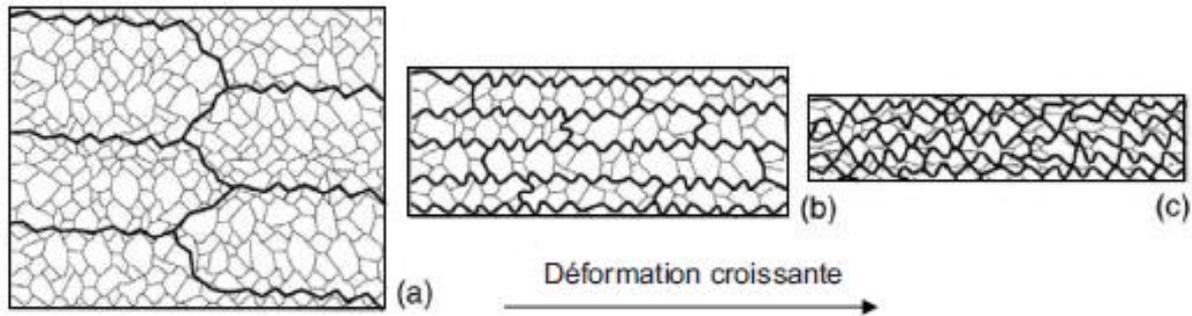


Figure II.27 : Illustration du processus d'affinement de grains par recristallisation dynamique géométrique

#### II.4.4.3 Les phénomènes statiques

La restauration statique : Elle prend place à la fin de la déformation par les mêmes mécanismes que ceux de la restauration dynamique.

Les recristallisations statique et métadynamique : ces mécanismes sont analogues à ceux rencontrés en recristallisation dynamique discontinue. Ils reposent sur le principe de la germination-croissance. La différence essentielle entre ces deux mécanismes est le temps d'incubation.

En effet, dans le cas de la recristallisation statique la nécessité d'une germination implique un certain temps d'incubation. En revanche, la recristallisation métadynamique (appelée parfois post-dynamique) se produit par croissance de germes déjà existants car créés au cours d'une recristallisation dynamique antérieure lors qu'elle est discontinue.

D'après [Montheillet et Thomas \(2004\)](#), cette recristallisation métadynamique évolue selon :

- la *déformation* : plus elle augmente, plus la vitesse de recristallisation est grande ;
- la *vitesse de déformation* : plus elle augmente, plus la vitesse de recristallisation est grande ;
- le *temps de maintien* : plus il augmente, plus la fraction recristallisée est importante.

#### II.4.5 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques et la tenue en service des alliages de titane en général, et  $\beta$ -métastables en particulier, sont intimement liées à la microstructure obtenue à l'issue du traitement thermomécanique. Pour illustrer ce point nous n'insisterons ici que sur certaines propriétés, notamment la limite d'élasticité en traction, la résistance à la traction, la ténacité, l'allongement à

rupture et les propriétés en fatigue des alliages de titane. La connaissance de la relation entre microstructures et propriétés mécaniques est très importante car elle permet d'identifier la microstructure type qui optimise les propriétés mécaniques selon les applications souhaitées. Plusieurs études ont été réalisées, cependant elles concernent majoritairement les alliages  $\alpha+\beta$  et très peu d'études sont disponibles pour les alliages  $\beta$ -métastables (Duerig et Pelton, 1994).

Certains auteurs (Wegmann *et al.*, 1997 ; Peters et Lütjering, 1998 ; Li *et al.*, 2008) ont montré la sensibilité à la microstructure initiale de la tenue à la fatigue.

Semiatin et Bieler (2001) ont également montré l'influence non négligeable de la taille des lamelles  $\alpha$  sur les contraintes d'écoulement à chaud de l'alliage TA6V. Ainsi celles-ci connaissent une diminution au cours de la compression à chaud pour des tailles de lamelles grossières. Un adoucissement notable est attribué à un changement de morphologie pendant la compression c'est-à-dire à une sphéroïdisation des lamelles pendant l'essai.

Castro et Seraphin (1966) montrent que pour une microstructure équiaxe, une augmentation de la taille des grains de la phase  $\alpha$  modifie les propriétés mécaniques. On assiste ainsi à une baisse de résistance (effet Hall-Petch), une ductilité réduite du fait d'une part de l'allongement des empilements de dislocation, et d'autre part ces empilements s'appuient sur les interfaces  $\alpha/\beta$  relativement fragiles. Pour une microstructure lamellaire, une augmentation de la taille des lamelles  $\alpha$  a la même incidence sur les propriétés décrites ci-dessus. On constate, en outre, que la morphologie lamellaire accroît la ténacité car le chemin de propagation des fissures est plus tortueux. La structure lamellaire présente cependant une résistance et surtout une ductilité inférieures par rapport à la structure équiaxe (Semiatin et Bieler, 2001 ; Combres, 2010).

De récentes études faites sur un alliage  $\beta$ -métastable tels que le Ti-5553 par Duval (2013) et Settefrati (2012) ont montré également la sensibilité à la microstructure des propriétés mécaniques comme indiqué sur les Figures II.28, II.29 et II.30. La microstructure entièrement  $\beta$  possède un meilleur allongement à la rupture. Ceci s'explique par la présence de gros grains  $\beta$ . Cependant elle présente une limite d'élasticité relativement faible de l'ordre de 1000 MPa (Figure II.30).

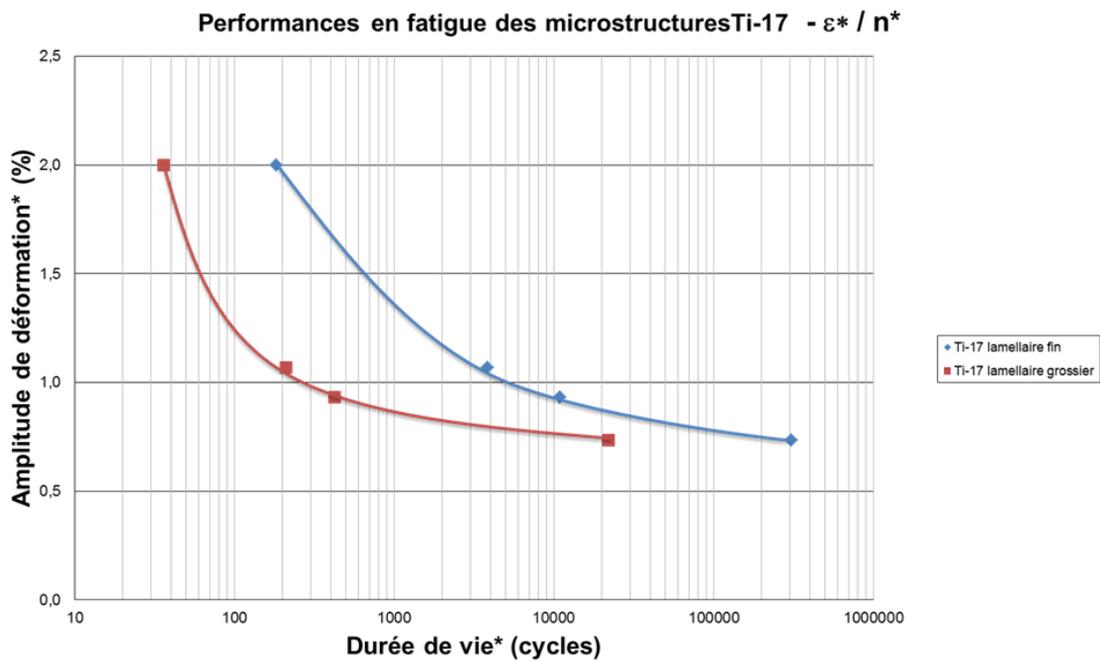


Figure II.28 : Résistance en fatigue des microstructures en lamelles fines et grossières de l'alliage Ti-17, échelles modifiées arbitrairement (Duval, 2013)

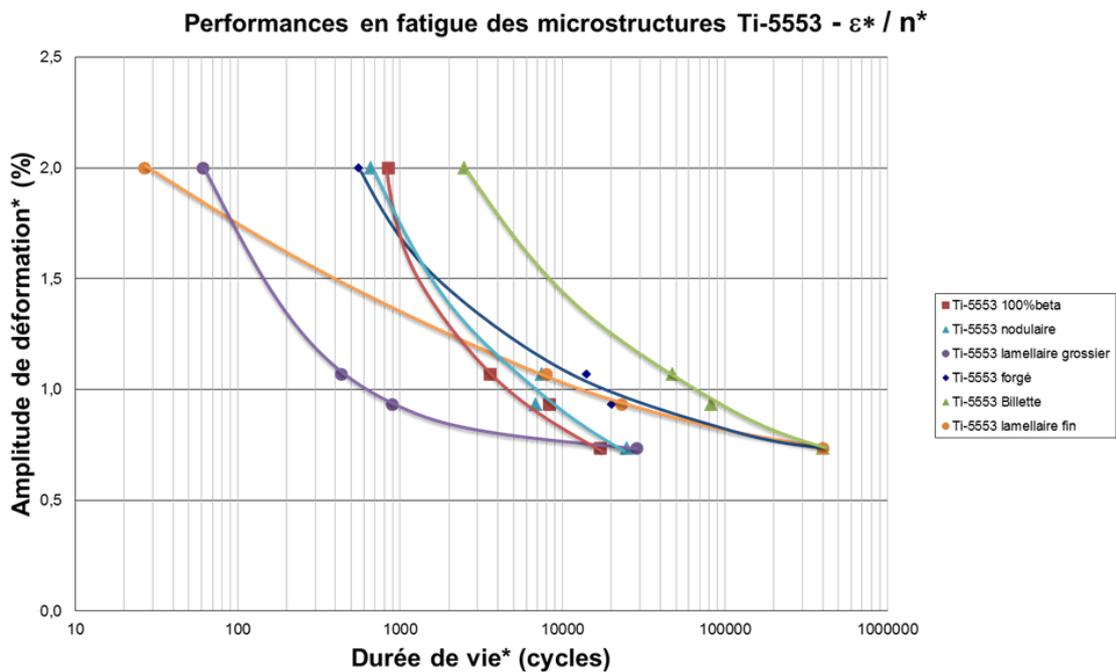


Figure II.29 : Résistance en fatigue de différents types de microstructures sur les états billette et pièces forgées de l'alliage de titane Ti-5553, *id.* (Duval, 2013)

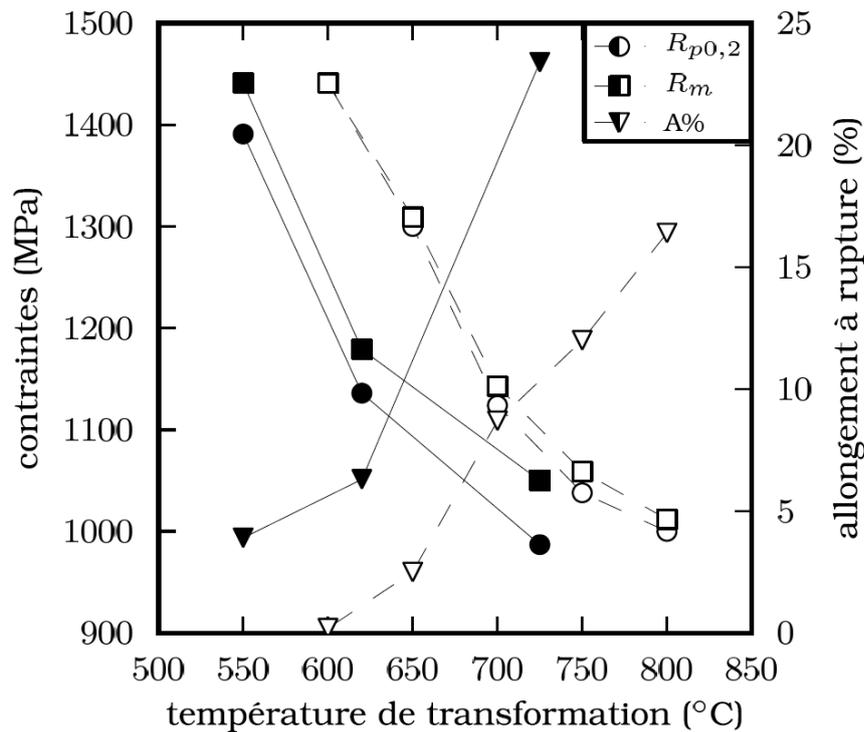


Figure II.30 : Évolutions des propriétés de traction en fonction de la température de transformation pour l'alliage Ti-5553 (symboles pleins trait continu) et l'alliage Ti-17 (symboles vides, traits discontinus) (Settefrati, 2012)

La seule présence de nodules  $\alpha$  dans la microstructure permet cependant d'augmenter la limite d'élasticité (950MPa). Dans un premier temps, on pourrait émettre l'hypothèse que la phase  $\alpha$  est moins résistante à la déformation plastique que la phase  $\beta$  à l'ambiante, et ceci sans tenir en compte de l'effet de taille, puisque les nodules sont de l'ordre de quelques microns alors que les grains bêta font environ un millimètre (Duval, 2013).

L'effet de taille des lamelles sur les propriétés mécaniques est cependant non négligeable et a été appréhendé par Semiatin et Bieler (2001) sur le TA6V et par Duval (2013) sur le Ti-5553, au moyen d'essais sur des microstructures entièrement lamellaires. Ils ont remarqué que plus la phase  $\alpha_{wi}$  est fine et enchevêtrée, c'est-à-dire plus la vitesse de refroidissement après vieillissement est élevée, plus la limite d'élasticité est grande. Cet effet durcissant de la phase  $\alpha$  conduit en contrepartie à une diminution de la ductilité. Les performances en fatigue s'en trouvent également affectées : la durée de vie la plus grande est obtenue pour des microstructures avec des précipités  $\alpha$  ni trop épais ni trop fins. Et cela revient plus ou moins au compromis habituel entre résistance à la traction et allongement à rupture. Un tel compromis est réalisé avec une microstructure bimodale par les industriels. La ductilité est apportée par les nodules  $\alpha$  et lattes primaires, tandis que la

bonne limite d'élasticité est assurée par l'apport d'une précipitation secondaire de  $\alpha$  beaucoup plus fine. Les microstructures bimodales montrent également de bonnes propriétés en fatigue.

Des essais de ténacité ont été réalisés par Duval (2013) sur des échantillons de Ti-5553 forgés, 100%  $\beta$ -métastables, avec une microstructure lamellaire, soit grossière, soit fine. L'état métallurgique 100 %  $\beta$  présente clairement la plus grande résistance à la propagation de fissure. Il faut de plus signaler la grande résistance à l'initiation de la propagation de fissure à partir de l'entaille mécanique (étape de pré-fissuration) (Duval, 2013). Cette résistance globale à la fissuration est principalement due à la grande ductilité associée à cette microstructure qui permet de générer des zones plastiques étendues en fond de fissure ralentissant ainsi la propagation. Les microstructures lamellaires se caractérisent par une plus faible résistance à la propagation qui est en plus dépendante de la taille des lamelles. Plus les lamelles sont fines, plus la résistance à la propagation chute. Cela est une nouvelle fois lié à la ductilité des alliages et à la trop grande fragilité des microstructures lamellaires fines qui ne peuvent accommoder la déformation. L'état forgé, par l'introduction de nodules et donc d'une certaine capacité en termes de ductilité, améliore la résistance à la propagation de fissure de la microstructure lamellaire fine. Les sous-structures de déformation introduites dans l'état forgé par les opérations thermomécaniques de mise en forme peuvent également jouer un rôle d'obstacle à la propagation de fissure (désorientation locale des mailles cristallines et interfaces). La microstructure forgée semble ici aussi être un excellent compromis entre les différents états métallurgiques car elle conduit à une meilleure résistance à la propagation de fissure que les microstructures lamellaires les plus performantes du point de vue des propriétés mécaniques statiques tout en conservant un haut niveau de celles-ci.

## II.5 Lois de comportement et modèles rhéologiques applicables aux alliages de titane

Après une introduction sur la notion de contrainte d'écoulement et son lien avec la densité de dislocations, nous distinguerons les cas des modèles rhéologiques empiriques et physiques.

### II.5.1 Contrainte d'écoulement et densité de dislocations

La notion de comportement passe tout d'abord par la définition d'un critère de plasticité. Le critère de Von Mises reste le plus courant si l'on considère un matériau incompressible isotrope. On suppose que seule la partie déviatorique du tenseur des contraintes (contraintes de cisaillement) influence le passage d'un état élastique à un état plastique, écartant ainsi toute sensibilité à la pression hydrostatique (fait avéré pour les métaux). La contrainte équivalente au sens de von Mises  $\sigma_{eq}$  s'exprime donc en fonction des composantes du déviateur  $s_{ij}$ , plus précisément elle est définie par la relation II-6. À tout instant, elle doit satisfaire la condition  $\sigma_{eq} \leq \sigma_y$ ,  $\sigma_y$  étant la limite d'écoulement du matériau.

$$\sigma_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} \quad (\text{II.6})$$

Ce critère permet de ramener un état de contrainte triaxial à un état de contrainte uniaxiale équivalent et apparaît donc indépendant du type de sollicitation. Il ne reste alors qu'à quantifier l'évolution de  $\sigma_y$  en fonction des conditions de déformation par l'intermédiaire d'une loi d'écoulement. Idéalement, un modèle de comportement (sous-entendu dans le régime plastique) doit être capable de décrire précisément la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la déformation, la vitesse de déformation, la température, le chemin de déformation ou encore les évolutions microstructurales.

L'intégration de tous ces éléments dans un modèle unique est une tâche de toute évidence plus que difficile. Des hypothèses sur leur influence doivent être faites en cohérence avec le contexte de l'étude : procédé concerné, complexité de l'identification, répétabilité et fréquence d'utilisation de cette méthode, moyens d'essais nécessaires. Elles tendent fréquemment à découpler leurs effets, afin de favoriser l'identification des paramètres, extrapoler des données extraites sur d'autres domaines de sollicitation ou bien faciliter leur implémentation dans les codes de calcul.

La Figure II.31 montre des courbes contrainte-déformation typiques obtenues sur un alliage de titane (Ti-555-11) aux vitesses de déformation  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et aux températures respectives de 700 et 725 °C. Elles présentent toutes un pic plus ou moins prononcé suivi d'un adoucissement (Li *et al.*, 2012).

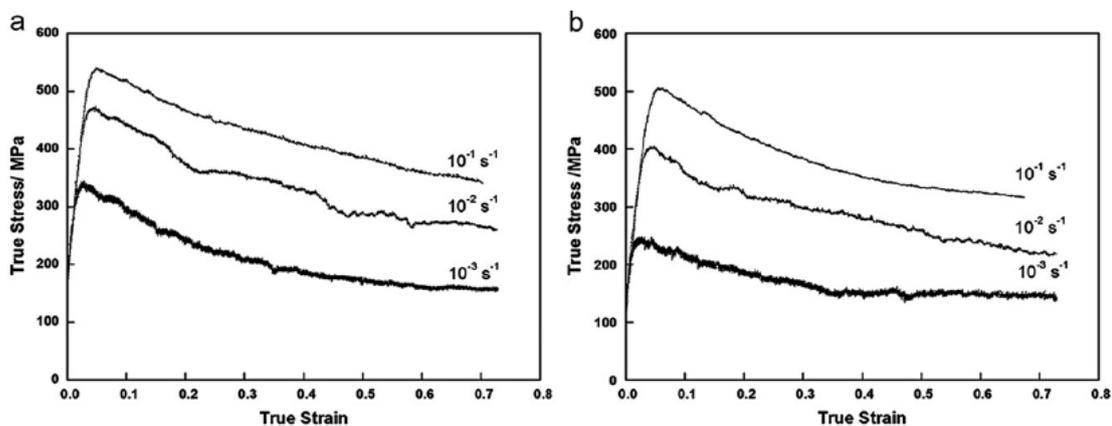


Figure II.31 : Courbes contrainte-déformation obtenues sur le Ti-55511 à vitesse constante et à (a) 700 °C, (b) 725 °C (Li *et al.*, 2012)

Des formulations nombreuses ont été proposées ou modifiées en vue d'améliorer la restitution du comportement rhéologique des métaux. Certaines de ces formulations sont basées sur l'évolu-

tion de la densité de dislocations qui est un paramètre microstructural très important pour la rhéologie. En général, l'évolution de la densité de dislocation en fonction de la déformation est décrite par la relation II.7.

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} - \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} \quad (\text{II.7})$$

Le terme d'écrouissage est proportionnel à  $1/(b\lambda)$  où  $b$  le vecteur de Burgers et  $\lambda$  le libre parcours moyen des dislocations. Sous cette formulation, deux cas de figure peuvent alors se présenter :

- Si  $\lambda$  ne dépend pas de  $\rho$ , cependant  $\lambda$  peut dépendre de la taille des grains, des sous-grains ou de la distance entre les particules, de la vitesse de déformation et de la température, on a :

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

- Si  $\lambda$  dépend de  $\rho$ , ce sont les dislocations elles-mêmes qui constituent 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 :

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} = h\sqrt{\rho} \quad (\text{II.9})$$

Dans ce cas de figure  $h$  serait une constante géométrique qui ne dépend pas de la déformation et de la température. Le terme de restauration peut être donné par l'une des relations suivantes (équations II.10 et II.11) :

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

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} = r\sqrt{\rho} \quad (\text{II.11})$$

Les travaux de [Lurdos et al. \(2008\)](#) et [Hor et al. \(2013\)](#) passent en revue un certain nombre de ces formulations.

## II.5.2 Lois empiriques de comportement

La description du comportement des matériaux reste l'une des principales difficultés dans la simulation des procédés de mise en forme. La prise en compte d'une loi pertinente est donc primordiale pour simuler le processus de forgeage dans notre cas.

Pour décrire le comportement d'un matériau, on doit prendre en compte plusieurs phénomènes tels que la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, à la température, à l'effet d'histoire en vitesse et température, à l'écrouissage ou à l'adoucissement, à la restauration et à la recristallisation ainsi qu'aux effets de texture cristallographique. Il apparaît dans la bibliographie une grande variété de lois de comportement qui prennent en compte ces effets et dont les plus significatives sont précisées ci-après.

### **II.5.2.1 Loi puissance**

Cette loi traduit une dépendance de  $\sigma$  et de  $\dot{\varepsilon}$  suivant une fonction puissance. Elle permet de tenir compte des effets « d'écrouissage », de viscoplasticité et de thermique. Sa formulation est relativement simple car elle ne fait intervenir que trois facteurs en loi puissance. Ce modèle est fréquemment utilisé dans la simulation de la déformation à chaud des matériaux métalliques ou pour décrire les phénomènes de fluage.

D'un point de vue physique, la contrainte d'écoulement plastique dépend, à chaud, de la vitesse de déformation, car le déplacement des dislocations est thermiquement activé, ce qui implique qu'elle dépend également de la température. Elle s'écrit comme suit :

$$\sigma = K Z^m, \text{ avec } Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{II.12})$$

### **II.5.2.2 Loi de Sellars et Tegart**

Dans le cas du régime stationnaire la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  ne dépend que de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  et de la température  $T$ .

La loi de comportement empirique de Sellars et Tegart est très fréquemment utilisée, elle est présentée comme un modèle empirique en régime stationnaire où la contrainte d'écoulement ne dépend que de la vitesse de déformation et de la température  $T$  et s'écrit fréquemment sous la forme suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 \left( \sinh \frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^p \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{II.13})$$

avec :  $\dot{\varepsilon}_1$  ( $\text{s}^{-1}$ ) et  $\sigma_1$  (Pa) : constantes caractéristiques du matériau,

$p$  (sans dimension) une constante  $> 1$ ,

$Q$  ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) l'énergie d'activation de la déformation,

$R$  ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) la constante des gaz parfaits.

La loi de Sellars et Tegart est souvent utilisée aussi sous des formes simplifiées en fonction de la valeur de la contrainte d'écoulement :

- Aux faibles contraintes d'écoulement ( $\sigma_0 < 0,8\sigma_1$ ), la relation II.13 s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 \left( \frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^p \exp\left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (\text{II.14})$$

qui peut se mettre également sous la forme inverse dans le cas de la mise en forme à chaud,

$$\sigma_0 = \sigma_1 \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_1} \right)^m \exp\left( \frac{mQ}{RT} \right) \quad (\text{II.15})$$

Cette relation est également appelée loi pseudoplastique, avec le paramètre sans dimension  $m = 1/p$  appelé sensibilité à la vitesse de déformation.

- Aux fortes contraintes d'écoulement ( $\sigma_0 > 0,8\sigma_1$ ) la relation II-13 est équivalente à :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_1}{2^p} \exp\left( p \frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right) \exp\left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (\text{II.16})$$

Cette dernière relation est souvent qualifiée de loi exponentielle.

### II.5.2.3 La Loi de Johnson et Cook

Le modèle de **Johnson et Cook** est une loi de comportement qui tient compte des effets d'écrouissage, de la vitesse de déformation et de la température pour des sollicitations dynamiques. Sa formulation est multiplicative ce qui facilite son identification. La contrainte d'écoulement est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_0 = \left[ A + B \bar{\varepsilon}_p^n \right] \left[ 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] \left[ \frac{T - T_{\text{ref}}}{T_f - T_{\text{ref}}} \right]^m \quad (\text{II.17})$$

avec :  $\sigma_0$  contrainte d'écoulement du matériau (MPa),

$\bar{\varepsilon}_p$  : déformation plastique équivalente de von Mises,

$\dot{\varepsilon}_p$  : vitesse de déformation équivalente ( $s^{-1}$ ),

$T$  : Température du matériau en (K),

$T_{\text{ref}}$  : Température de référence de l'essai en (K),

$T_f$  : Température de fusion du matériau (K),

$\dot{\varepsilon}_0$  : vitesse de déformation minimale pour la sensibilité à la vitesse du matériau,

$A$  : constante équivalente à la limite d'élasticité du matériau (MPa),

$B$  et  $n$  : coefficients d'écrouissage du matériau, ( $B$  en MPa),

$C$  : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation,

$m$  : sensibilité à la température.

#### II.5.2.4 Modèle d'Hansel et Spittel

La loi de Hansel et Spittel s'applique au comportement viscoplastique. Elle est thermo-dépendante et tient compte des phénomènes d'écrouissage ou d'adoucissement. Elle s'écrit (Martínez et al., 2006) :

$$\sigma = A \exp(m_1 T) T^{m_9} \varepsilon^{m_2} \exp\left(\frac{m_4}{\varepsilon}\right) (1 + \varepsilon)^{m_5 T} \exp(m_7 T) \dot{\varepsilon}^{m_3} \dot{\varepsilon}^{m_8 T} \quad (\text{II.18})$$

avec :  $T$  , température (°C),

$A$  : constante (« facteur d'échelle »),

$m_1$  et  $m_9$  : Sensibilité du matériau à la température ( $m_1 < 0$ ),

$m_2$ ,  $m_4$  et  $m_7$  : Sensibilité du matériau à la déformation ( $m_2 < 0$ ,  $m_4 < 0$ ),

$m_6$  : non utilisé,

$m_5$  : Terme couplé température et déformation,

$m_8$  : Terme couplé température et vitesse de déformation,

$m_3$  : Sensibilité à la vitesse de déformation ( $m_3 > 0$ ).

Comme la plupart des matériaux présentent des valeurs de  $m_5$  et  $m_9$  nulles, cette équation peut se simplifier et s'écrit de la façon suivante plus simple :

$$\sigma = A \exp(m_1 T) \varepsilon^{m_2} \exp\left(\frac{m_4}{\varepsilon}\right) \dot{\varepsilon}^{m_3} \quad (\text{II.19})$$

### II.5.3 Lois physiques de comportement

À une vitesse de déformation et une température données, on peut s'intéresser à la partie écrouissage de la courbe contrainte d'écoulement / déformation plastique équivalente et essayer de modéliser le comportement du matériau par une loi d'écrouissage /restauration dynamique, basée sur un modèle microscopique. Trois lois sont fréquemment utilisées dans la bibliographie : Kocks–Mecking, Yoshie–Laasraoui–Jonas et Stüwe–Hertel.

### II.5.3.1 Modèle de Kocks et Mecking

Le modèle de Mecking et Kocks (1981) s'écrit de la façon suivante,

$$\left. \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right|_{\dot{\varepsilon}, T} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (\text{II.20})$$

avec :  $h$  ( $\text{m}^{-1}$ ), coefficient associé à la création de dislocations, c'est-à-dire au terme d'écroûissage ;  
 $r$  (sans dimension), paramètre caractérisant la cinétique de restauration dynamique ;  
 $\rho$ , densité de dislocations.

Ce modèle est plutôt adapté aux déformations à basse température ( $0,1 \leq T/T_f \leq 0,5$ ). Il permet en outre de retrouver la loi de Voce. En effet, en intégrant l'équation précédente, et en utilisant la loi classique donnant la contrainte d'écoulement en fonction de la densité de dislocations, c'est-à-dire  $\sigma_0 = \alpha \mu b \sqrt{\rho}$ , on retrouve l'équation de Voce qui s'écrit,

$$\sigma_0 = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e) \exp\left(-\frac{r}{2} \bar{\varepsilon}\right) \quad (\text{II.21})$$

avec :  $\sigma_s$  (Pa), la contrainte d'écoulement au palier stationnaire sans recristallisation dynamique ;  
 $\sigma_e$  (Pa), la limite d'élasticité et ;  
 $\bar{\varepsilon}$ , la déformation plastique équivalente de von Mises.

### II.5.3.2 Le modèle de Yoshie, Laasraoui et Jonas

Le modèle de Yoshie, Laasraoui et Jonas utilise une relation microscopique légèrement différente des lois présentées ci-dessus :

$$\left. \frac{\partial \rho}{\partial \bar{\varepsilon}} \right|_{\dot{\varepsilon}, T} = h - r\rho \quad (\text{II.22})$$

avec :  $h$  ( $\text{m}^{-2}$ ), paramètre caractérisant l'écroûissage et ;  
 $r$  (sans dimension), paramètre caractérisant la cinétique de restauration dynamique.

Ce modèle conduit à la loi macroscopique suivante après intégration,

$$\sigma_0^2 = \sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_e^2) \exp(-r\bar{\varepsilon}) \quad (\text{II.23})$$

avec :  $\sigma_e = \alpha \mu b \sqrt{\rho_0}$  et  $\sigma_s = \alpha \mu b \sqrt{h/r}$ .

La loi de Laasraoui et Jonas est fréquemment utilisée pour rendre compte du comportement à chaud dans le domaine des déformations modérées.

Les valeurs de  $h$  sont typiquement de l'ordre de quelques  $10^{14}$  m/m<sup>3</sup>. Les valeurs de  $r$ , quant à elles, varient de quelques unités pour les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement (restauration dynamique lente) à quelques dizaines d'unités dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement (restauration dynamique rapide).

L'approche 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 des grandes déformations à chaud. Ces équations ont été testées par Laasraoui et Jonas dans le cas des aciers bas carbone (Laasraoui et Jonas, 1991).

### II.5.3.3 Le modèle de Stüwe et Hertel

Le modèle de Stüwe et Hertel se base sur une loi microscopique du type :

$$\left. \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right|_{\dot{\varepsilon}, T} = h - r \rho^2 \quad (\text{II.24})$$

La loi macroscopique qui en découle s'écrit,

$$\sigma_0 = \sigma_s \sqrt{\tanh \left[ k (\bar{\varepsilon} + \bar{\varepsilon}_0) \right]} \quad (\text{II.25})$$

avec :  $\sigma_s$  (Pa), la contrainte d'écoulement asymptotique quand  $\bar{\varepsilon} \rightarrow +\infty$  ;

$\bar{\varepsilon}_0$  (sans dimension), une constante liée à la limite d'élasticité  $\sigma_e$  ;

et  $k$  (sans dimension), un paramètre du matériau.

### II.5.3.4 Synthèse

Ces trois lois d'écrouissage / restauration dynamique permettent de décrire le comportement à chaud du métal, de la limite d'élasticité  $\sigma_e$ , jusqu'au début du domaine où la recristallisation dynamique (RDC ou RDD) devient active. Dans toutes ces lois, les paramètres microscopiques ( $h$  et  $r$ ) ou macroscopiques ( $\sigma_e$ ,  $\sigma_s$ ,  $\bar{\varepsilon}_0$ ) dépendent de la vitesse de déformation et de la température.

## II.6 Conclusion

Ce chapitre a décrit des notions générales sur les alliages de titane. Comme pour la quasi-totalité des alliages métalliques utilisés dans le monde industriel d'aujourd'hui, c'est la compréhension des relations entre les traitements thermomécaniques appliqués, les microstructures obtenues et les propriétés mécaniques résultantes qui permet d'envisager le choix d'un alliage donné

avec une microstructure adaptée aux sollicitations mécaniques envisagées. L'optimisation des microstructures passe également par cette compréhension.

Des points classiques sur la métallurgie des alliages de titane ont été abordés. Les caractéristiques des alliages de titane du point de vue morphologie, distribution, et précipitation des phases ont également été développées. Les relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques ont été passées en revue. Les plus hautes caractéristiques mécaniques sont généralement atteintes par des microstructures lamellaires très fines et enchevêtrées. L'incorporation de nodules  $\alpha$  primaire dans de telles microstructures permet d'augmenter sensiblement leur ductilité tout en conservant un haut niveau de résistance mécanique. Ce type de microstructure bimodale avec de l' $\alpha$  secondaire qui représente le meilleur compromis résistance mécanique / ductilité est souvent utilisé par les industriels.

Ces propriétés mécaniques macroscopiques tirent leur origine des mécanismes élémentaires qui se développent à une échelle microscopique. Certains modèles de comportement rhéologiques ont également été étudiés, dans ce qui a permis de cibler quelques-uns d'entre eux pour les ajustements à réaliser dans la présente étude.

Après avoir présenté brièvement les principaux paramètres associés aux conditions du traitement thermomécanique, notamment les aspects d'évolutions microstructuraux, un plan d'expérience à suivre au cours de la thèse a été en définitive tiré à partir de cette étude bibliographique.

**CHAPITRE III**  
**MATÉRIAUX ET MÉTHODES**  
**EXPÉRIMENTALES**



---

## MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

### III.1 Introduction

L'alliage de Ti-5553 qui est au centre de notre étude appartient à la classe des alliages de titane  $\beta$ -métastables. Ces nuances sont progressivement introduites dans le monde aéronautique, du fait de leurs très hautes caractéristiques mécaniques, supérieures à celles des alliages  $\alpha/\beta$  plus classiques.

La classe de ces alliages  $\beta$ -métastables n'est pas nouvelle pour autant. L'alliage Ti-5553 a été dérivé à partir d'une autre nuance le VT22, développée par les Russes dans les années 80. On note également le  $\beta$ -Cez qui fait partie de la classe des alliages  $\beta$ , et a été développé à la fin des années 1980 par CEZUS. Ces dernières années, grâce à la meilleure maîtrise de certains moyens de production et à des investissements dans la recherche, une nouvelle génération de matériaux à « hautes performances » a vu le jour provoquant un net regain d'intérêt des acteurs du monde aéronautique pour le titane.

Trois alliages  $\beta$ -métastables sont particulièrement utilisés dans le secteur aéronautique : le Ti-5553 et le Ti-10-2-3, en particulier pour des composants de trains d'atterrissage, et le Ti-17 pour des applications plus chaudes comme les disques compresseurs dans les moteurs. Les éléments bibliographiques repris dans le chapitre II montrent la forte dépendance des propriétés mécaniques vis-à-vis des microstructures complexes de ces alliages. Il est donc primordial de connaître précisément la microstructure des matériaux étudiés dans le cadre de ce travail, ainsi que ses évolutions au cours du traitement thermique initial, ce qui est l'objet du chapitre suivant.

Différents moyens classiques de microscopie (optique, électronique) sont utilisés pour caractériser à différentes échelles les microstructures métallurgiques. L'usage de l'EBSD permet en outre d'intégrer les informations cristallographiques relatives aux phases en présence, et ceci sur de grandes surface. L'ensemble des données est utilisé pour une meilleure compréhension des phénomènes qui entrent en jeu pendant les traitements thermomécaniques.

### III.2 L'alliage Ti-5553

#### III.2.1 Généralités

Le Ti-5553 est un alliage  $\beta$ -métastable. Comme la plupart de ceux-ci, il est à l'équilibre biphasé à la température ambiante et présente une proportion importante de phase  $\beta$ , d'environ 40 %. Il présente une bonne stabilité métallurgique, une facilité de mise en œuvre (forgeage, matriçage). Sa température de *transus* est d'environ 840 °C. Ses caractéristiques lui confèrent des atouts importants au cours de la mise en forme. En particulier, certains auteurs comme [Veeck et al.](#)

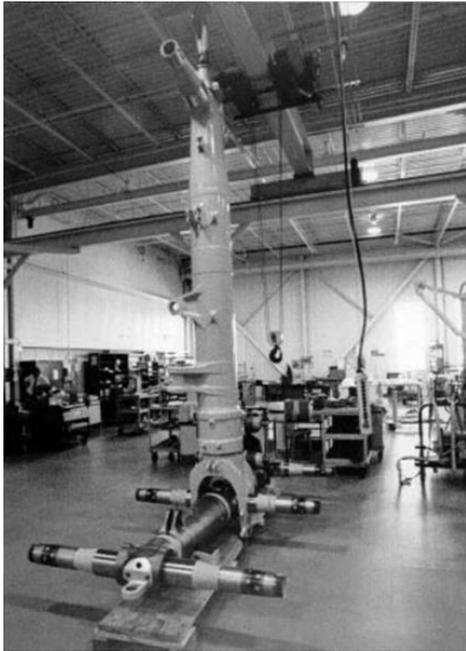
(2005), Jones *et al.* (2008) ont montré que cet alliage est caractérisé par des transformations de phase lentes lors que l'on change la température. Les fractions de phases à l'équilibre thermodynamique évoluent moins vite avec la température pour le Ti-5553 comparées aux autres nuances  $\beta$ -métastables voisines telles que le Ti-10-2-3 ou le Ti-17. La composition chimique de la tranche de billette fournie est donnée dans le Tableau III.1.

Tableau III.1 : Composition chimique de la tranche de billette reçue en Ti-5553

Al	V	Mo	Cr	Fe	O	C	H	Ti
5	5,13	5,20	2,71	0,36	0,154	0,09	0,003	balance

La formation de la phase  $\alpha$  semble plus lente que dans le cas du Ti-10-2-3. Jones *et al.* (2009) ont attribué ce phénomène à la présence d'éléments chimiques ralentissant la diffusion et la croissance de la phase  $\alpha$ , comme le Mo. Cette particularité permet aux élaborateurs d'assouplir les contraintes liées à la fabrication des pièces. Jones a également étudié l'impact de la température et du temps de maintien sur la microstructure. Ceci en fait un alliage assez intéressant pour les applications aéronautiques et aérospatiales et un assez bon concurrent de certaines nuances tels que le TA6V ou le Ti-10-2-3.

La Figure III.1a montre un train d'atterrissage en Ti-10-2-3 du Boeing B777. Par ailleurs, en 2005, le constructeur Boeing a annoncé le remplacement du matériau utilisé dans la fabrication des trains d'atterrissage des B747. Sur la figure III.1b, on peut voir le train d'atterrissage de l'Airbus A350 fabriqué par Messier Bugatti Dowty et présenté au salon aéronautique de Bourget en 2013.



a)



b)

Figure III.1 : Élément d'un train d'atterrissage du Boeing B777 en (Ti-10-2-3) (Lütjering et Williams, 2007) a) ; b) train d'atterrissage de l'A350 (MBD salon Bourget, 2013)

La variation de la fraction de phase  $\beta$  avec la température des alliages Ti-5553 et Ti-10-2-3 est donnée sur la Figure III.2. Celle-ci montre une sensibilité à une variation de la température plus importante du Ti-10-2-3 que pour le Ti-5553.

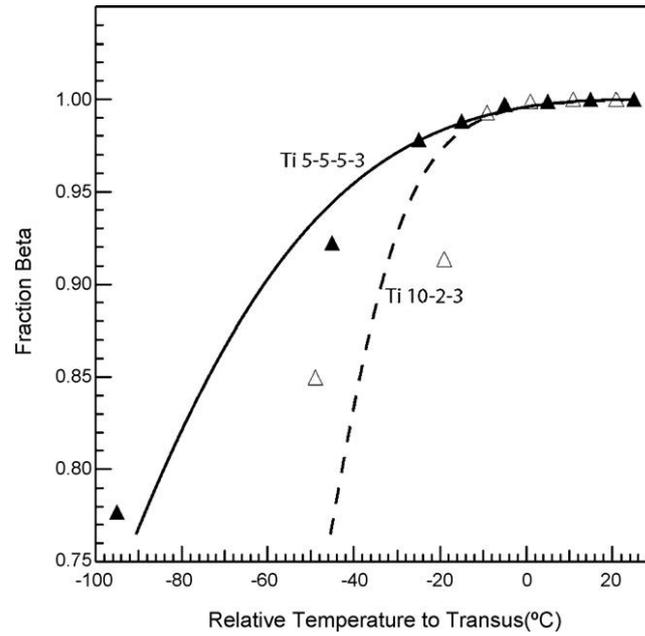


Figure III.2 : Fractions volumiques de phase  $\beta$  en fonction de la température de l'alliage Ti-5553 ( $T^{\circ} \text{transus } \beta \sim 845 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ) et de l'alliage Ti-10-2-3 ( $802 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ) (Jones *et al.*, 2008)

On peut voir sur la Figure III.3 que la microstructure du Ti-5553, étudiée par Jones *et al.*, (2008), présente au moins deux phases distinctes : une phase nodulaire  $\alpha$  contenue dans une matrice  $\beta$ .

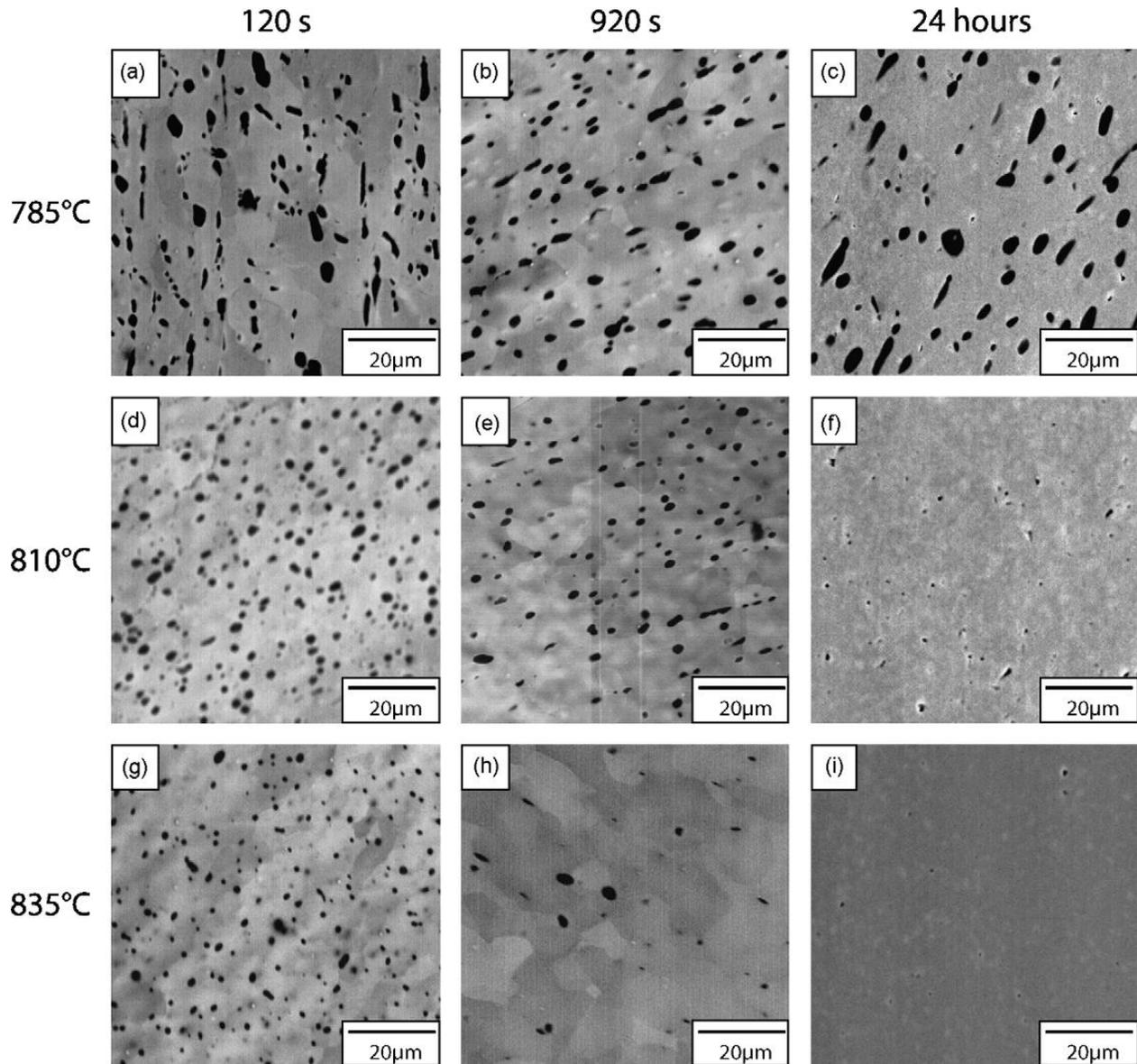


Figure III.3 : Microstructures du Ti-5553 après les traitements suivant : 785, 810 et 835 °C (de haut en bas) pendant 120 s (à gauche), 920 s (centre) et 24 h (à droite) (Jones *et al.*, 2008)

Les phénomènes de transformations de phases au cours du chauffage et au refroidissement du Ti-5333 restent cependant très peu connus, et très peu de bibliographie est disponible à cet effet. Lors du refroidissement d'un alliage de titane en général, la phase  $\alpha$  peut, soit se développer à partir des joints de grains, soit germer à l'intérieur des grains. Lors d'une trempe  $\beta$ , les conditions de refroidissement sont trop sévères pour que la phase  $\alpha$  puisse apparaître. Cependant, une phase appelée  $\omega$  (athermique) peut apparaître. D'autres composés sont susceptibles de se former également au refroidissement comme montré dans le diagramme de phases Ti-Al (Figure .4). Selon la teneur en aluminium et les conditions de refroidissement, la structure retenue à la température ambiante peut être composée de la phase orthorhombique  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al.

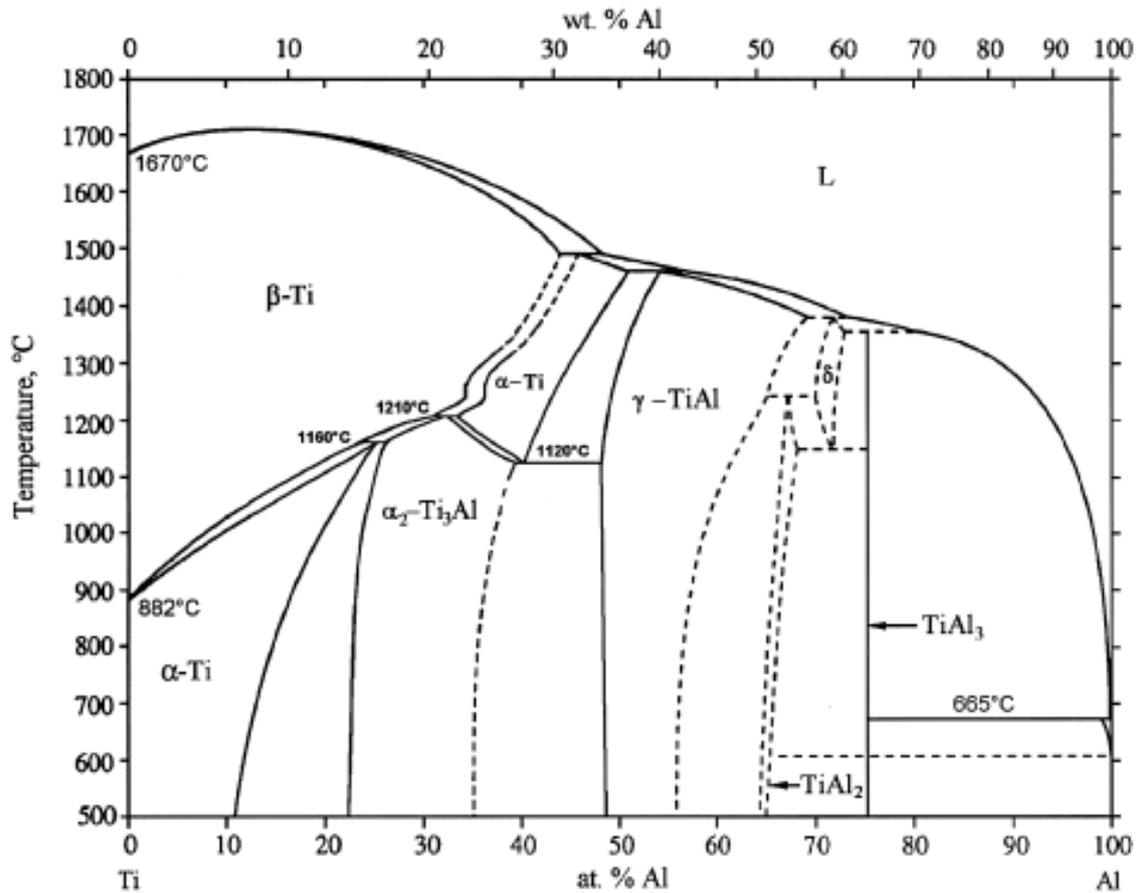


Figure III.4 : Diagramme de phase binaire du Ti–Al (Lütjering et Williams, 2007)

Settefrati (2012) a déterminé le diagramme TTT du Ti–5553 à partir des résultats expérimentaux de résistivité électrique (Figure III.5). Aussi, la Figure III.5 présente les microstructures observées après transformation, pendant un maintien isotherme, suivie d’une trempe. Cette investigation a montré l’apparition de la phase  $\alpha$  aux joints de grains ( $\alpha_{GB}$ ) à partir des maintiens isothermes à 800 °C. Settefrati a également montré que pour cet alliage, lorsque la température de transformation diminue, les morphologies formées à partir des joints de grains, c’est-à-dire la phase ( $\alpha_{GB}$ ), peuvent être observées jusqu’à une température de l’ordre de 600 °C environ ; mais elles ne sont plus prédominantes et leur taille est réduite, c’est-à-dire plus faible que celle obtenue à 800 °C (Figure III.5). Ceci s’explique par le fait qu’à basse température, les sites de germination intragranulaire sont plus actifs et la précipitation de morphologies intragranulaires ( $\alpha_{wi}$ ) est plus favorable du point de vue thermodynamique.

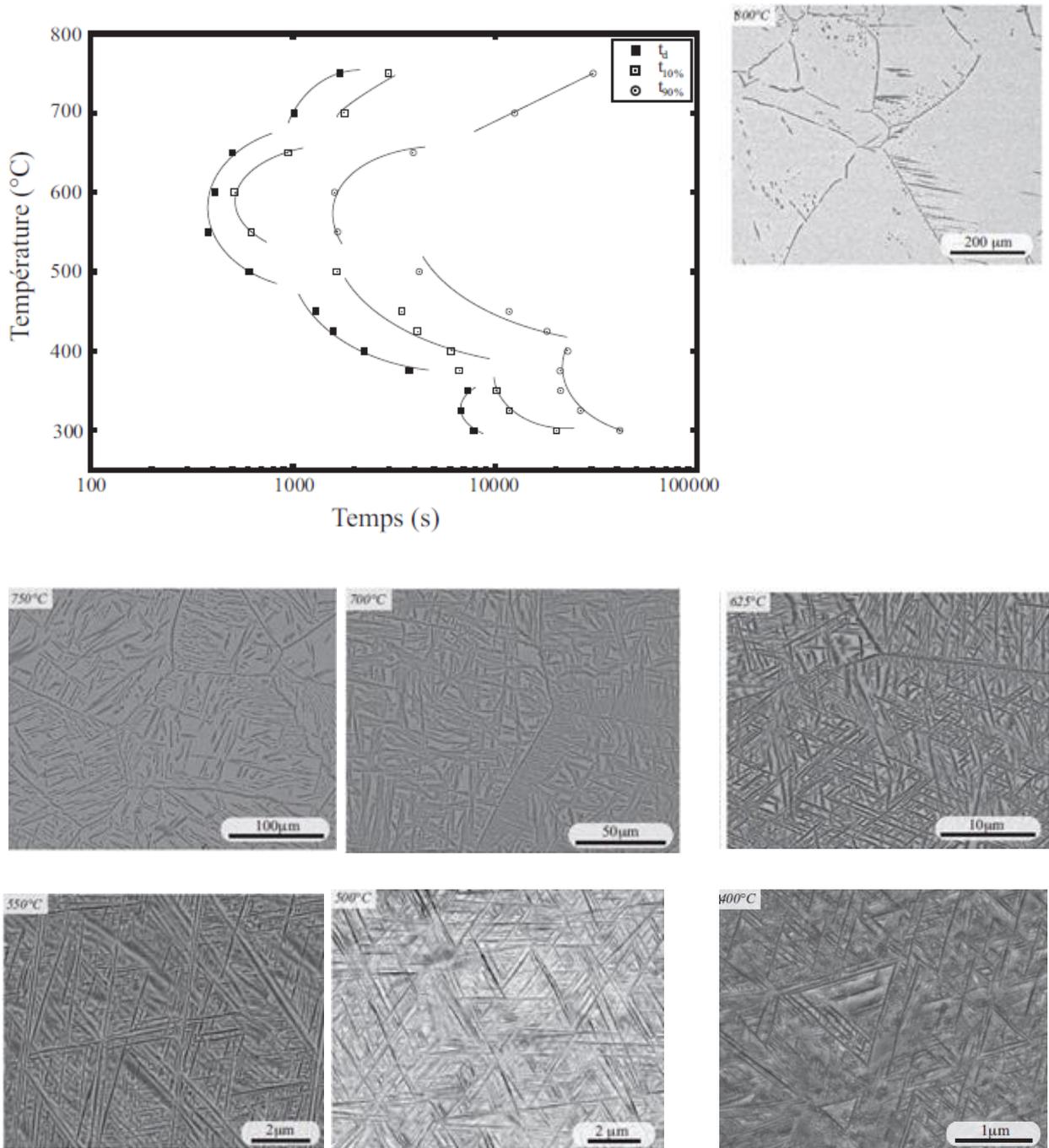


Figure III.5 : Diagramme TTT expérimental de l'alliage Ti-5553 obtenu à partir des mesures de résistivité électrique (Settefrati, 2012)

Après ces généralités sur l'alliage Ti-5553, qui fait l'objet de cette présente thèse, la sous-section suivante développe la description des matériaux qui ont été caractérisés dans nos travaux.



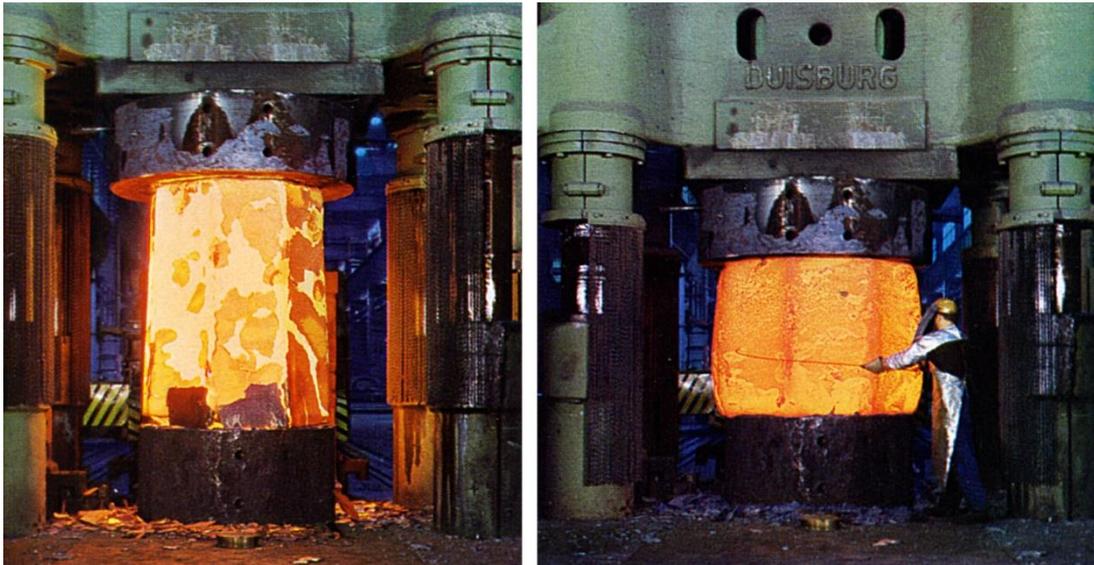


Figure III.7 : Illustration Typique du refoulement à la presse

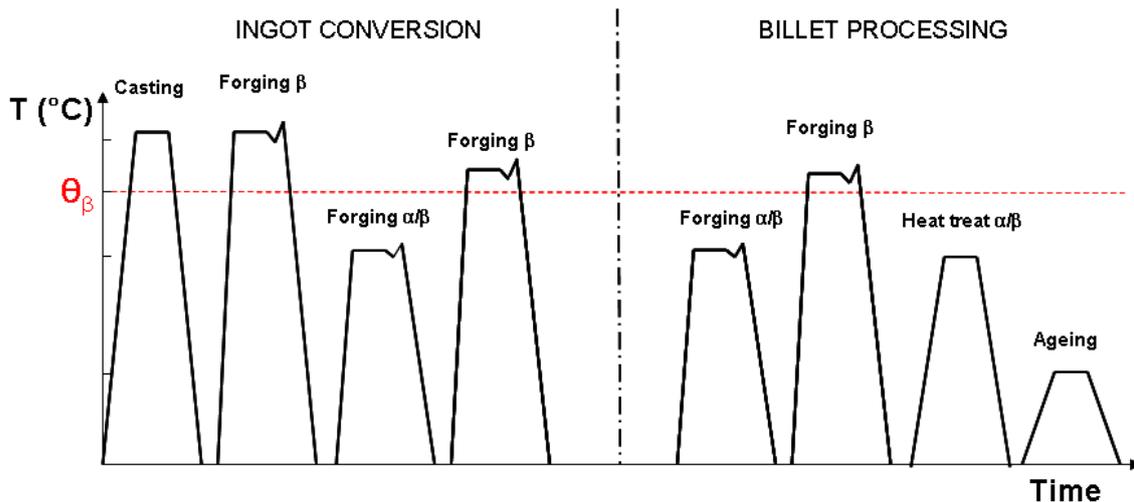


Figure III.8 : Exemple d'un schéma type du cycle thermomécanique subi par une pièce forgée (Montheillet et al., 2012)

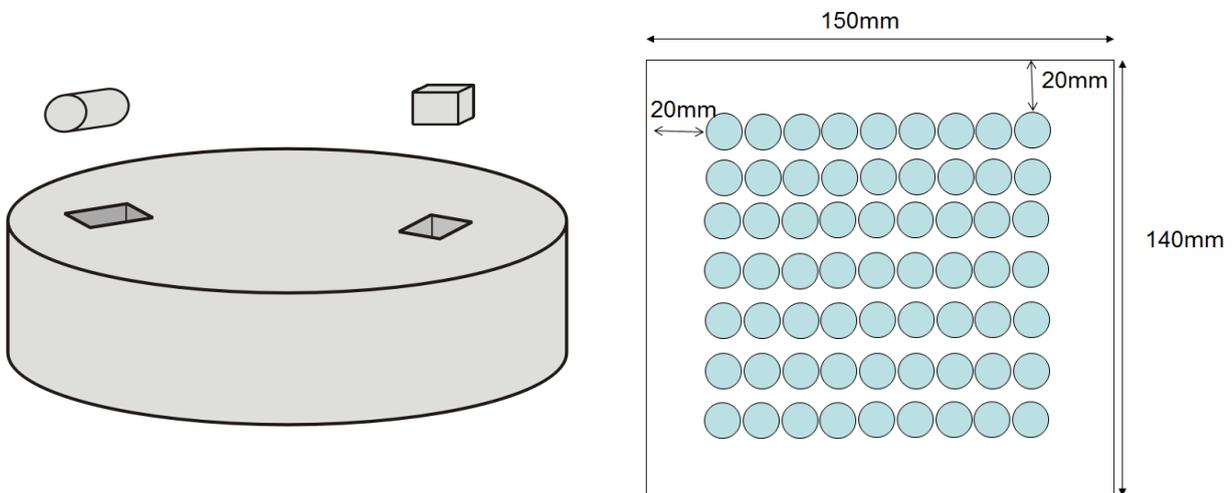
Des traitements thermiques sont également effectués après forgeage pour précipiter des phases secondaires qui permettent d'acquérir les propriétés mécaniques souhaitées. L'optimisation des microstructures et des propriétés mécaniques passe tout d'abord par une parfaite maîtrise des phénomènes mis en jeu pendant les étapes de déformation. La compréhension de ces phénomènes permettra par la suite d'analyser l'influence de la déformation sur les cinétiques de germination et de croissance des phases dans l'alliage.

### III.3 Procédure expérimentale

Cette sous-section traitera de l'usinage des éprouvettes, de la compression à chaud mais également des techniques d'analyses microstructurales.

#### III.3.1 Prélèvement des éprouvettes

Dans la tranche de billette, ainsi que dans les blocs de la pièce forgée, schématisés sur la Figure III.9, ont été découpées des éprouvettes qui ont servi à l'étude de la rhéologie et de la microstructure.



*Plan de prélèvement des éprouvettes de compression et des plaquettes pour la micrographie dans la tranche de billette*

*Schéma de prélèvement des éprouvettes de compression sur les blocs issus de la pièce forgée*

Figure III.9 : Schéma du prélèvement des éprouvettes

Des éprouvettes cylindriques de 10 mm de diamètre et de 15 mm hauteur ont été prélevées à mi-rayon de manière à éviter les zones de peau, qui sont caractérisées par une faible déformation, et une structure microstructurales non conforme. La Figure III.10 illustre schématiquement les éprouvettes avec une géométrie biconique que nous avons également utilisées pour l'investigation des microstructures. L'intérêt de cette géométrie est de produire un gradient de déformation dans l'éprouvette suivant le rayon tout en conservant une vitesse de déformation quasiment uniforme (et uniforme dans l'espace, constante dans le temps).

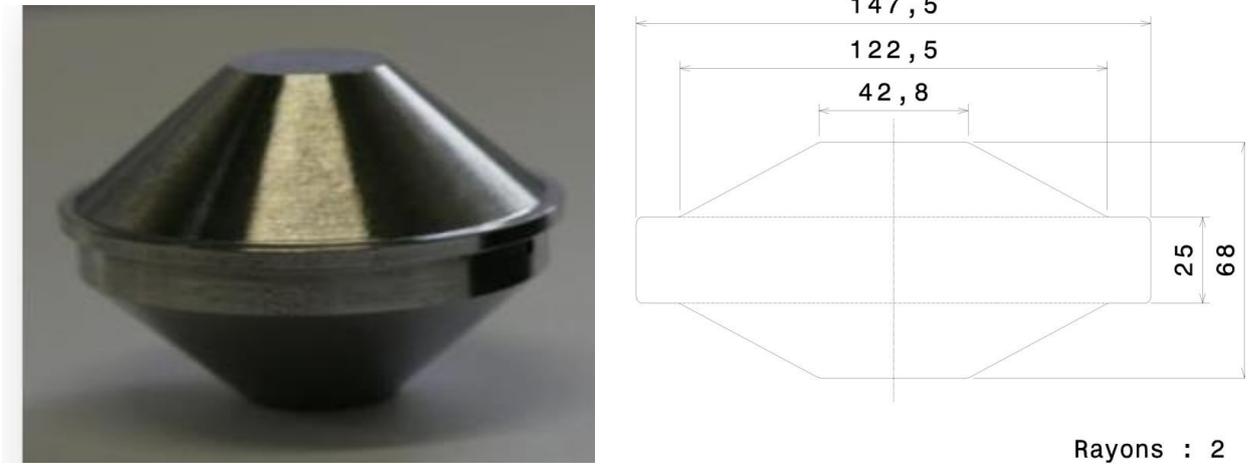


Figure III.10 : Éprouvette bicône pour les essais sur presse industrielle unité en (mm)

### III.3.2 Compression à chaud

La compression à chaud est un essai souvent utilisé en laboratoire pour reproduire les cycles thermomécaniques à une échelle plus petite que dans les conditions industrielles. Avant toute opération de traitement thermomécanique, une enquête sur les variables de la métallurgie du matériau est effectuée dans le but d'obtenir la force nécessaire pour produire une déformation spécifiée, ou pour obtenir une géométrie souhaitée. Les variables sont principalement la contrainte d'écoulement de la matière en fonction de la vitesse, de la température et de la déformation soit  $\sigma = \sigma(T, \varepsilon, \dot{\varepsilon})$ .

#### III.3.2.1 Intérêt

À notre échelle, le choix de la compression uniaxiale se justifie par la reproduction en laboratoire des cycles de refoulement à la presse. Ceci nous permet d'étudier la rhéologie du matériau, c'est-à-dire les facteurs liés au comportement de la contrainte d'écoulement en fonction de l'opération de déformation et d'établir également les courbes contrainte/déformation du matériau. Les Figures III.11a et III.11b montrent un schéma du mécanisme de compression uniaxiale sur une éprouvette cylindrique. Certains aspects sont négligés, notamment les effets de déformation élastique, l'anisotropie, et les frottements. La contrainte d'écoulement est donnée par :

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (\text{III.1})$$

La déformation d'une éprouvette cylindrique lors de la compression peut être déterminée comme suit :

$$\varepsilon = \int_0^{\varepsilon} \dot{\varepsilon} dt = \int_{A_0}^{A_f} \frac{dA}{A} = \ln\left(\frac{A_f}{A_0}\right) = \ln\left(\frac{H_0}{H_f}\right) \quad (\text{III.2})$$

où  $A_0$  et  $A_f$  représentent respectivement les sections transversales initiale et finale.

Ainsi la vitesse de déformation est donnée par l'équation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{dH}{H dt} = \frac{v}{H} = \text{cst} \quad (\text{III.3})$$

avec :

$V = H_0 A_0 = H_f A_f$ , volume de l'échantillon,

$H_0$  et  $H_f$ , les hauteurs respectives initiale et finale.

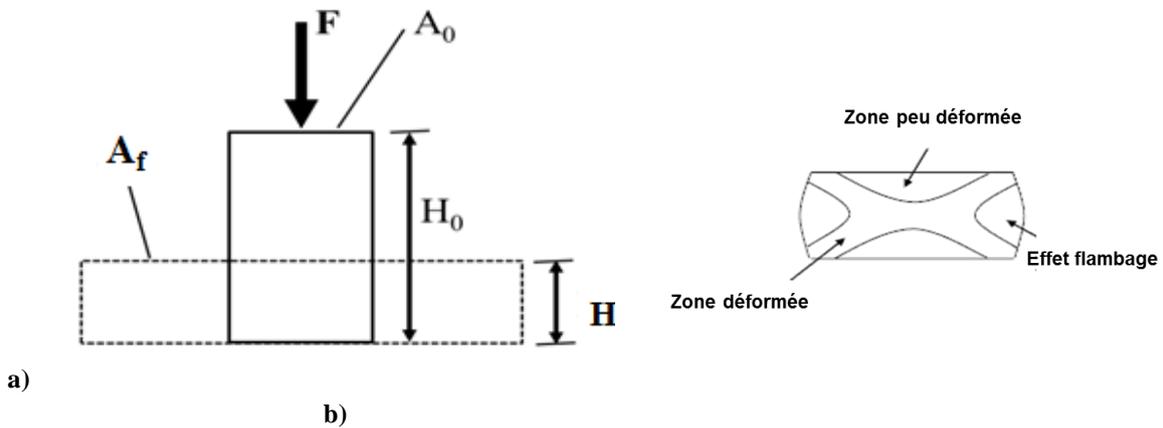


Figure III.11 : Échantillon déformé a) schéma de compression idéal (sans frottement) d'une pièce à partir d'une hauteur initiale  $H_0$  jusqu'à la hauteur finale  $H_f$  et b) localisation des zones de déformation.

### III.3.2.2 Dispositif expérimental

Le dispositif de compression à chaud de l'ENSMSE est composé d'un bâti mécanique fabriqué par Schenck. Une traverse horizontale montée sur deux colonnes verticales permet d'adapter la hauteur du dispositif au type de compression désiré. La traverse supporte le vérin, les deux accumulateurs de pression, ainsi que les deux servovalves (Figure III.12).

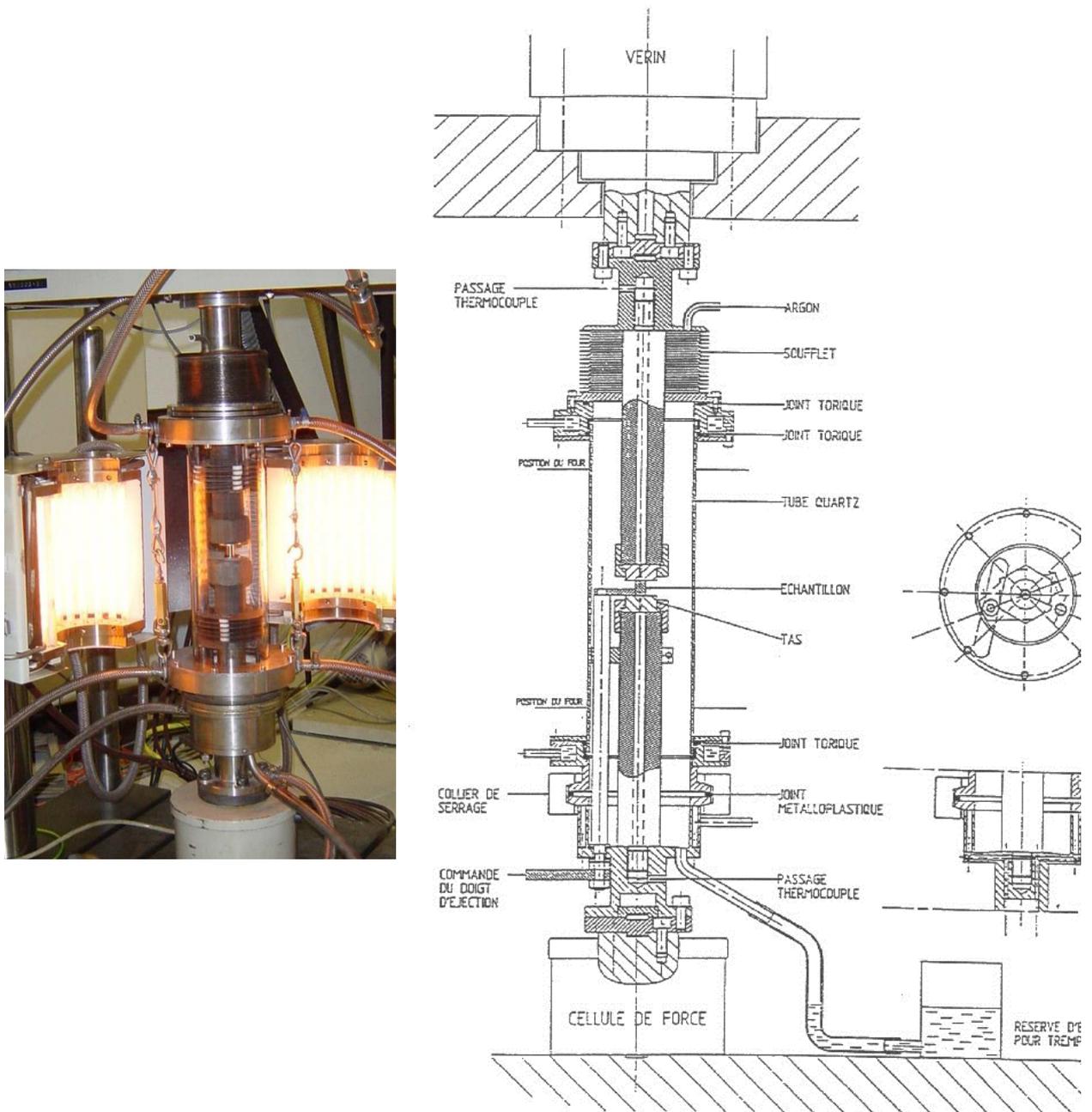


Figure III.12 : Machine de compression de l'ENSMSE

Le système comprend une cellule de force, deux mors, un four ainsi qu'un tube en quartz. Un bras mécanique horizontal supporte le four de chauffage à l'intérieur duquel est insérée une enceinte balayée par de l'argon (atmosphère inerte pour la protection contre l'oxydation). Une pompe de recyclage de l'huile située à l'arrière de la machine permet de récupérer les fuites du vérin.

L'éprouvette est le plus souvent un cylindre de 10 mm de diamètre et de 15 mm de haut. Elle est placée au centre du tas inférieur et déformée par descente du tas supérieur. Deux thermocouples situés dans les mors à 2 mm de la surface des tas assurent le maintien en température pendant

l'essai. On utilise le thermocouple du haut pour asservir le four ; l'autre permet de contrôler l'homogénéité thermique. Un doigt permet d'éjecter l'éprouvette dans un bac rempli d'eau juste à la fin de l'essai par un système de vases communicants pour éviter son échauffement.

L'ensemble de la machine est commandé par l'intermédiaire d'un PC équipé d'entrées/sorties logiques et analogiques. Ce PC est en dialogue permanent (temps réel) avec la machine pour gérer le déplacement afin de travailler à vitesse de déformation constante. En effet la consigne du vérin est une courbe déplacement - temps de forme exponentielle décroissante  $\dot{H}/H = \text{cst}$ .

Ce système de commande en temps réel géré par le PC permet une automatisation et une synchronisation précise des différentes opérations effectuées par la machine. D'autre part, il rend la machine souple d'utilisation et ceci par le biais d'une programmation simple de type QUICK BASIC.

Les capacités et les performances de la machine sont les suivantes :

- ✓ Force maximale : 100 kN ou 10 kN selon la cellule choisie
- ✓ Vitesse de déformation maximale :
  - pour la servovalve de 2 l/min de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  ;
  - pour la servovalve de 65 l/min de  $10 \text{ s}^{-1}$  ;
- ✓ Vitesse de déformation minimale :
  - pour la servovalve de 2 l/min de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ;
  - pour la servovalve de 65 l/min de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  ;
- ✓ Température de fonctionnement comprise entre 20 et 1200 °C ;
- ✓ Temps de montée en régime normal : 10 min pour atteindre 1200 °C ;
- ✓ Précision en température sur la longueur d'échantillon (+/- 1 °C) ;
- ✓ Temps de trempe : 0,5 s.

### ***III.3.2.3 Lubrification et correction du frottement***

#### ***III.3.2.3.1. Lubrification***

L'amélioration des procédés de mise en forme passe par la prise en compte des paramètres de lubrification et de la tenue des outillages. Ainsi 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 force 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 (cf. Figure .11b).

Deux lubrifiants ont été mis à notre disposition pendant cette étude. Une suspension de graphite (C) et une suspension de nitrure de bore (BN). Pour les alliages de titane, particulièrement le Ti-5553, le graphite a été retenu car son coefficient de frottement est inférieur à celui du nitrure de bore (Gourdet *et al.*, 1996).

### *Correction du frottement*

Le frottement aux interfaces outil / matière engendre une certaine puissance participant à un accroissement de l'effort de compression mesuré.

La contrainte mesurée ( $\sigma_{\text{mes}}$ ) est d'abord calculée à partir de la charge, la contrainte d'écoulement réelle est déterminée en utilisant le modèle Tresca du frottement et la conservation de l'énergie.

$$\tau_f = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (\text{III.4})$$

où  $\tau_f$  est la contrainte critique de cisaillement,  $\bar{m}$  le coefficient de frottement et  $\sigma_0$  la contrainte d'écoulement du matériau.

En première approximation, on peut supposer que la déformation reste homogène afin d'obtenir :

$$\frac{\sigma_{\text{mes}}}{\sigma_0} = 1 + \frac{\bar{m}D}{3H\sqrt{3}} \quad (\text{III.5})$$

où  $D$  et  $H$  sont le diamètre et la hauteur instantanés des échantillons.

Cette correction demeure faible ; une illustration en est donnée sur la Figure III.13. Les courbes contrainte-déformation ont été corrigées du frottement pour nos campagnes d'essais avec à la valeur de  $\bar{m} = 0,05$ .

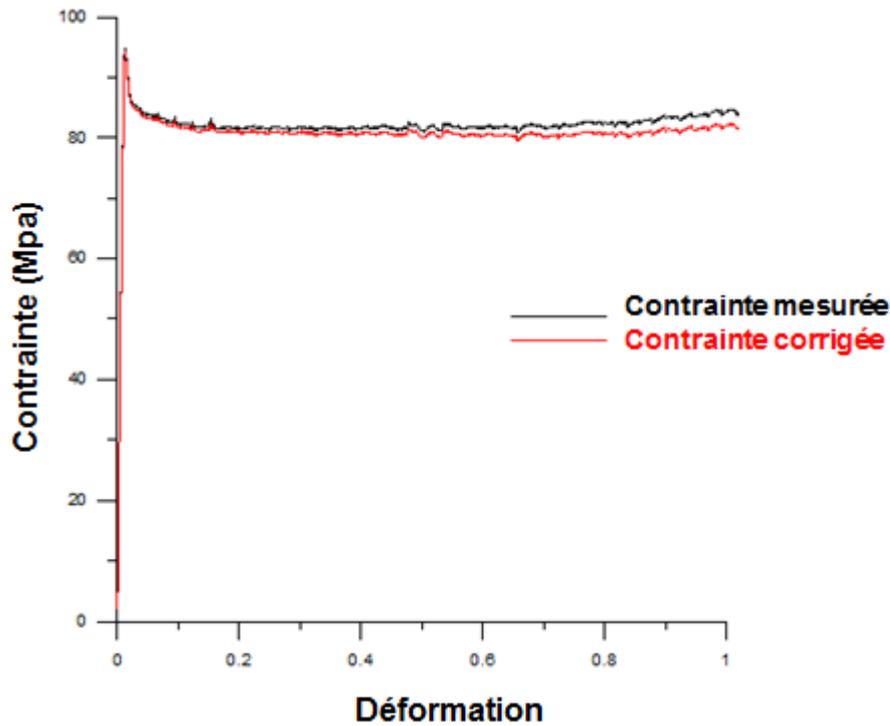


Figure III.13 : Illustration de la correction du frottement sur les courbes contrainte/déformation à (830 °C,  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $\bar{m}=0.05$ )

En général,  $\bar{m}$  augmente pendant l'essai du fait de l'endommagement du lubrifiant. Cela impose de ne pas prendre un  $\bar{m}$  trop grand, ce qui surcorrigerait le début des courbes.

### III.3.3 Détermination des paramètres rhéologiques

Les paramètres rhéologiques macroscopiques des matériaux métalliques en général correspondent respectivement, à la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation à une température donnée et une déformation fixée  $m$ , et à l'énergie d'activation apparente  $Q$  qui traduit la sensibilité à la température.

Le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  a pour expression :

$$Q(T, \dot{\varepsilon}, \varepsilon) = \frac{R}{m(T, \dot{\varepsilon}, \varepsilon)} \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\varepsilon}, \varepsilon} \quad (\text{III.6})$$

Pour avoir une estimation de la valeur du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$ , il suffit dans un premier temps de tracer les courbes  $\ln \sigma = f(\ln \dot{\varepsilon})$  et  $\ln \sigma = f(1/T)$ . Ensuite, en faisant une régression linéaire, la pente donnera respectivement la valeur des paramètres  $m$  et de  $Q$ .

$$m(T, \dot{\varepsilon}, \varepsilon) = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right|_{T, \varepsilon} \quad (\text{III.7})$$

### III.3.4 Techniques d'analyses microstructurales

#### III.3.4.1 Préparation des échantillons pour les observations

Les échantillons de compression, indiqué sur le schéma de la Figure III.14 mesurent au départ 10 mm de diamètre et de 15 mm de hauteur. Après compression, pour avoir une zone assez large d'observation, les échantillons sont découpés suivant un plan comprenant l'axe de compression, et les observations sont ainsi faites dans ce plan pour pouvoir observer un nombre assez grand de grains.

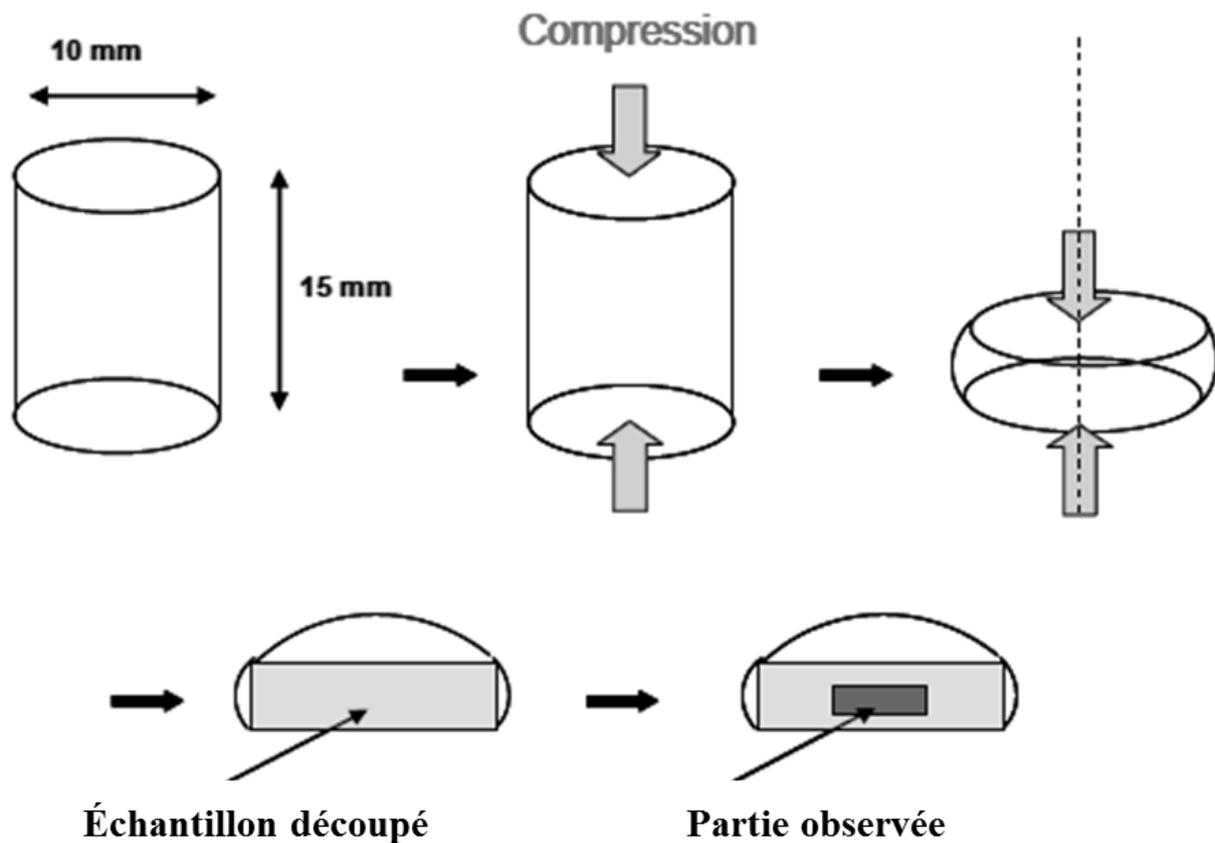


Figure III.14 : Schéma de la préparation des échantillons pour les observations en microscopie

##### III.3.4.1.1. Polissage

Afin de pouvoir observer les microstructures résultant des différents traitements thermomécaniques imposés, il faut polir la surface de l'échantillon découpé jusqu'au papier P2500 puis finir à

la silice colloïdale, pour obtenir une surface parfaitement plane et nette. Puis, il faut attaquer cette surface avec une solution acide de façon à révéler la microstructure et la rendre ainsi plus facilement observable sous le microscope. Le polissage a été réalisé de façon mécanique (Figure III.15). L'EMSE dispose dans son atelier de métallographie de polisseuses automatiques. Les échantillons sont montés sur un plateau et sont ainsi tous polis dans les mêmes conditions.



Figure III.15 : Dispositif de polissage mécanique de l'EMSE

#### III.3.4.1.2. L'attaque chimique

L'attaque chimique se fait soit à l'aide d'une solution de Kroll, soit avec une solution d'attaque de Kroll modifiée, dont les compositions chimiques sont données ci-dessous :

- Solution de Kroll :

Acide fluorhydrique (35 %) – acide nitrique (65 %) – eau

- Solution d'attaque de Kroll modifiée :

Acide fluorhydrique (20 %) – acide nitrique (25 %) – glycérol

Ces solutions acides attaquent différemment les deux phases présentes dans les alliages de titane et révèlent ainsi leur microstructure. La solution d'attaque doit être adaptée à la composition

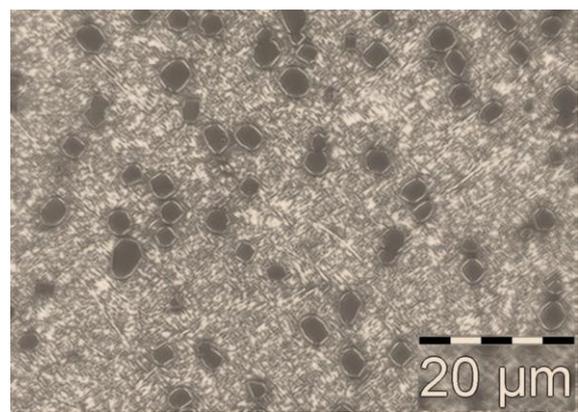
chimique de la nuance à observer. Dans cette étude, le réactif de Kroll est utilisé comme solution d'attaque sur les éprouvettes.

### III.3.4.2 Microscopie optique et méthodes d'analyse

Les observations de la microstructure des échantillons se font à l'aide de deux principaux outils : le microscope optique et le microscope électronique à balayage.

La microscopie optique est beaucoup utilisée dans notre étude. Elle donne un aperçu global à la fois qualitatif et quantitatif des morphologies créées. Ainsi les images obtenues sont soumises à un traitement pour quantifier les différentes phases ainsi que la taille des grains  $\beta$  et  $\alpha$ .

L'atelier métallographique de l'ENSMSE dispose d'un microscope optique à platine automatique permettant de réaliser à l'aide d'une caméra numérique des images des microstructures d'un grandissement  $\times 25$  à un grandissement  $\times 1000$  sur des surfaces assez grandes. La Figure .16 montre le microscope optique ainsi qu'un exemple d'image obtenue.



Microscope optique à platine automatique

Micrographie optique à grandissement X100

Figure III.16 : Microscope optique utilisé dans notre étude et exemple d'image obtenue

### III.3.4.3 Microscopie électronique à balayage

*Principe* : Un faisceau très fin et monocinétique d'électrons balaie la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons ; on peut ainsi comparer le microscope électronique à balayage (MEB) à un système de télévision en circuit fermé (Figure III.17). La MEB permet d'obtenir une image réfléchie (agrandie jusqu'à 100 000 fois ou plus).

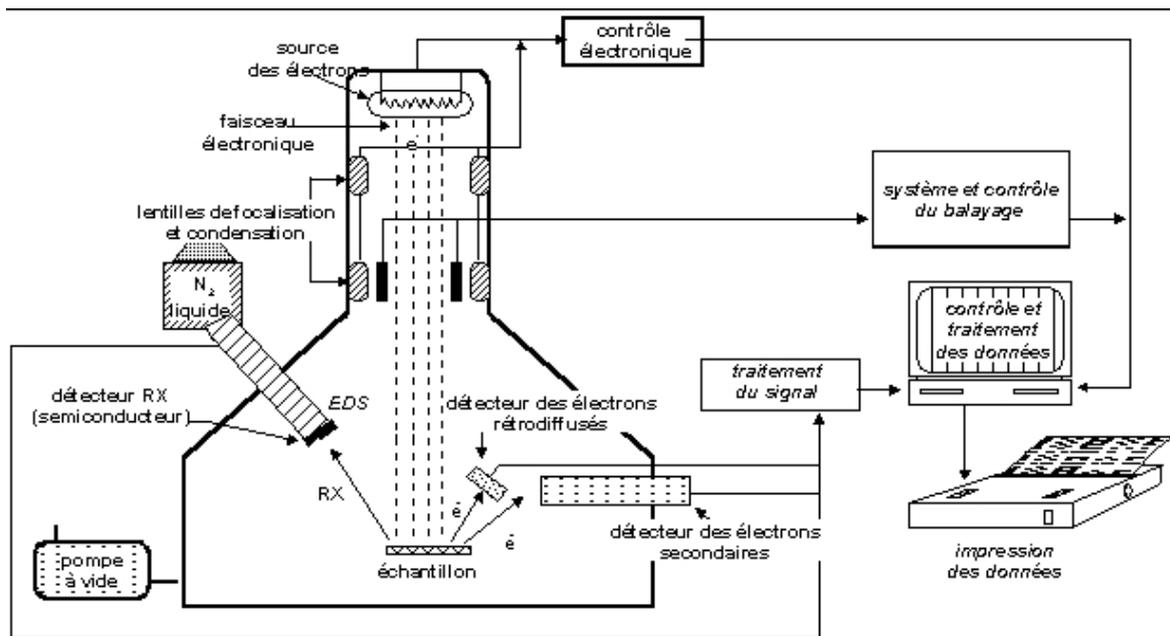


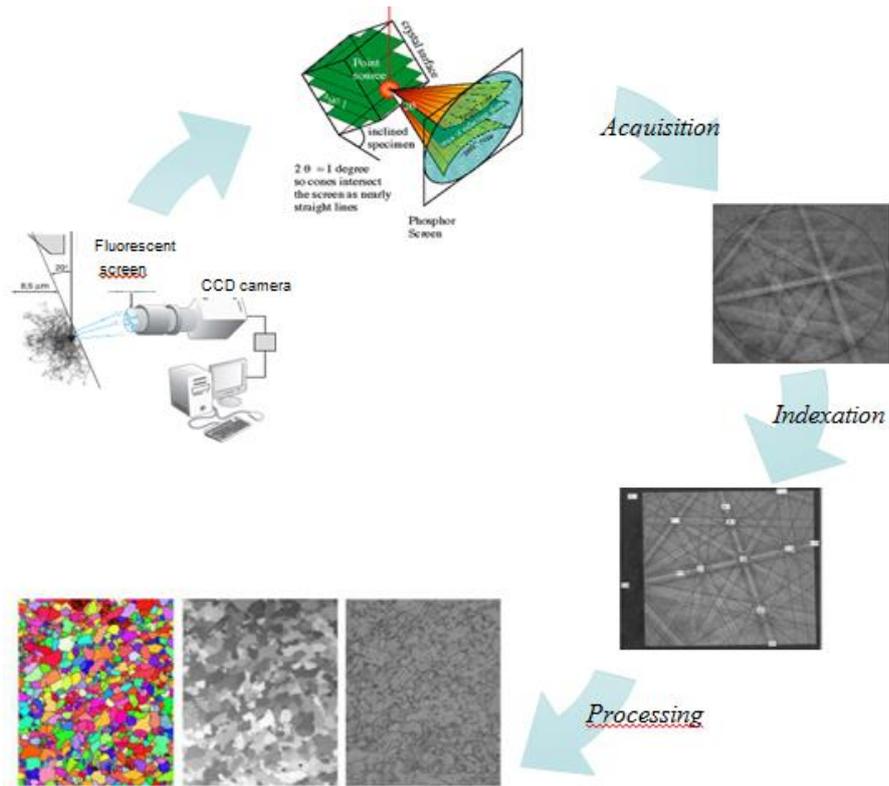
Figure III.17 : Schéma de principe du MEB

Les observations de la microstructure du Ti-5553 sous le MEB se font en électrons secondaires. Les électrons secondaires donnent une information sur le relief des surfaces attaquées. Compte tenu des grossissements nécessaires et de la finesse des lattes à observer, les électrons rétrodiffusés ne donnent pas un contraste suffisant avec un détecteur courant.

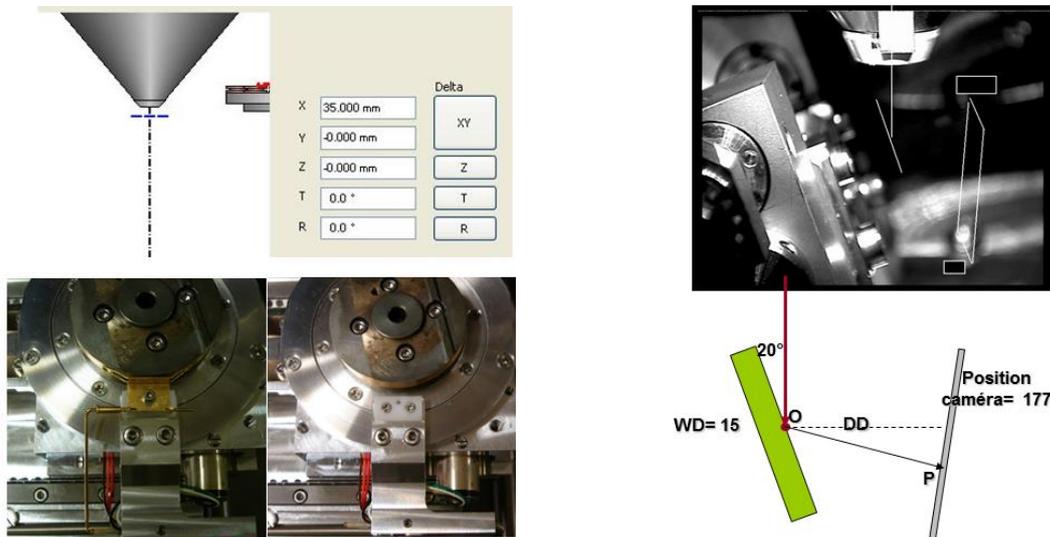
Outre l'importance de bien caractériser qualitativement les différentes morphologies de phase  $\alpha$ , il est nécessaire d'obtenir des données quantitatives à partir des mêmes clichés. La prise d'images à l'aide du MEB sert avant tout au traitement quantitatif, l'essentiel étant donc d'obtenir des images représentatives de la microstructure de l'échantillon, bien contrastées et avec une bonne résolution.

#### III.3.4.4 Technique EBSD

La technique de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) a été utilisée avec un microscope électronique à balayage muni d'un canon à émission de champ (MEB FEG, JEOL6500). Elle permet d'obtenir des informations à la fois sur la microstructure et les orientations cristallographiques (Figure III.18). Cette méthode consiste à envoyer un faisceau incident d'électrons à la surface d'un échantillon incliné. Certains électrons sont alors rétrodiffusés dans une proportion qui dépend de l'angle d'inclinaison de l'échantillon. La condition optimale pour l'EBSD est une inclinaison de  $70^\circ$  de la normale au plan de l'échantillon par rapport au faisceau. Chaque famille de plans atomiques, dans les conditions de Bragg, produit un cône de diffraction très ouvert dont les intersections avec un plan peuvent être assimilées à des droites, appelées pseudolignes de Kikuchi. On obtient ainsi plusieurs bandes correspondant chacune à une famille de plans et constituant le diagramme de diffraction EBSD, recueilli sur un écran au phosphore (Baudin, 2010).



a) Description du principe de L'EBSD



b) Dispositif avec inclinaison de l'échantillon

Figure III.18 : Schéma de principe de l'EBSD

### III.3.4.5 Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) permet d'étudier des structures fines. Elle a été utilisée dans ce travail pour l'observation et la détection de phases non discernables au MEB, notamment certaines phases intermétalliques ou également la phase  $\omega$ . L'intérêt principal de cette technique est de pouvoir combiner une grande résolution avec des informations tirées de l'espace de Fourier (espace réciproque ou espace de diffraction). Le MET utilisé dans le cadre de cette étude est le CM200 de l'EMSE sous une tension d'accélération de 200 kV. La Figure .19 montre le principe de fonctionnement d'un microscope électronique en transmission.

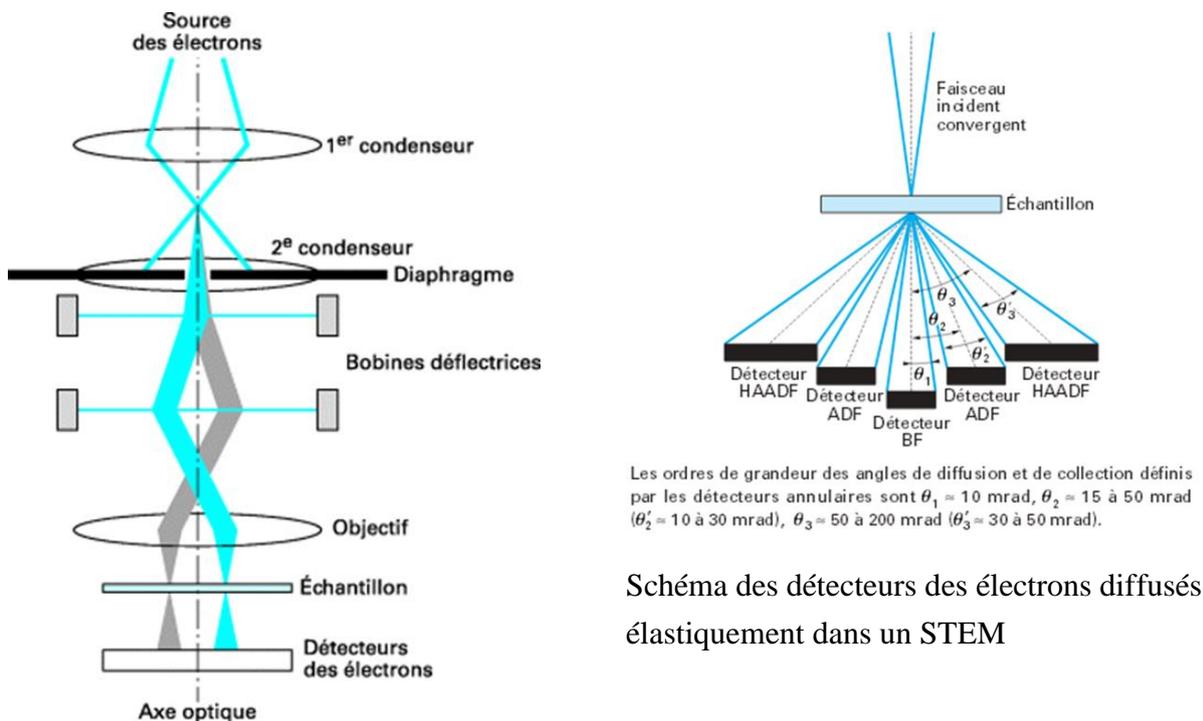


Schéma des détecteurs des électrons diffusés élastiquement dans un STEM

Schéma du principe du MET

Figure III.19 : Schémas de description de la microscopie électronique en transmission (MET)

La préparation des lames minces comprend les étapes suivantes :

- découpage des éprouvettes à l'aide d'une scie à fil qui permet de réaliser des pièces en forme de disques d'environ  $200 \mu\text{m}$  d'épaisseur ;
- polissage mécanique des disques au papier abrasif jusqu'à une épaisseur de l'ordre de  $80 \mu\text{m}$  ;
- amincissement à l'aide d'une machine Tenupol® avec une solution d'attaque composée de 59 % de méthanol, 35 % de butoxyethanol et de 6 % d'acide perchlorique, à une tension de l'ordre de 23 V et à une température de l'ordre de  $0^\circ\text{C}$  à  $10^\circ\text{C}$ .

L'interaction des électrons avec la matière entraîne une distribution non uniforme de l'intensité du faisceau sur la face de sortie de la lame mince. Cependant, cette non-uniformité ne permet pas, en général, d'obtenir une image avec un contraste suffisant. Pour avoir des images exploitables, il faut sélectionner seulement une partie du faisceau d'électrons à l'aide d'un diaphragme. Le contraste est donc créé par les manipulations de l'opérateur (orientation, épaisseur de l'échantillon, centrage de l'appareil, ouverture du faisceau, diaphragmes utilisés...) et dépend du processus opératoire. Pour pouvoir profiter de toutes les possibilités offertes par l'instrument, il faut avoir une bonne connaissance des détails de l'origine des contrastes (Williams et Carter, 1996).

Cependant, la plupart des microscopes en transmission classiques (formation globale de l'image), et récents, sont aussi équipés d'un dispositif de balayage et de détecteurs d'électrons. Dans les deux cas, l'observation ne se fait plus sur un écran comme en MET conventionnel, mais par l'intermédiaire d'ordinateurs qui reconstruisent point par point l'intensité, soit transmise (BF), soit diffractée (DF) du faisceau balayé sur l'échantillon. L'acquisition numérique est propre à cette méthode. L'agrandissement de l'image est donné par le rapport entre la taille de l'écran du moniteur et celle du domaine balayé sur l'objet, tandis que la résolution dépend de la taille de la sonde électronique focalisée (Jouffrey et Karlík, 2008).

#### **III.3.4.6 Analyse d'image**

L'analyse d'image est faite à l'aide d'un logiciel appelé *Analysis*®. Ainsi les images optiques et MEB à différents grossissements ont été caractérisées à l'aide du logiciel. Il permet de traiter les images, puis d'analyser et déterminer la fraction d'une phase de morphologie donnée parmi d'autres, de faire des mesures de taille de grains par la technique des intercepts et diverses autres opérations.

La Figure .20 montre un exemple des différentes étapes réalisées avec le logiciel. Tout d'abord, un seuillage est utilisé et la phase doit être mesurée comme indiqué sur la Figure .20b où les différentes couleurs indiquent les classes de taille des nodules. Les mesures des caractéristiques microstructurales préalablement déterminées sont obtenues dans une feuille de calcul en tant que fichier de sortie du programme. Ainsi une zone représentative de l'éprouvette est choisie et sur une plage de 1 cm<sup>2</sup> plusieurs images sont prises au grossissement (×100) et traitées avec le logiciel, après cette étape, une étude statistique nous permet de déterminer la valeur moyenne de la fraction de nodules.

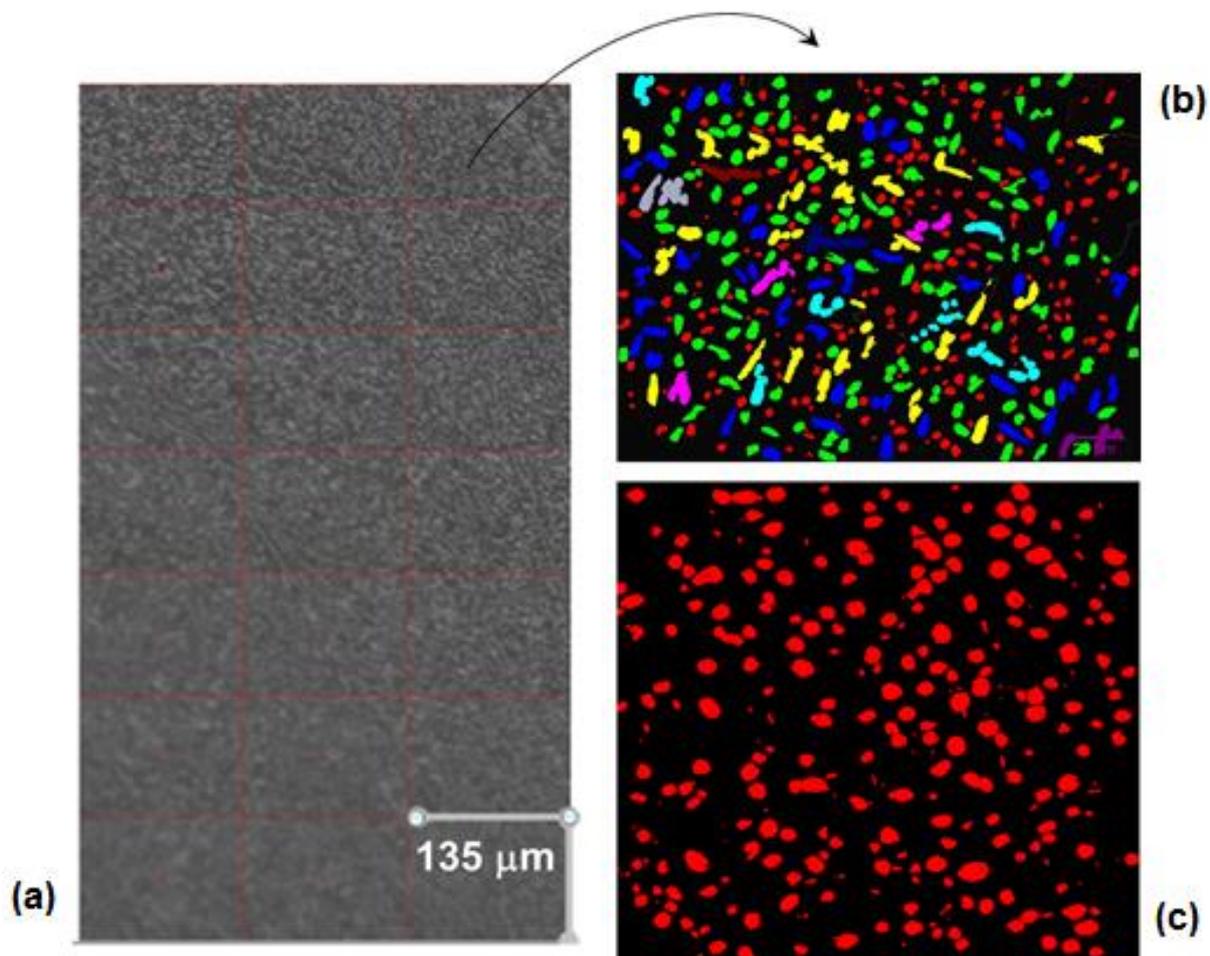


Figure III.20 : Méthode de traitement d'images sur Analysis® (a) prise d'image au grandissement  $\times 100$  (b) seuillage mesure des tailles des particules (c) mesure de la fraction de phase

### III.3.4.7 Diffraction des rayons X

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0,1 et 10 Å. Les rayons X utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'onde voisine de 1 Å, ordre de grandeur des distances interatomiques dans les cristaux métalliques. Quand un faisceau de rayons X est dirigé sur un matériau métallique, une partie du faisceau pénètre dans le matériau. Elle est pour une part transmise (si l'échantillon est suffisamment mince) et, pour l'autre part absorbée. L'autre partie du faisceau est diffusée, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde que le rayonnement incident, dans des directions différentes de celles du faisceau incident. Ce dernier phénomène est à la base de la diffraction des rayons X par les cristaux (Parnière, 1983).

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique très utilisée pour identifier les structures cristallines présentes au sein des échantillons métalliques. À partir du diffractogramme, c'est-à-dire le diagramme de diffraction, il est possible de déterminer outre la nature des phases, les paramètres de maille ou encore la quantité de chacune des phases présentes au sein d'un alliage. Elle permet également de mesurer les contraintes internes et les textures cristallographiques. Le principe de cette technique repose sur la mesure des distances inter-réticulaires relatives aux différentes familles de plans cristallins, en accord avec la relation de Bragg schématisée sur la Figure .21.

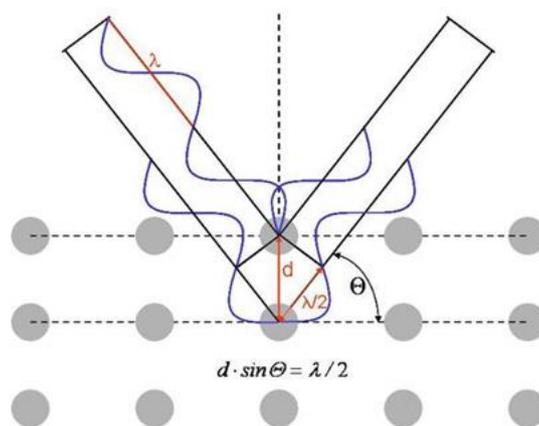


Figure III.21 : Schéma de la loi de Bragg

Dans cette étude, les RX (DRX) ont été beaucoup utilisés pour la caractérisation des états initiaux en termes de texture, mais également de dosage des phases. La Figure III.22 montre le dispositif Dosophatex® dont nous disposons au laboratoire. Ce diffractomètre identifie les phases et mesure les textures. Il fonctionne en géométrie de réflexion avec une source de rayons X fixe. La surface de l'échantillon est placée au point de focus du faisceau émis. La mesure se fait en pratique sur une profondeur typique de 250  $\mu\text{m}$ . Le porte-échantillon et le récepteur tournent autour d'un axe vertical passant par ce point de focus. La rotation de ces deux éléments se fait de manière à ce que l'angle  $\theta$  entre le faisceau incident et l'échantillon soit toujours égal à l'angle entre l'échantillon et le faisceau diffracté. Une deuxième rotation, autour d'un axe horizontal, permet de faire varier l'angle  $\psi$  entre le plan de diffraction et la surface de l'échantillon. Le porte-échantillon peut également tourner d'un angle  $\varphi$  autour de la normale à la surface de l'échantillon.

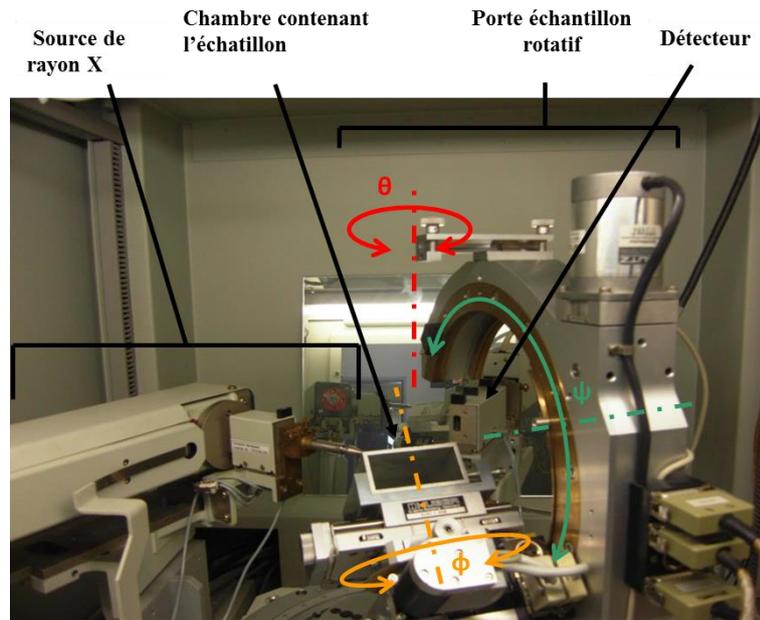


Figure III.22 : Système Dosophatex® de l'ENSME

### III.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté de façon générale les caractéristiques de l'alliage de titane  $\beta$ -métastable Ti-5553 ainsi que les différents moyens techniques utilisés dans le cadre de notre étude. Pour ce faire nous nous sommes basés sur des éléments essentiellement bibliographiques.

On peut retenir de ce chapitre que l'alliage Ti-5553 est élaboré pour des composants aéronautiques (tige coulissante du train d'atterrissage, compas, etc.). Cet alliage semble fort avantageux pour ce type d'application en raison de sa très haute résistance à la traction qui atteint au minimum 1240 MPa à température ambiante après un traitement adapté.

Du point de vue métallurgique, le Ti-5553 se distingue des autres alliages  $\beta$ -métastables par ses cinétiques de transformation lentes, ce qui est un atout majeur pour sa mise en œuvre par les forgerons. Pour une meilleure compréhension des phénomènes métallurgiques et mécaniques associés au forgeage, les états initiaux ont tout d'abord été caractérisés en appliquant diverses techniques complémentaires présentées dans ce chapitre. Les résultats de ces caractérisations sont décrits et analysés dans le chapitre suivant.

**CHAPITRE IV**  
**CARACTÉRISATION**  
**DES ÉTATS INITIAUX ET**  
**DES TRAITEMENTS THERMIQUES**



## CARACTERISATION DES ETATS INITIAUX ET DES TRAITEMENTS THERMIQUES

### IV.1 Introduction

La présente étude s'inscrit dans une dynamique de compréhension du comportement rhéologique de l'alliage Ti-5553 mais a également pour objectif d'analyser les évolutions microstructurales au cours des traitements thermomécaniques. Les éléments bibliographiques présentés dans le chapitre II montrent la forte dépendance des propriétés mécaniques vis-à-vis des microstructures complexes de cet alliage. Il est donc primordial dans le cadre de cette étude de connaître précisément la microstructure des matériaux à l'état de livraison, de même que ses évolutions pendant le traitement thermique initial, ce qui fait l'objet du présent chapitre. Ainsi les méthodes d'analyses décrites dans le chapitre III sont utilisées pour décrire la microstructure  $\beta$  (taille et forme des grains), ainsi que la microstructure  $\alpha$  (fraction de phases, morphologie, taille des grains), la texture cristallographique de chacune des phases.

Sur les états initiaux déjà définis dans la section III.2.2, comprenant deux matériaux de livraison : l'état *billette* issu de la conversion du lingot par une alternance de forgeage en  $\beta$  et  $\alpha + \beta$  ; l'état *pièce forgée* qui résulte du forgeage en  $\alpha + \beta$  de la billette pour s'approcher des cotes souhaitées par l'entreprise et pour obtenir les propriétés mécaniques nécessaires.

Les traitements thermiques dont il est question ici, sont les maintiens en température réalisés avant déformation envisagée pour la suite. En particulier, nous visons, pour simplifier l'étude, d'approcher la répartition des phases de l'équilibre thermodynamique à la température de déformation à réaliser.

La suite du chapitre est subdivisée en cinq sections. La première présente les microstructures des états initiaux. La deuxième s'intéresse aux traitements thermiques réalisés sur ces deux états. La troisième se focalise sur la dissolution de la phase  $\alpha$  pendant ces traitements. La quatrième présente les textures cristallographiques présentes dans les états de réception. Enfin la dernière conclut le chapitre.

### IV.2 Micrographies des états initiaux

Afin de comprendre les microstructures des deux états billette et pièce forgée, nous présentons leurs micrographies obtenues aux microscopes optique et électronique.

### IV.2.1 État « billette »

À partir de la tranche de billette fournie, des échantillons ont été prélevés suivant les directions radiales et axiales et observés au microscope optique et au microscope électronique en balayage (MEB).

L'observation optique montre, une microstructure bimodale avec la présence des deux morphologies lamellaire et nodulaire  $\alpha$ . Des mesures ont été réalisées pour déterminer la taille de grain moyenne  $\beta$  et  $\alpha$ . Les grains  $\beta$  sont très allongés suivant l'axe de la billette et ont en moyenne 1 cm de long et une épaisseur de l'ordre de 450  $\mu\text{m}$  (Figure IV.1). La taille moyenne des nodules  $\alpha$  est de l'ordre de 4  $\mu\text{m}$ .

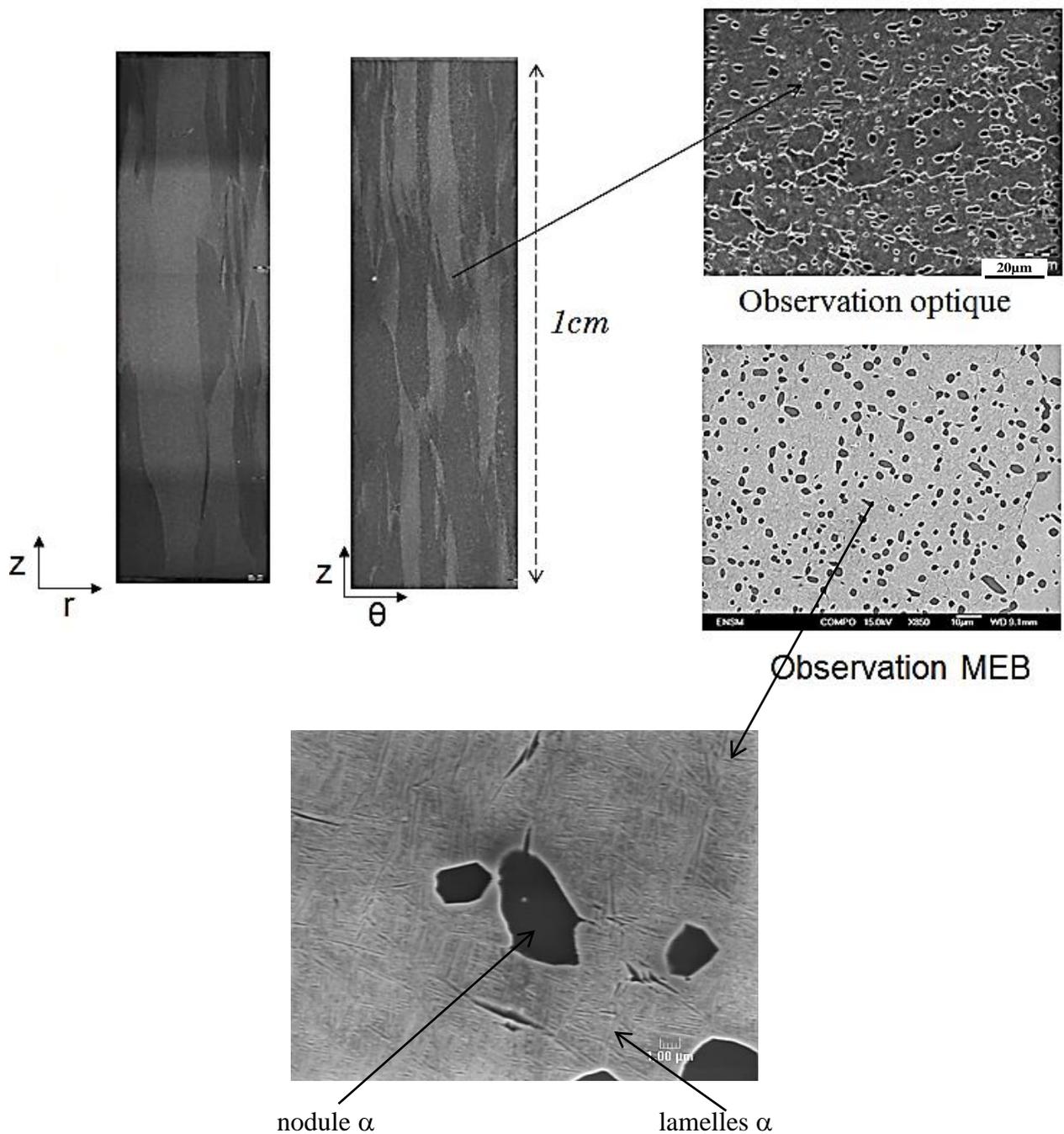
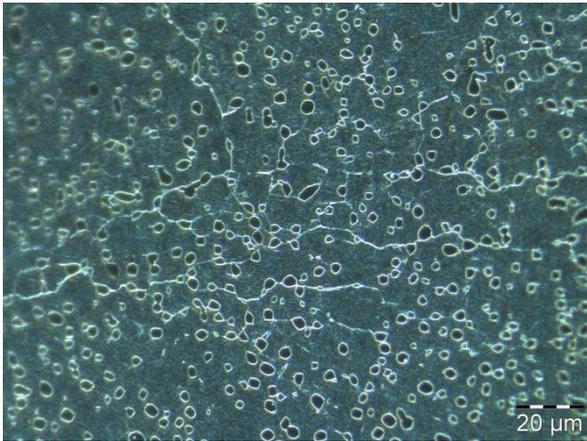


Figure IV.1 : Micrographies optique et MEB en électrons rétrodiffusés de l'état « billette » brut de livraison

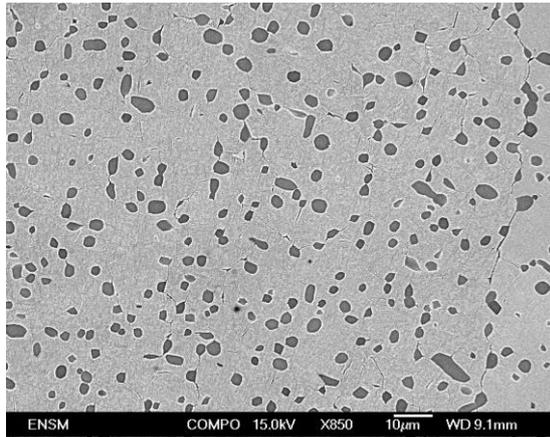
## IV.2.2 État « pièce forgée »

Des études micrographiques ont été effectuées sur la « pièce forgée » par [Riallant, \(2010\)](#) dans le cadre de son Master, études que nous avons complétées durant cette thèse. La Figure IV.2

montre les observations en microscopie optique et à balayage. On constate la présence à la fois de nodules et de lamelles  $\alpha$  dans la matrice  $\beta$ . Une mesure de la taille des ex-grains  $\beta$  et des nodules  $\alpha$  a été réalisée par la méthode des intercepts linéaires. Des valeurs moyennes de l'ordre de  $400 \mu\text{m}$  et de  $5 \mu\text{m}$  sont obtenues respectivement sur les grains  $\beta$  et sur les nodules  $\alpha$ .



Micrographie optique



Micrographie MEB

Figure IV.2 : Micrographie optique et MEB effectuées sur la pièce forgée (Riallant, 2010)

Sur une autre pièce forgée tirée du même lingot, Richardson (2012) a illustré les micrographies du matériau, du pied vers le haut de la tranche, en peau, à mi-rayon et à cœur (Figure IV.3). On remarque une différence de rapport de forme des nodules en peau par rapport au centre. Ceci est probablement dû aux gradients de température et de déformation qui peuvent exister.

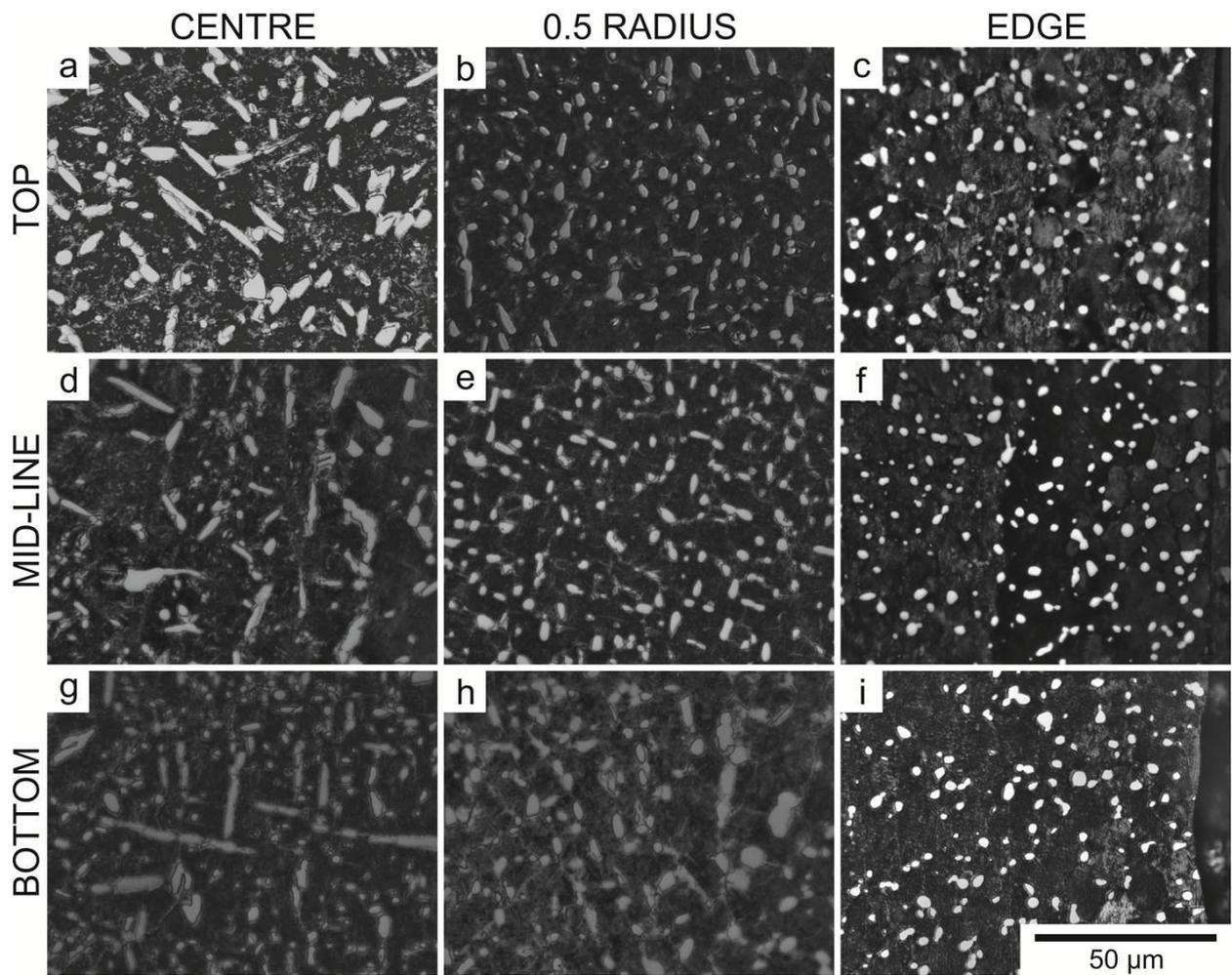


Figure IV.3 : Micrographies optique d'un état « pièce forgée » sur différentes aires de la tranche (Richardson, 2012)

### IV.2.3 Conclusion

De manière globale, les microstructures initiales sont bimodales avec de la phase  $\alpha$  globulaire apparue surtout à la suite du processus de pré-forgeage et de la phase  $\alpha$  aciculaire qui peut apparaître pendant le traitement thermique réalisé avant livraison comme montré sur la Figure IV.3.

Une mesure de la fraction de phase  $\alpha$  sur les matériaux bruts montre des teneurs de 26 % sur la billette et de 21 % sur la pièce forgée.

## IV.3 Traitements thermiques

L'objectif du traitement thermique initial est double. Dans un premier temps, il permet d'étudier l'évolution de la taille des grains  $\beta$  dans les domaines monophasé et biphasé. Dans un second temps, le traitement thermique permet d'appréhender l'évolution des fractions de phase  $\alpha$ , ainsi que les phénomènes d'apparition et de dissolution de phases.

### IV.3.1 Taille des grains $\beta$

Des traitements thermiques ont été réalisés respectivement à 850 °C ( $T_\beta + 10$ ), 900 °C ( $T_\beta + 60$ ) et 950 °C ( $T_\beta + 110$ ) sur l'état « billette » et à 900 °C ( $T_\beta + 60$ ) sur l'état « pièce forgée », pour évaluer l'évolution de la taille des grains  $\beta$  sur les deux états du matériau. Plusieurs durées de recuit ont été appliquées dans les deux états du matériau s'étageant de 0 à 24 h.

Cependant, il est important de signaler que cette étude s'est surtout basée sur l'état « billette ». Ce choix s'explique par le fait que la compréhension des évolutions de microstructure pendant les étapes de conversion du lingot en billette reste un point important et un défi majeur à relever dans ce cadre de l'étude.

Les résultats montrent des évolutions de taille des grains  $\beta$  dans la pièce forgée et dans la billette qui sont similaires, comme le montre la Figure IV.4.

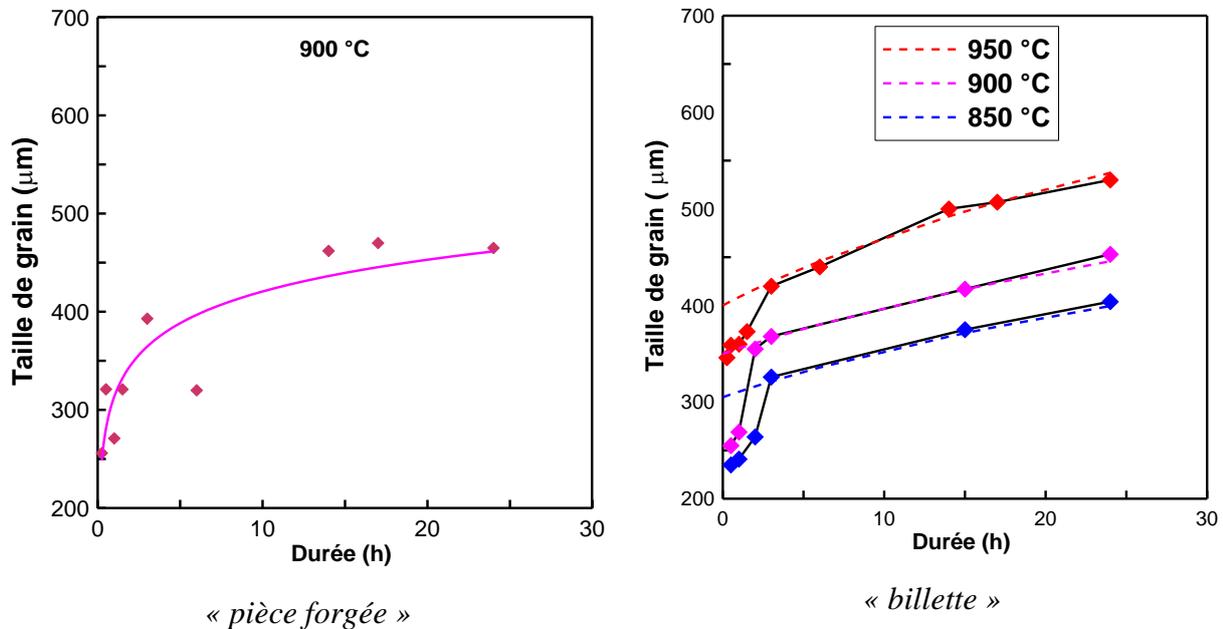


Figure IV.4 : Évolution de la taille des grains  $\beta$  au cours d'un recuit dans le domaine  $\beta$ ; en pointillés le modèle de croissance des grains

Cette évolution suit une loi puissance en régime de croissance de grains.

$$d^n - d_0^n = kt \quad (\text{IV. 1})$$

avec  $n = 3,7$  et  $d_0$  ( $\mu\text{m}$ ) extrapolée, la taille de grain à l'instant  $t = 0$  ; Les différentes valeurs des paramètres  $k$  et  $d_0$  sont données dans le Tableau IV.1.

Tableau IV.1 : Paramètres du modèle d'évolution de taille des grains  $\beta$  sur la billette

Température (°C)	$d_o$ ( $\mu\text{m}$ )	K ( $\mu\text{m}^n \cdot \text{s}^{-1}$ )
950	400	$3,27 \cdot 10^8$
900	350	$1,46 \cdot 10^8$
850	305	$1,04 \cdot 10^8$

### IV.3.2 Fraction de phase $\alpha$

Des traitements thermiques à différents temps de maintien et différentes températures ont été réalisés dans le domaine  $\alpha + \beta$  afin d'étudier les transformations de phases intervenant pendant les maintiens isothermes.

Pour cela, deux températures ont été choisies, soit 810 °C ( $T_\beta - 30$  °C) et 830 °C ( $T_\beta - 10$  °C). Les éprouvettes ont été placées sous atmosphère d'argon afin de limiter, voire éviter, pendant le traitement thermique, la contamination par l'oxygène et l'azote qui sont des éléments alphasènes potentiels. Ainsi, toutes les micrographies sont prises loin de la zone de peau enrichie en O. La Figure .5 montre l'évolution de la fraction de nodules  $\alpha$  pendant des maintiens de 1 h, 3 h, 6 h et 24 h à 810 °C et à 830 °C. La fraction de nodules diminue lorsque la température augmente. L'analyse de ces courbes montre une décroissance de la fraction de phase  $\alpha$  entre 0 et 6 h de maintien. Cependant, au-delà de 6 h de recuit la fraction de phase  $\alpha$  ne varie quasiment plus. Ceci confirme les hypothèses émises par certains auteurs tels que [Jones et al. \(2009\)](#) sur les cinétiques d'évolution lente de cet alliage. Dans le cas présent la fraction d'équilibre est atteinte après environ 6 h de recuit. Ce résultat nous a permis de prendre comme nouvel état de référence, pour la suite du programme d'étude, l'état du matériau après 6 h de recuit pour être au plus proche de l'équilibre avant les opérations de déformation.

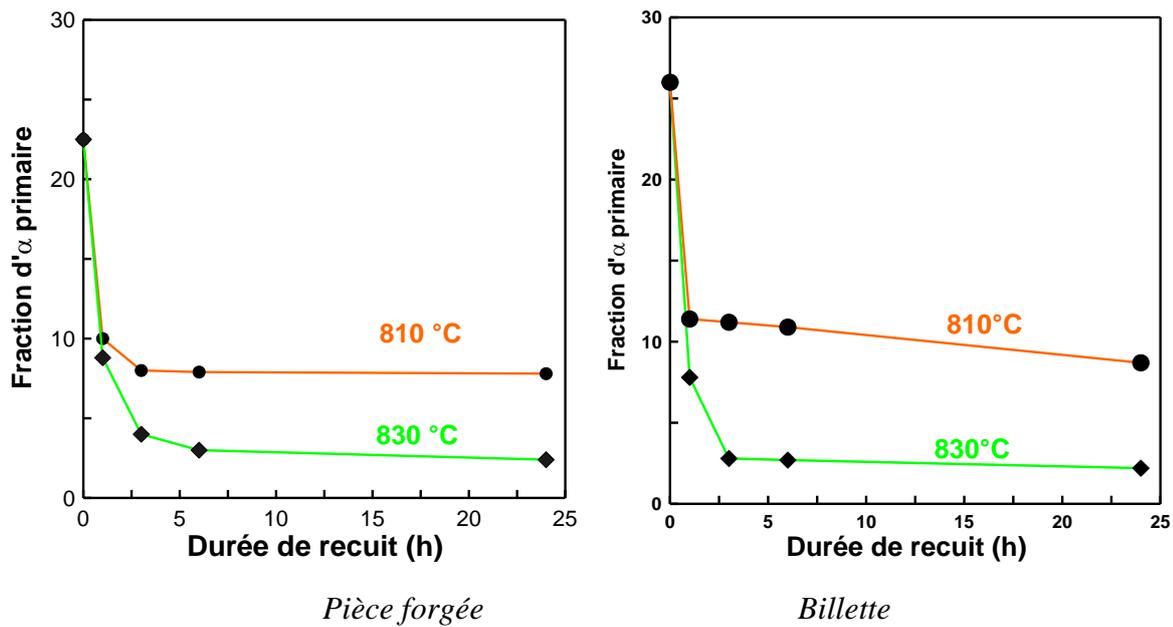
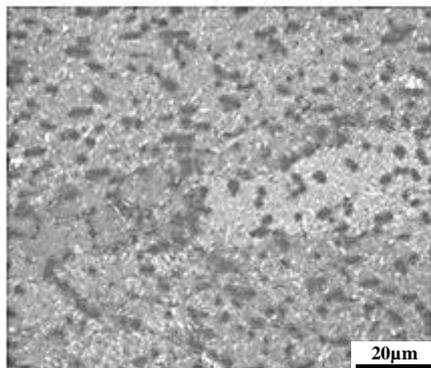


Figure IV.5 : Évolution de la fraction de phase  $\alpha$  nodulaire au cours du recuit sur la « pièce forgée » et sur la « billette »

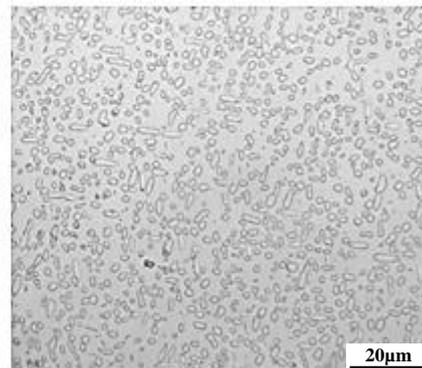
#### IV.4 Dissolution de la phase $\alpha$

Les observations précédentes nous ont poussés à entreprendre une investigation de la dissolution des phases primaires et secondaires, formées à partir du traitement thermomécanique par le vieillissement antérieur effectué sur les matériaux bruts de livraison, lors de recuit dans le domaine  $\beta$ . Pour ce faire, nous nous sommes intéressés au phénomène de dissolution de la phase  $\alpha$  à 850 °C ( $T_{\beta} + 10$ ) et à 900 °C ( $T_{\beta} + 60$ ) sur l'état billette. On remarque que la phase  $\alpha$  est complètement transformée en phase  $\beta$  après 30 min dans le four à 850 °C. Au-dessus de cette température, la dissolution est plus rapide. À 900 °C, on observe un matériau entièrement en phase  $\beta$  après seulement 5 min dans le four. Une croissance anormale de grains  $\beta$  a été observée à des températures élevées lorsque la quantité de phase  $\alpha$  est faible.

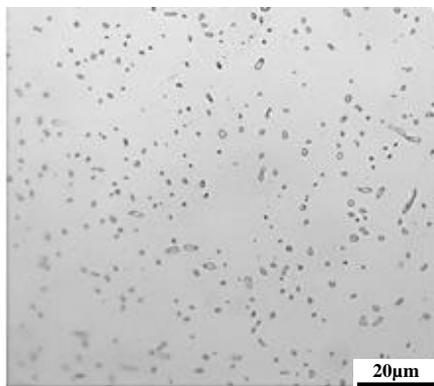
En outre, la dissolution plus ou moins partielle des nodules de phase  $\alpha$  a été étudiée à des températures plus basses et la Figure .6 montre une évolution de leur fraction après un recuit de 6 h à des températures s'étageant de 720 °C à 850 °C. Une diminution de cette fraction, est notée comme attendu avec la température et à 850 °C la microstructure est entièrement  $\beta$ .



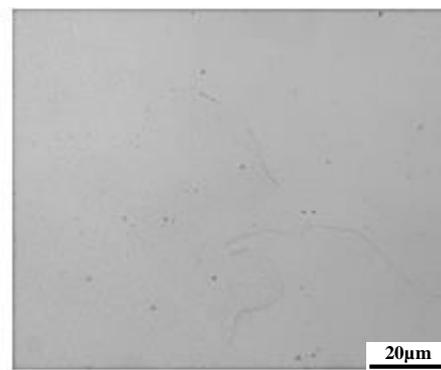
*État de livraison*



*État après 6 h de recuit à 720 °C*



*État après 6 h de recuit à 810 °C*



*État après 6 h de recuit à 850 °C*

Figure IV.6 : Évolution de la fraction de phase  $\alpha$  après recuit de 6 h à différentes températures sur la billette

## IV.5 Texture des états initiaux

Des mesures de texture ont été également effectuées sur les états initiaux « billette » et « pièce forgée ». Pour pouvoir réaliser de telles mesures, l'angle  $\theta$  est fixé, et un balayage est effectué selon les angles  $\Psi$  et  $\varphi$ , ce qui permet de tracer une figure de pôles. Le choix de l'angle  $\theta$  se fait selon le pôle d'observation choisi, la correspondance entre les deux se faisant grâce à la courbe obtenue lors de la mesure de phases. Nous avons mesuré trois figures de pôles pour chacune des deux phases, sur le plan normal à Z de la billette et de la pièce forgée.

Les échantillons analysés font 30 mm sur 35 mm de côté. Ils ont été placés de sorte que les axes  $r$  et  $\theta$  de ceux-ci coïncident respectivement avec l'axe des ordonnées et l'axe des abscisses des figures de pôles.

Une anticathode en cuivre a été utilisée, avec un éclairage sur l'échantillon par des fentes de largeur 1 mm. Les conditions d'éclairage dans le sens vertical correspondent à une hauteur éclairée d'1,9 mm pour  $\Psi = 0$  et de 11,1 mm pour  $\Psi = 80^\circ$ . L'éclairage dans la direction horizontale est donné dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2 : Largeur horizontale éclairée

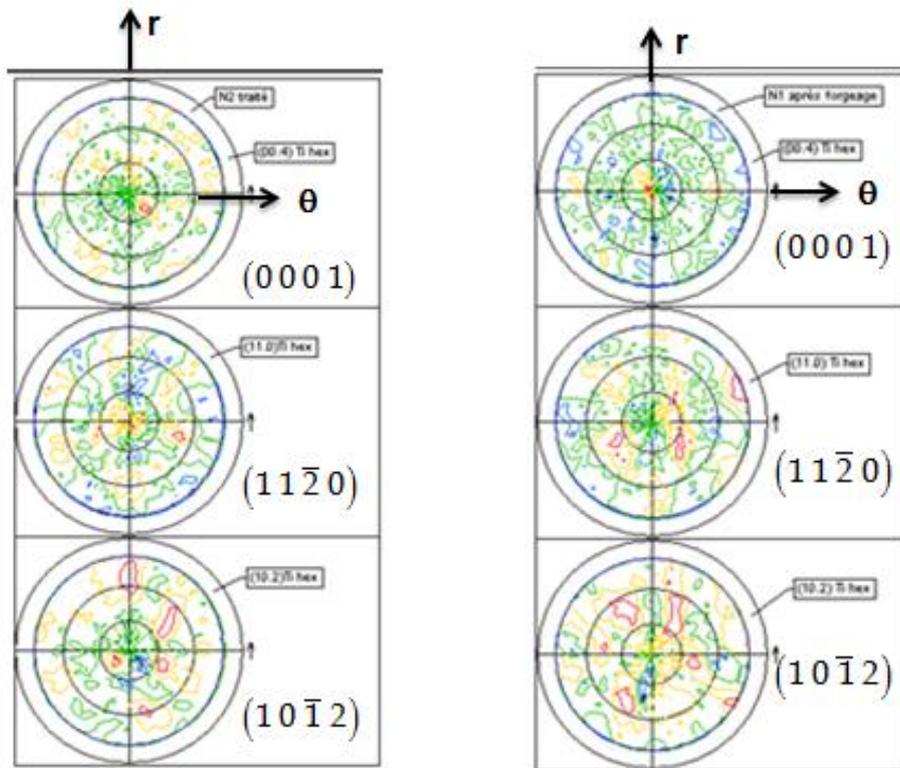
Pic	$2\theta$ (°)	$\Psi = 0$	$\Psi = 80^\circ$ (angle maxi mesuré)
(200) cub	57,37	4 mm	24 mm
(220) cub	85,37	2,8 mm	14,6 mm
(222) cub	112,94	2,3 mm	9,5 mm
(10.2) hex	53,46	4,3 mm	25,8 mm
(11.0) hex	63,60	3,6 mm	21,2 mm
(0004) hex	82,72	2,9 mm	15,2 mm

Comme les grains  $\beta$  sont assez gros comparés à l'aire analysée, leur nombre dans celle-ci est restreint et leur représentativité statistique est discutable. Le système Dosophtex® intègre un degré de liberté de translation, sur 5 mm de débattement, pendant la mesure ce qui permet d'améliorer significativement cette représentativité. Pour des raisons d'indisponibilité technique, cette option n'a malheureusement pas pu être mise à profit dans la présente étude.

Le principe de la mesure de texture par diffraction des rayons X sépare les résultats pour chacune des phases en présence, ici  $\alpha$  et  $\beta$ , et qui sont explicités ci-après pour chacune d'elles.

#### IV.5.1 La phase $\alpha$

Les figures de pôles des plans  $(0001)$ ,  $(11\bar{2}0)$  et  $(10\bar{1}2)$  de la phase hexagonale sont données sur la Figure IV.7 pour la pièce forgée et la billette.



a) billette

b) pièce forgée

Figure IV.7 : Figures de pôles de la phase  $\alpha$  à l'état initial pour la billette et la pièce forgée

Selon le plan  $(0001)$ , on observe un pic assez intense au centre des figure de pôles sur les deux états du matériau, ce qui correspond à une fibre c,  $[0001]$ , d'axe Z.

Suivant les plans  $(11\bar{2}0)$  et  $(10\bar{1}2)$ , on observe vaguement quelques éléments de textures dans la phase  $\alpha$ , mais qui diffèrent sur les deux états du matériau.

De façon générale, l'analyse de ces résultats montre que sur ces deux états (billette et pièce forgée), la texture est faible et bruitée. Ce dernier point s'explique par la faible représentativité des zones observées, en termes de nombre de grains  $\beta$ , du fait de leur taille assez grossière dans les états de livraison. Il convient donc de considérer ces résultats comme seulement indicatif de la texture, et non comme une caractérisation quantitative précise.

#### IV.5.2 La phase $\beta$

Les figures de pôles  $\{200\}$ ,  $\{110\}$  et  $\{222\}$  de la phase cubique sont données sur la Figure IV.8 pour la pièce forgée et la billette.

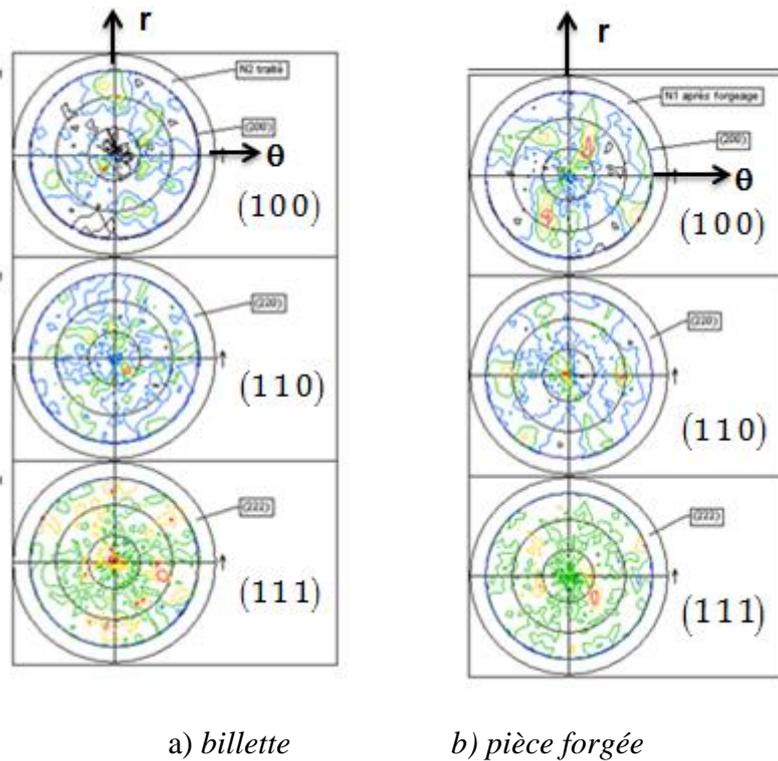


Figure IV.8 : Figures de pôles de la phase  $\beta$  à l'état initial pour la billette et la pièce forgée

L'analyse de ces figures de pôles montre de petites différences sur les positions des pics les plus intenses représentés en rouge sur les figures. Cependant, sur les figures de pôles  $\{110\}$ , on remarque des zones plus intenses proches du centre, sur les deux états du matériau, ce qui permet d'identifier la présence d'une fibre  $\langle 110 \rangle$  d'axe Z dans la texture  $\beta$  des matériaux initiaux.

Cependant, comme pour la phase  $\alpha$ , la comparaison de la texture des deux états initiaux, billette et pièce forgée, n'est pas facile du fait de la taille des grains  $\beta$  qui est relativement grande par rapport à la zone illuminée. De ce fait, seuls quelques grains sont analysés. Toutefois, les résultats montrent des composantes de texture quasi similaires entre la billette et la pièce forgée.

L'analyse des textures par rayons X sur les états initiaux a également montré que les relations d'orientation de Burgers entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  sont vérifiées, ce qui laisse à penser que l'essentiel de la phase  $\alpha$  s'est formée pendant le recuit après déformation. La Figure IV.9 illustre la correspondance des plans entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  sur l'état « billette ».

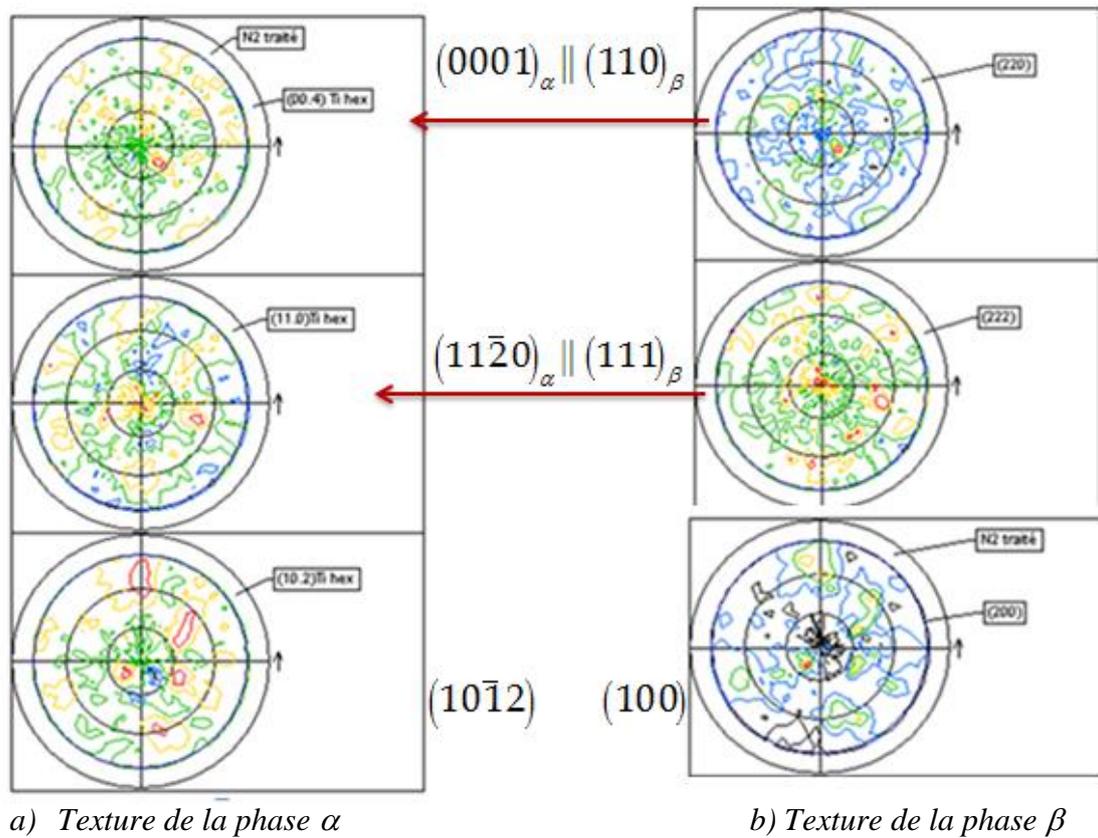


Figure IV.9 : Relations d'orientation de Burgers entre la phase  $\alpha$  a) et la phase  $\beta$  b) de la billette

Sur l'état pièce forgée, un travail similaire est rapporté par [Martin \(2011\)](#) au moyen de mesures EBSD. Comme indiqué sur la Figure IV.10, les relations d'orientation de Burgers sur l'état brut de la pièce forgée sont également vérifiées.

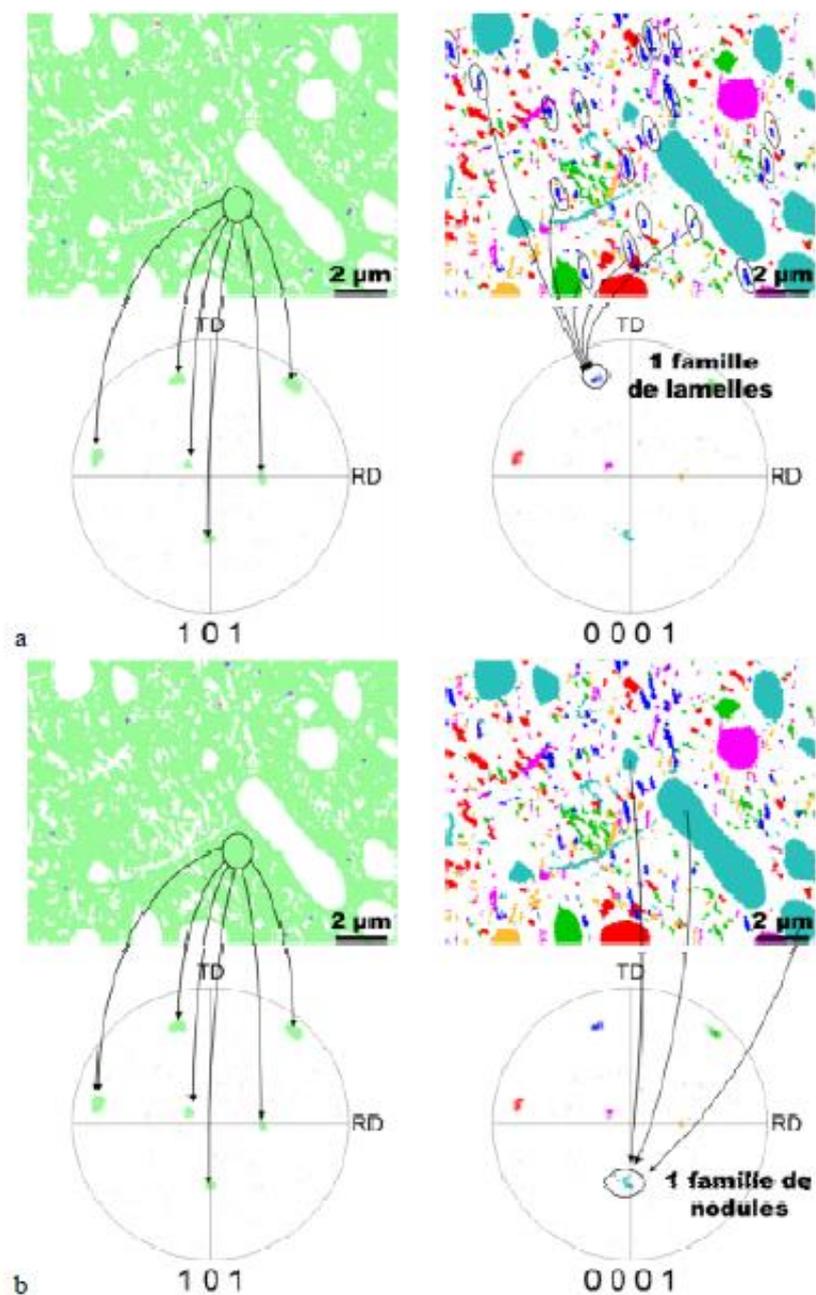


Figure IV.10 : Relations d'orientation entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  de la pièce forgée (Martin, 2011)

## IV.6 Conclusion

La connaissance des états des matériaux de départ était primordiale, avant de commencer la campagne d'expériences. Dans ce chapitre, les études préliminaires ont montré des caractéristiques assez semblables des états de livraison « pièce forgée » et « billeterie ». Ces ressemblances se

situent au niveau des morphologies de la phase  $\alpha$  et des microstructures de départ (bimodales). Certes attendues, ces caractéristiques résultent essentiellement du traitement thermique appliqué par le fournisseur après forgeage et avant les essais de réception qui lui sont prescrits.

Par ailleurs, une analyse plus fine des microstructures, a révélé des différences notables en termes de taille des grains  $\beta$  et des nodules sur la « pièce forgée » et sur la « billette ». La taille de grain moyenne de l'état « billette » est supérieure à celle de la « pièce forgée ». Cependant les évolutions de celles-ci au cours d'un traitement thermique dans le domaine monophasé suivent la même loi du type  $d^n - d_0^n = kt$ .

La fraction de phase  $\alpha$  est voisine de 21 % sur la pièce forgée et de 26 % sur la billette. L'évolution de celle-là au cours des maintiens en température révèle que, pour cet alliage, l'équilibre n'est atteint qu'au bout de 6 h environ. C'est pourquoi le nouvel état de référence a été fixé pour la suite du plan d'expériences à un état après 6 h de recuit à la température de déformation, dans le but d'être quasiment à l'équilibre avant toute opération de mise en forme.



**CHAPITRE V**  
**ÉTUDE ET MODÉLISATION**  
**DE LA RHÉOLOGIE**



## ÉTUDE ET MODELISATION DE LA RHEOLOGIE

### V.1 Introduction

Le chapitre qui suit est dédié à la caractérisation expérimentale et à la modélisation de la rhéologie du Ti-5553 dans les états « billette » et « pièce forgée ». L'évolution de la contrainte d'écoulement du Ti-5553 dans les domaines monophasé et biphasé en fonction de la déformation, de la température, de la vitesse de déformation est discutée.

Ainsi, pour reproduire au mieux le forgeage, des essais de compression uniaxiale ont été effectués sur les deux états initiaux du matériau dans les domaines biphasé  $\alpha+\beta$  et monophasé  $\beta$  à diverses températures et vitesses de déformation, dans le but de développer une connaissance approfondie de la rhéologie.

La suite du chapitre est divisée en trois sections : la première traite de la caractérisation de la rhéologie, la suivante utilise les lois de mélange pour détailler le comportement de chacune des phases avant de conclure par la dernière.

### V.2 Rhéologie de l'alliage Ti-5553

La rhéologie de l'alliage Ti-5553 a été caractérisée en compression à chaud, ce qui a permis de déterminer les paramètres rhéologiques, de quantifier l'anisotropie que présente la billette et d'ajuster des modèles rhéologiques empiriques.

#### V.2.1 Essais de compression à chaud sur éprouvettes cylindriques

##### V.2.1.1 Choix du cycle thermomécanique

Nous avons indiqué dans le chapitre III que le cycle thermomécanique des gammes industrielles de forgeage du Ti-5553 pendant l'étape de conversion est complexe. L'alliage subit un cycle thermomécanique particulier avec des déformations dans le domaine monophasé  $\beta$  suivies de déformations dans le domaine biphasé (cf. Figure III.8). Chaque étape du cycle thermomécanique joue un rôle important au niveau de la microstructure. Des auteurs comme [Weiss et Semiatin \(1998\)](#), ou encore [Wang et al \(2010\)](#) ont montré que la déformation dans le domaine  $\beta$  permet de raffiner la taille de grain  $\beta$ , mais également de précipiter de la phase  $\alpha_{GB}$  et  $\alpha_{WGB}$ . En outre l'effet de la déformation dans le domaine biphasé est de morceler la phase  $\alpha_{GB}$  pour ainsi obtenir une microstructure équiaxe ou bimodale.

Comme l'alliage Ti-5553 possède des cinétiques très lentes de dissolution et de précipitation, un état de référence a été défini dans le chapitre précédent comme étant l'état du matériau après 6 h de recuit à la température de déformation.

Nous avons ainsi choisi le cycle thermomécanique de la Figure V.1 dans le but d'approcher au mieux l'équilibre thermodynamique avant toute opération de déformation. Après le maintien de 6 h à la température de déformation suivi d'une trempe à l'eau pour figer la structure, une montée en température est effectuée, dans la machine de compression, avec des rampes successives assez rapides pour éviter de précipiter des phases lors du chauffage. Ce schéma a été appliqué à toutes les éprouvettes, sauf aux échantillons déformés à la presse industrielle sur lesquels nous reviendrons plus en détail dans la section suivante.

Les études microstructurales effectuées avant et après les essais de compression seront abordées dans le chapitre VII et en Annexe VIII.3.

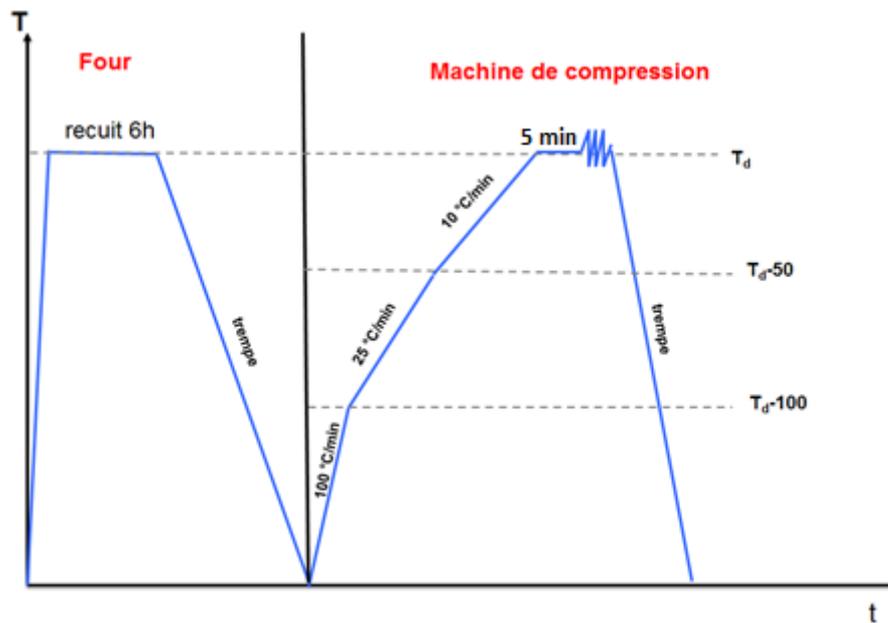


Figure V.1 : Cycle thermomécanique des échantillons de compression,  $T_d$  est la température de déformation

### V.2.1.2 Plan d'expériences

Les Tableaux V.1 et V.2 regroupent les essais de compression uniaxiale réalisés respectivement sur les deux états du matériau étudié. La gamme de température explorée s'étage de 720 °C à 990 °C sur la billette et de 720 °C à 1100 °C sur la pièce forgée. Cependant plusieurs essais ont été doublés, voire triplés à certaines températures, dans le but de vérifier d'une part la reproductibilité de l'essai, et d'autre part de rassembler plus de données expérimentales pour affiner l'étude.

Tableau V.1 : Essais de compression uniaxiale réalisés sur la billette

Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )  Température (°C)		Billette (nombre d'essais)			
		0,001	0,01	0,1	1
990	T <sub>β</sub> + 150	2	2	2	2
900	T <sub>β</sub> + 60	2	2	2	2
850	T <sub>β</sub> + 10	2	2	2	2
830	T <sub>β</sub> - 10	2	3	3	2
810	T <sub>β</sub> - 30	2	3	3	2
780	T <sub>β</sub> - 60	2	2	2	2
720	T <sub>β</sub> - 120	2	2	2	2

Tableau V.2 : Essais de compression uniaxiale réalisés sur la pièce forgée

Pièce forgée (nombre d'essais)				
Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )  Température (°C)		0,01	0,1	1
		1100	T <sub>β</sub> + 260	
990	T <sub>β</sub> + 150	1	1	1
900	T <sub>β</sub> + 60	1	1	1
830	T <sub>β</sub> - 10	2	2	2
810	T <sub>β</sub> - 30	2	2	2
780	T <sub>β</sub> - 60	2	2	2
720	T <sub>β</sub> - 120	2	2	2

### V.2.1.3 Courbes contrainte - déformation

La Figure V.2 présente les courbes contrainte – déformation de l’alliage Ti-5553 obtenues à différentes températures et pour quatre vitesses de déformation (0,001 s<sup>-1</sup> ; 0,01 s<sup>-1</sup> ; 0,1 s<sup>-1</sup> ; 1 s<sup>-1</sup>) dans les domaines α + β et β sur la billette. Les résultats obtenus sur la « pièce forgée » sont présentés en Annexe 1. Les contraintes sont corrigées de l’effet du frottement avec le même coefficient de frottement de 0,05 (cf. Figure III.13).

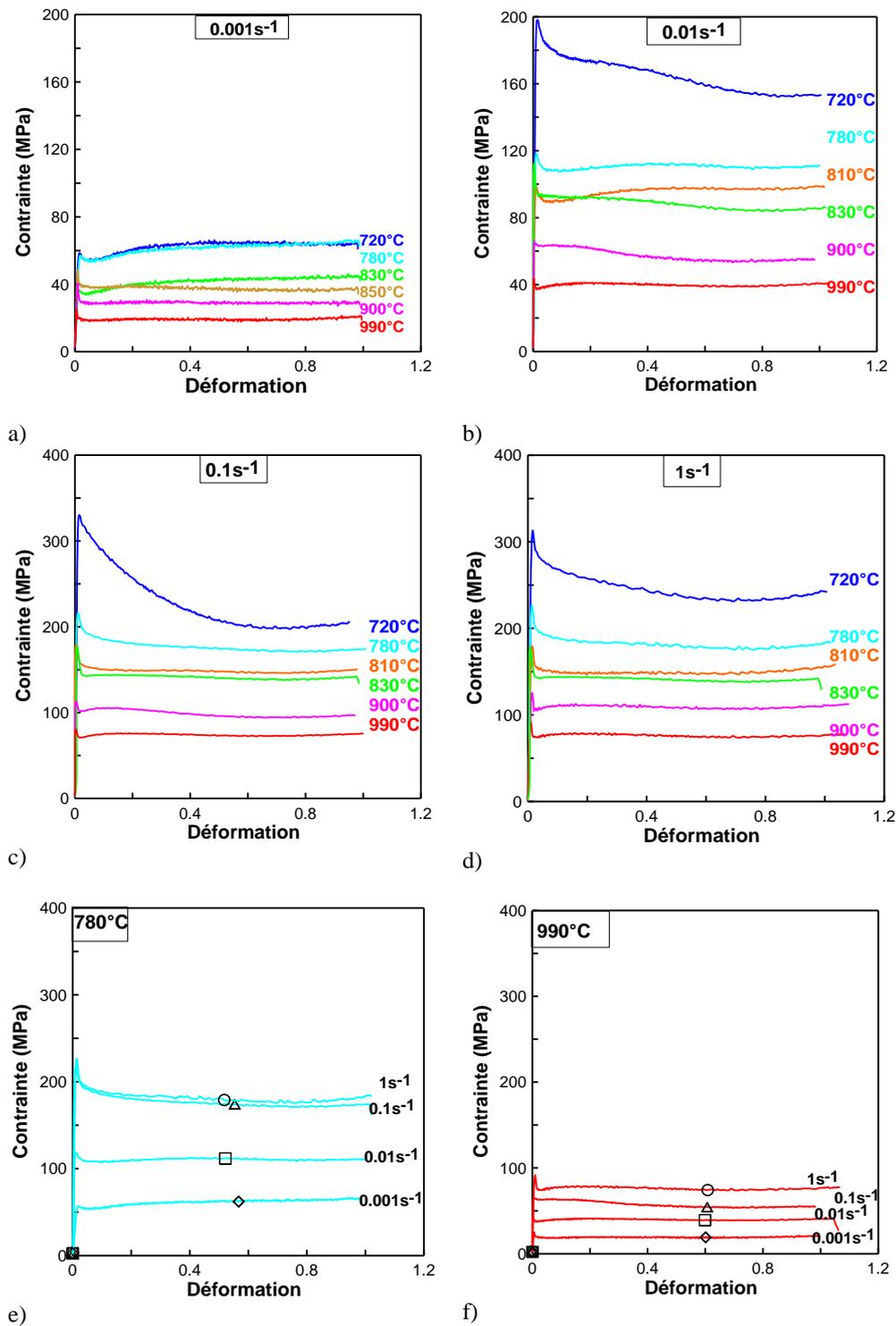


Figure V.2 : Courbes contrainte – déformation en compression uniaxiale sur le matériau billette

L'analyse de ces courbes contrainte – déformation montre au début du chargement,  $\varepsilon < 0,05$ , un pic très prononcé, que cela soit dans le domaine biphasé ou monophasé (cf. Figure V.2). Cet

aspect semble être caractéristique de l'alliage Ti-5553, car les alliages de titane présentent habituellement des pics différents dans les domaines  $\alpha+\beta$  et  $\beta$ . Pallot (2012) a trouvé des pics semblables sur le Ti-17 dans le domaine  $\beta$ . Cependant, sur ce dernier alliage, dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), Semblanet (2014) a remarqué des formes de pics très différentes de celles obtenues par Pallot dans le domaine  $\beta$ . D'autres auteurs, comme Dajno (1991) et Audredrie (1993), ont noté les mêmes formes de pics à la mise en charge, respectivement sur les alliages TA6V,  $\beta$ -Cez et sur le TA5E. Ces pics de contrainte pourraient être attribués à l'ancrage des dislocations par les atomes de soluté en solution solide d'insertion tels que l'oxygène ou l'azote. Il est difficile de corrélérer l'amplitude de ces pics avec la vitesse de déformation dans le cas du Ti-5553, néanmoins elle semble augmenter avec cette dernière.

Sur des micrographies réalisées en extrême peau, c'est-à-dire à quelques micromètres de la surface, et en cœur de quelques échantillons, des mesures de la fraction de phase  $\alpha$  ont montré des quantités très différentes. Pour évaluer cette différence, due probablement à la prise d'oxygène, des mesures du taux d'oxygène ont été effectuées. Les résultats ont montré que celui-ci diffuse rapidement en peau, mais que la quantité reste stable à cœur de nos échantillons.

L'analyse précédente montre également un fort adoucissement pour les essais à 720 °C, sauf à la vitesse de déformation la plus faible, avant le régime quasistationnaire dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante. Cette observation est répétable sur les deux états du matériau. Elle pourrait s'expliquer, mais seulement en partie, par l'autoéchauffement intervenant pendant les essais de compression, qui est non négligeable dans les conditions d'étude. Une mesure de l'autoéchauffement a été réalisée sur les éprouvettes déformées à 830 °C aux vitesses de 0,1 et 0,01 s<sup>-1</sup> (Figure V.3), à l'aide d'un thermocouple placé à 1 mm de la surface de l'éprouvette permettant ainsi de mesurer les variations de température pendant l'essai de compression

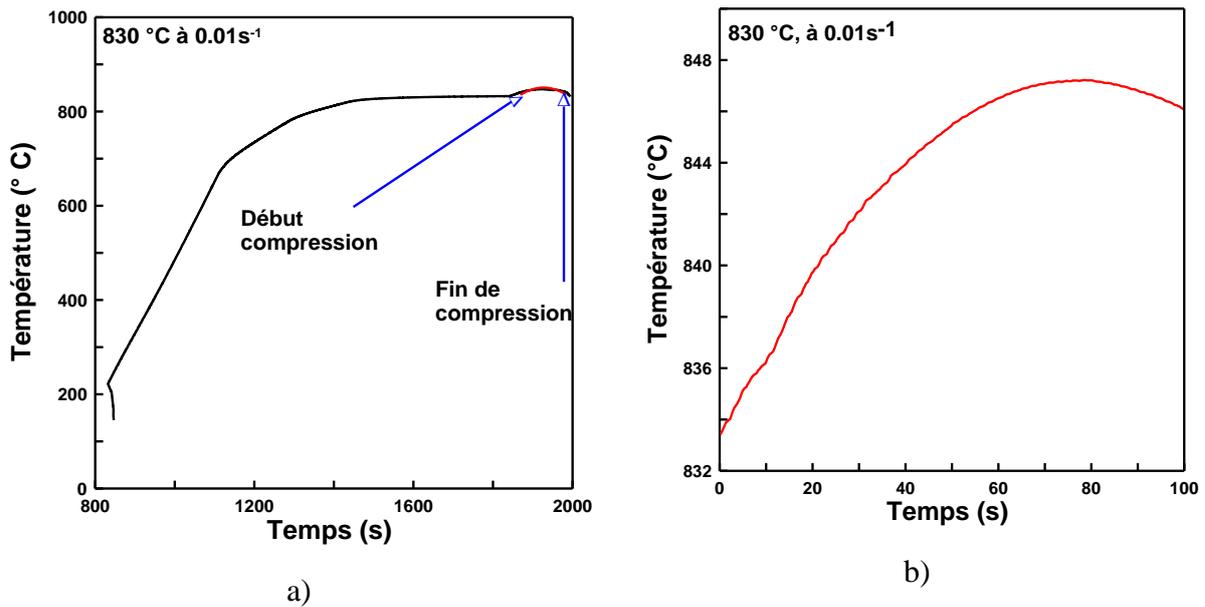


Figure V.3 : Enregistrement de la température de l'échantillon dans le four à 830 °C pendant la déformation à 0,01 s<sup>-1</sup> a) pendant le chauffage et la déformation, b) pendant la déformation uniquement

Une évaluation simple de l'autoéchauffement  $\Delta\theta$  est possible par l'équation V.1, moyennant quelques hypothèses : conditions adiabatiques, c'est-à-dire qu'il n'y pas d'échange thermique entre l'échantillon et le milieu environnant, et dissipation totale de l'énergie mécanique apportée sous forme de chaleur qui ne diffuse pas,

$$W = \int_0^\varepsilon \sigma(\varepsilon) d\varepsilon = \rho C \Delta\theta, \quad (\text{V.1})$$

soit,

$$\Delta\theta = \frac{W}{\rho C} \quad (\text{V.2})$$

avec  $W$ , le travail plastique,  $\rho$  la masse volumique,  $C$  la chaleur spécifique,  $\theta$  la température. Les valeurs prises pour  $\rho$  et  $C$  sont respectivement 4 500 kg·m<sup>-3</sup> et 520 J·kg<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Il en résulte un auto-échauffement qui peut entraîner une diminution de la contrainte d'écoulement. C'est ainsi que les valeurs estimées à 780 °C aux vitesses de 0,01 et 0,1 s<sup>-1</sup> sont voisines respectivement de 17 °C et de 28 °C, et de 20 à 30 °C à 830 °C aux mêmes vitesses (Tableau V.3). Cependant les contraintes mesurées ne sont pas corrigées de l'effet d'adoucissement par l'autoéchauffement.

Tableau V.3 : Valeurs estimées de  $\Delta\theta$  à 780 °C et à 830 °C

$\Delta\theta$	780 °C	830 °C
0,01 s <sup>-1</sup>	47 °C	38 °C
0,1 s <sup>-1</sup>	77 °C	60 °C

Les contraintes d'écoulement expérimentales dans la partie stationnaire des courbes sont déterminées en prenant la valeur médiane sur l'intervalle de déformation de 0,4 à 0,8 et les contraintes de pic initial sont lues directement sur les courbes. Ceci nous a permis de tracer comme indiqué sur la Figure V.4 l'évolution de la contrainte de pic et de la contrainte stationnaire en fonction de la température. Les valeurs représentées sont les moyennes sur le nombre d'essais réalisés.

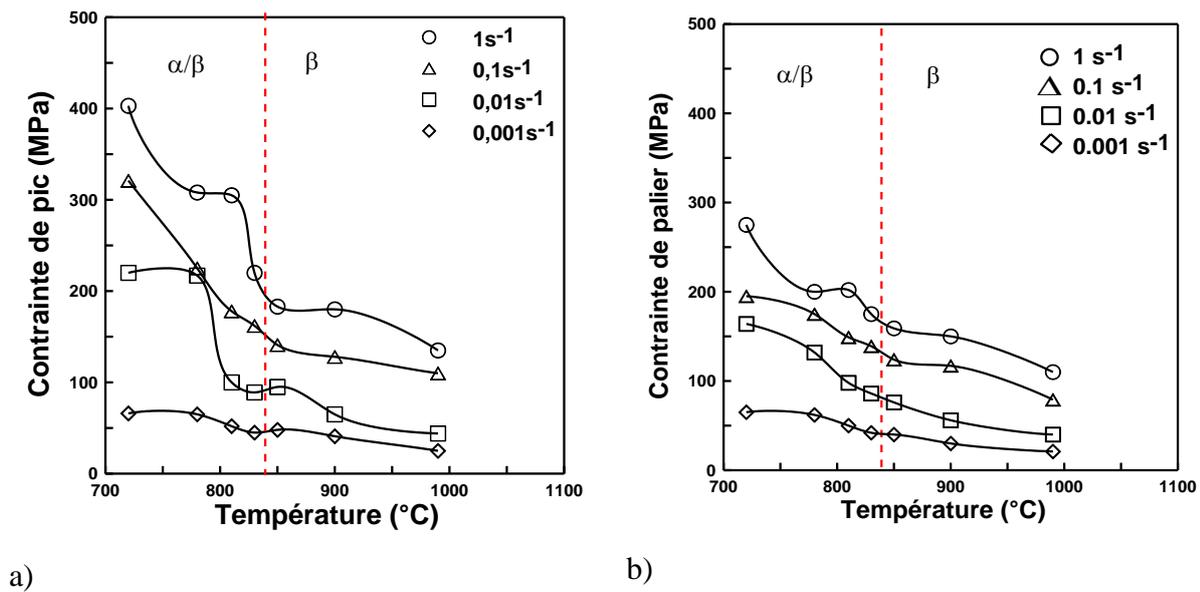


Figure V.4 : Courbes d'évolution des contraintes de pic a) et des contraintes de palier b) avec la température

L'analyse de ces courbes montre une décroissance des contraintes de pic et des contraintes de palier avec l'augmentation de la température. La corrélation des contraintes de pic et de palier avec la vitesse de déformation reste difficile car la vitesse de déformation réelle au pic dépend de la régulation de la machine. Cependant, une augmentation des contraintes avec la vitesse de déformation apparaît clairement (cf. Figure V.4). Il est important de signaler que ces résultats concernent uniquement l'état « billette ». Le même travail avait été effectué sur l'état « pièce forgée » par Riallant (2010) et est présenté en Annexe VIII.1. Cependant la comparaison des évolutions des

contraintes avec la température sur la billette et sur la pièce forgée (Figure V.5) ne montre pas de différence significative.

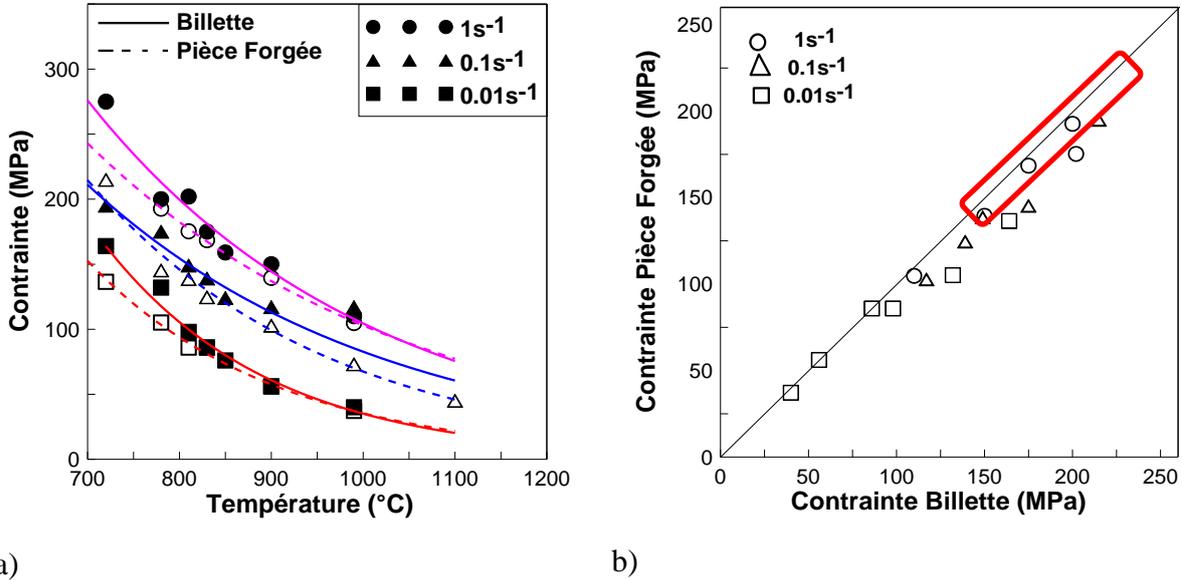


Figure V.5 : Comparaison des contraintes de palier sur la billette et la pièce forgée a) évolution avec la température, b) comparaison des contraintes ; dans le rectangle rouge, on a les contraintes à la plus basse température (720 °C)

Néanmoins, les contraintes d'écoulement de la billette représentées en traits continus sont légèrement supérieures à celles relatives à la pièce forgée représentées en traits discontinus ; cet écart est plus grand aux basses températures (domaine biphasé). Cependant, il est difficile de le quantifier car il varie avec la vitesse de déformation, comme le montrent le graphe de la Sous-Figure V.5a. L'origine de ce faible écart ne vient pas de la fraction de phase  $\alpha$  qui est la même dans les deux cas après 6 h de recuit. Il pourrait provenir cependant des microstructures des états initiaux, qui sont différentes en termes de taille de grain, mais également d'autres facteurs tels que la forme, l'orientation des grains et la texture des états initiaux.

Le fait d'avoir des contraintes moyennes à chaud sur la billette légèrement supérieures à celles relatives à la pièce forgée n'est cependant pas contradictoire avec le fait d'avoir le classement inverse à l'ambiante, à savoir que les contraintes sur la pièce forgée sont plus grandes que celles obtenues sur la billette. En effet, le traitement thermique final réalisé sur la pièce forgée permet de précipiter de la phase  $\alpha$  secondaire et d'obtenir une microstructure bimodale à l'ambiante, ce qui augmente la contrainte d'écoulement.

## V.2.2 Détermination des paramètres rhéologiques

Les valeurs moyennes, dans l'intervalle de vitesse étudié, des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  (Équation III-6) et de l'énergie d'activation  $Q$  (Équation III.7) ont été déterminées dans les domaines biphasé  $\alpha + \beta$  et monophasé  $\beta$ , à l'aide des Figures V.6 et V.7.

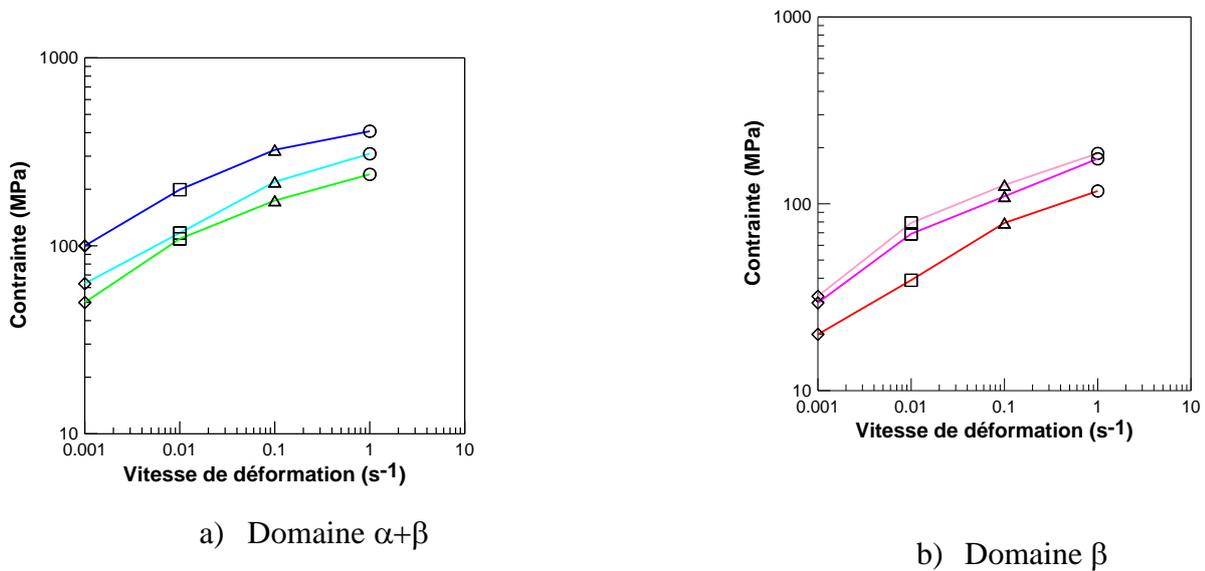
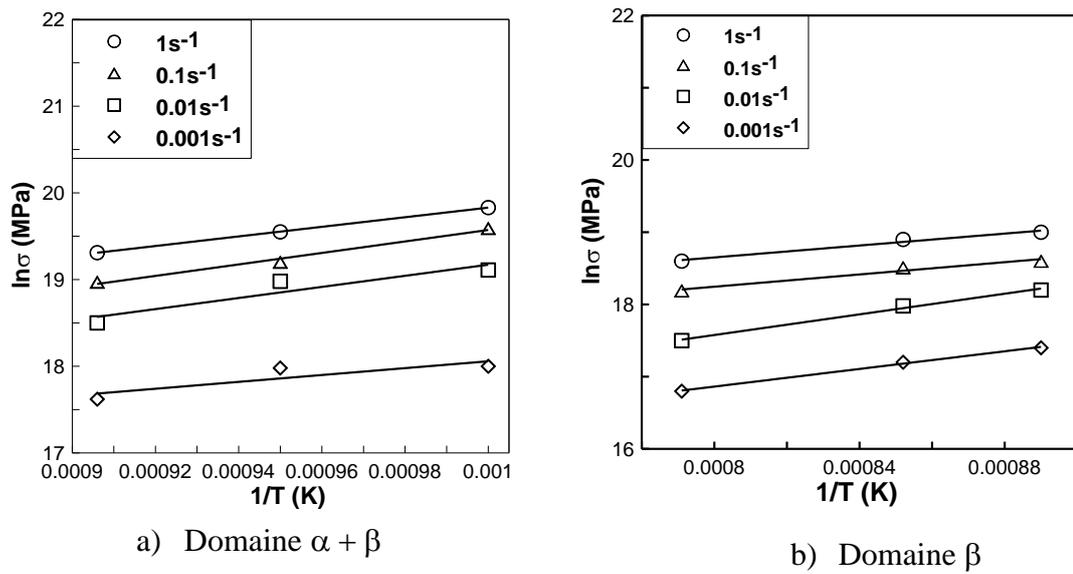


Figure V.6 : Contraintes quasistationnaires en fonction de la vitesse de déformation dans les domaines  $\alpha + \beta$  a) et  $\beta$  b) en échelle logarithmique


 Figure V.7 : Courbes  $\ln \sigma = f(1/T)$  dans les domaines  $\alpha + \beta$  a) et  $\beta$  b)

Les résultats sont donnés dans les Tableaux V.4 et V.5. Il en résulte que les valeurs moyennes de  $m$  sont de 0,22 et de 0,25, respectivement dans les domaines biphasé et monophasé ; les valeurs de  $Q_{\text{moyen}}$  déterminées sont, respectivement dans les domaines biphasé et monophasé, de l'ordre de  $257 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  et  $190 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

 Tableau V.4 : Valeurs de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  dans les domaines  $\alpha + \beta$  et  $\beta$ 

	Température (°C)	Sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ )
Domaine biphasé $\alpha + \beta$	720	0,20
	780	0,23
	830	0,22
	Moyenne	$0,225 \pm 0,06$
Domaine monophasé $\beta$	850	0,25
	900	0,25
	990	0,26
	Moyenne	$0,253 \pm 0,01$

Tableau V.5 : Valeurs de l'énergie d'activation apparente  $Q$  dans les domaines  $\alpha + \beta$  et  $\beta$

	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	Énergie d'activation ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
Domaine biphasé $\alpha + \beta$	0,001	280
	0,01	273
	0,1	258
	1	219
	Moyenne	$257 \pm 31$
Domaine monophasé $\beta$	0,001	238
	0,01	241
	0,1	142
	1	137
	Moyenne	$190 \pm 91$

Les valeurs ainsi déterminées de l'énergie apparente d'activation sont supérieures à celle de l'énergie d'autodiffusion du titane pur qui est de l'ordre de 135 à 153  $kJ \cdot mol^{-1}$  (Nakajima et Koiwa, 1991), et sont proches de celle obtenue par Warchomicka *et al.* (2011) sur une variante de Ti-5553 contenant 1 % de zirconium.

La Figure V.8 reporte les variations constatées de la sensibilité à la vitesse avec la température et celles de l'énergie d'activation avec la vitesse de déformation.

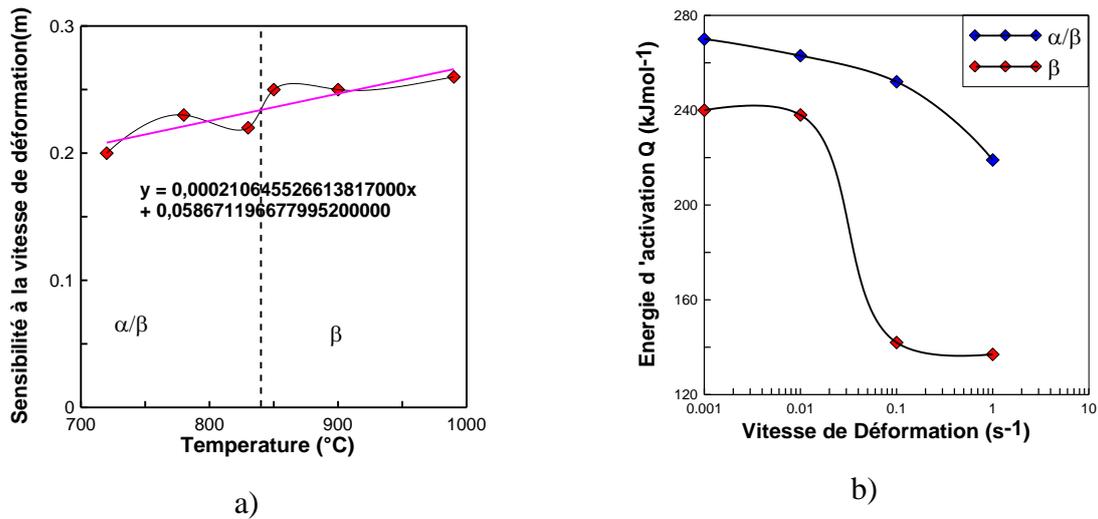


Figure V.8 : a) Évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  avec la température b) Évolution de l'énergie d'activation apparente  $Q$  avec la vitesse de déformation

L'analyse des courbes de la Figure V.8 montre une légère augmentation de la sensibilité à la vitesse de déformation avec la température. En outre, l'énergie d'activation apparente diminue lorsque la vitesse de déformation augmente. L'augmentation de  $m$  avec la température est un résultat classique. Elle est remarquée par plusieurs auteurs tels que (Semiatin *et al.*, 1999) sur le TA6V, Semblanet (2014) sur le Ti-17. Lorsque  $m = 1$ , on a un liquide newtonien, c'est-à-dire que le matériau est un fluide idéal ; et pour  $m = 0$ , le matériau est insensible à la vitesse. La variation de  $Q$  est très dépendante du volume d'activation qui est défini par le produit de l'aire d'activation et du vecteur de Burgers. L'aire d'activation représente l'aire moyenne balayée par les dislocations pendant le franchissement d'un obstacle. Ainsi lorsque la contrainte d'écoulement augmente, l'énergie d'activation diminue (équation V.3).

$$Q = Q_0 - \sigma bA \quad (\text{V.3})$$

Dans les deux régions  $\alpha + \beta$  et  $\beta$ , une diminution de  $Q$  est remarquée quand la vitesse de déformation augmente, en effet cette dernière se traduit par une augmentation de la contrainte. Les plus grandes valeurs de  $Q$  sont obtenues dans le domaine biphasé car cette valeur reflète, non seulement, l'adoucissement de chacune des phases quand la température augmente, mais aussi celui qui est induit par l'augmentation de la fraction de  $\beta$  qui est plus molle que  $\alpha$  dans ce régime de température (Montheillet, 2009).

Les valeurs des paramètres  $m$  et  $Q$  ont été déterminées également sur l'état « pièce forgée » et les résultats sont quasi similaires sur les deux états du matériau (cf. Annexe VIII.1.2). Ces résultats étaient attendus puisque les contraintes n'étaient pas significativement différentes sur les deux états du matériau (cf. Figure V.5).

### V.2.3 Étude de l'anisotropie de la billette

L'anisotropie du matériau a été évaluée à l'aide d'essais de compression uniaxiale effectués suivant deux directions différentes. Ainsi nous avons réalisé des essais complémentaires (en sus des essais dans la direction axiale) sur des éprouvettes dont l'axe correspond à la direction radiale de la billette. Ces éprouvettes ont été préchauffées pendant 6 h à la température de déformation, puis trempées instantanément après déformation, comme pour les essais de compression réalisés dans la direction axiale. Les températures étudiées sont 720, 780, 810, 830, 850 °C aussi bien pour les vitesses de déformation de 0,1 que de 0,01 s<sup>-1</sup>.

#### V.2.3.1 Compression dans la direction radiale

Les courbes contrainte – déformation pour les compressions radiales sont présentées sur la Figure V.9.

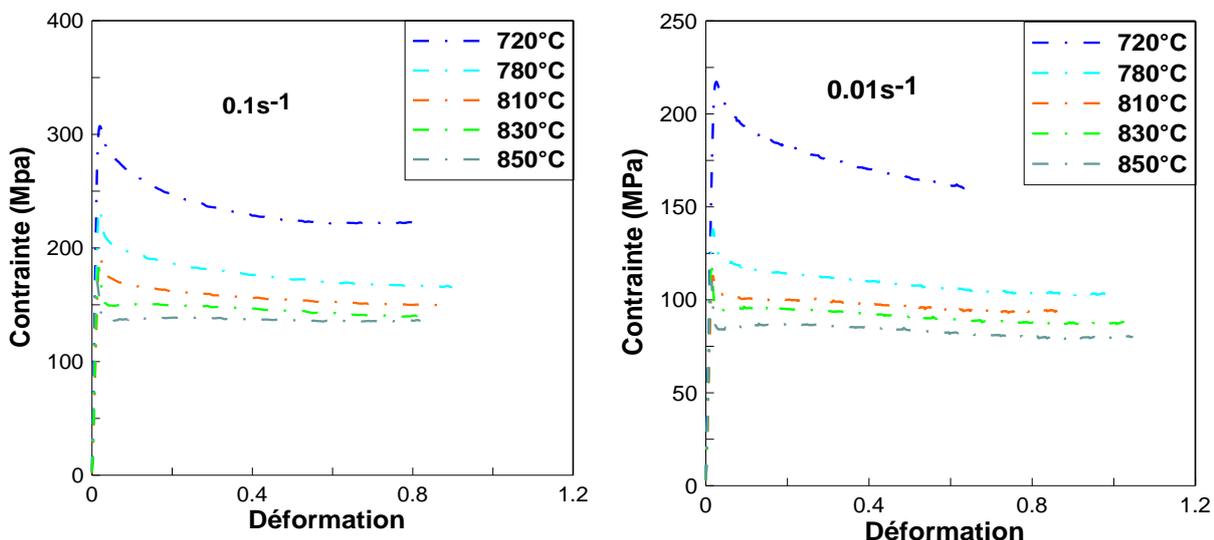


Figure V.9 : Courbes contrainte – déformation en compression uniaxiale dans la direction radiale de la billette

Un adoucissement est toujours visible après un pic initial aigu. L'adoucissement est plus important pour les températures inférieures, c'est-à-dire à 720 °C et à 0,01 et 0,1 s<sup>-1</sup> sur la billette. En revanche, il apparaît faible lorsque la déformation est réalisée au-dessus du *transus*  $\beta$  (850 °C) ; après le pic initial, un état stable a été observé pour toutes les vitesses de déformation, alors qu'à des températures inférieures, ceci n'est vérifié qu'à 0,001 s<sup>-1</sup>.

L'effet de l'autoéchauffement sur les contraintes au cours des déformations n'a pas été corrigé. Comme pour les compressions dans le sens axial, les courbes contrainte – déformation sont caractérisées par une forte influence de la vitesse de déformation sur la contrainte de pic initial, mais également sur les contraintes quasistationnaires.

**V.2.3.2 Comparaison des contraintes radiales et axiales**

Pour évaluer l'anisotropie mécanique qui pourrait se manifester sur le matériau « billette », une comparaison des contraintes radiales et axiales a été menée dans les mêmes conditions de température et de déformation. La Figure V.10 montre la comparaison des contraintes axiales et radiales. Ces courbes sont très semblables suivant les deux directions de compression.

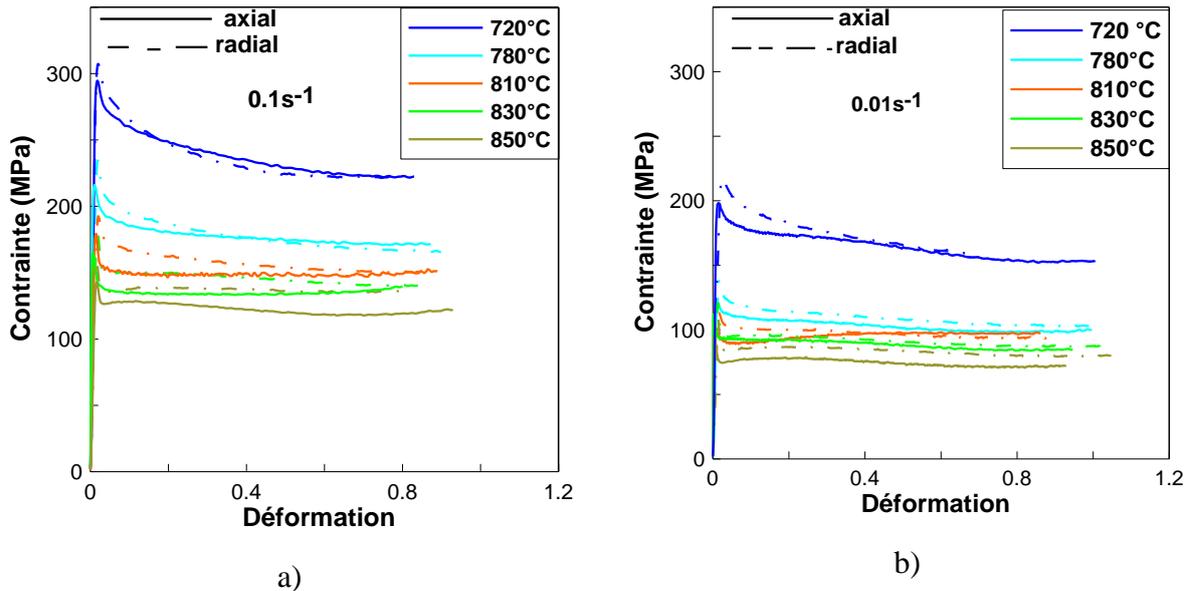


Figure V.10 : Comparaison des courbes contrainte – déformation dans les directions radiale et axiale de la billette ; direction axiale présentée en traits continus et direction radiale en traits interrompus a) à 0,1 s<sup>-1</sup> et b) à 0,01 s<sup>-1</sup>

La Figure V.11 montre l'évolution de la contrainte stationnaire moyenne en fonction de la température et de la vitesse de déformation dans les régions biphasée et monophasée.

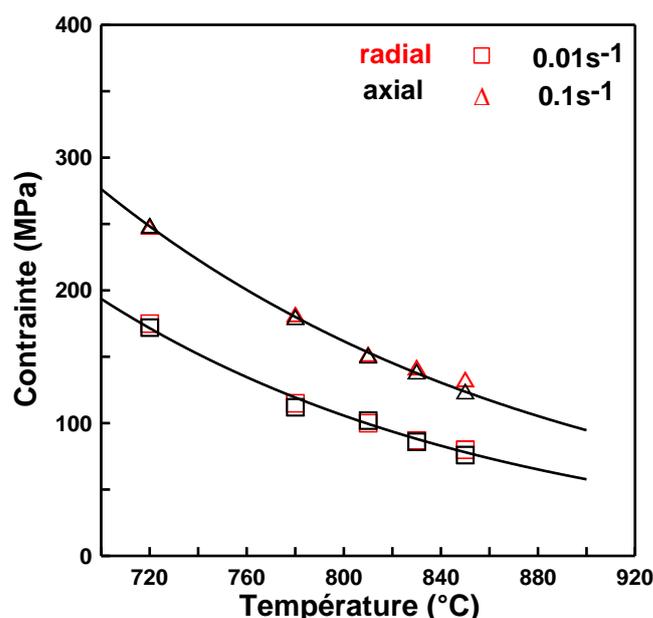


Figure V.11 : Comparaison des contraintes quasi-stationnaires radiales et axiales en fonction de la température ; les contraintes radiales sont représentées en rouge et les contraintes axiales en noir

Une diminution de la contrainte d'écoulement moyenne lorsque la température augmente est notée dans les deux domaines. Cependant, on ne remarque pas de différence significative du comportement mécanique suivant les directions radiale et axiale du matériau.

#### V.2.4 Rhéologie identifiée sur la billette et sur la pièce forgée dans le domaine $\beta$

Le comportement viscoplastique de l'alliage Ti-5553 a été déterminé expérimentalement à l'aide d'essais de compression. Dans un premier temps nous avons repris les valeurs moyennes de la sensibilité à la vitesse de déformation et de l'énergie d'activation dans le domaine monophasé  $\beta$ , soit respectivement  $m_\beta = 0,25$  et  $Q_\beta \approx 200 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  sur la billette.

Comme la rhéologie dans le domaine biphasé dépend essentiellement des fractions de phases, dont nous avons vu qu'elles variaient pendant l'essai, nous souhaitons développer une loi de comportement qui fasse intervenir explicitement les rhéologies de chacune des phases et leurs fractions. Dans cette démarche, la première étape consiste à identifier la loi de comportement de la phase  $\beta$  seule en se basant sur les contraintes quasistationnaires expérimentales obtenues dans le domaine monophasé.

Pour décrire la rhéologie de la phase  $\beta$  du Ti-5553, nous avons identifié une loi de comportement simple de Zener – Hollomon,

$$\sigma = KZ^m, \quad (V.4)$$

où  $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$  est le paramètre de Zener – Hollomon,  $K$  la consistance du matériau et  $m$  la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation. La Figure V.12a donne par régression une valeur de  $K\beta$  de l'ordre de  $1,727 \text{ MPa}\cdot\text{s}^m$ , en imposant la pente à la valeur retenue de  $m = 0,25$ .

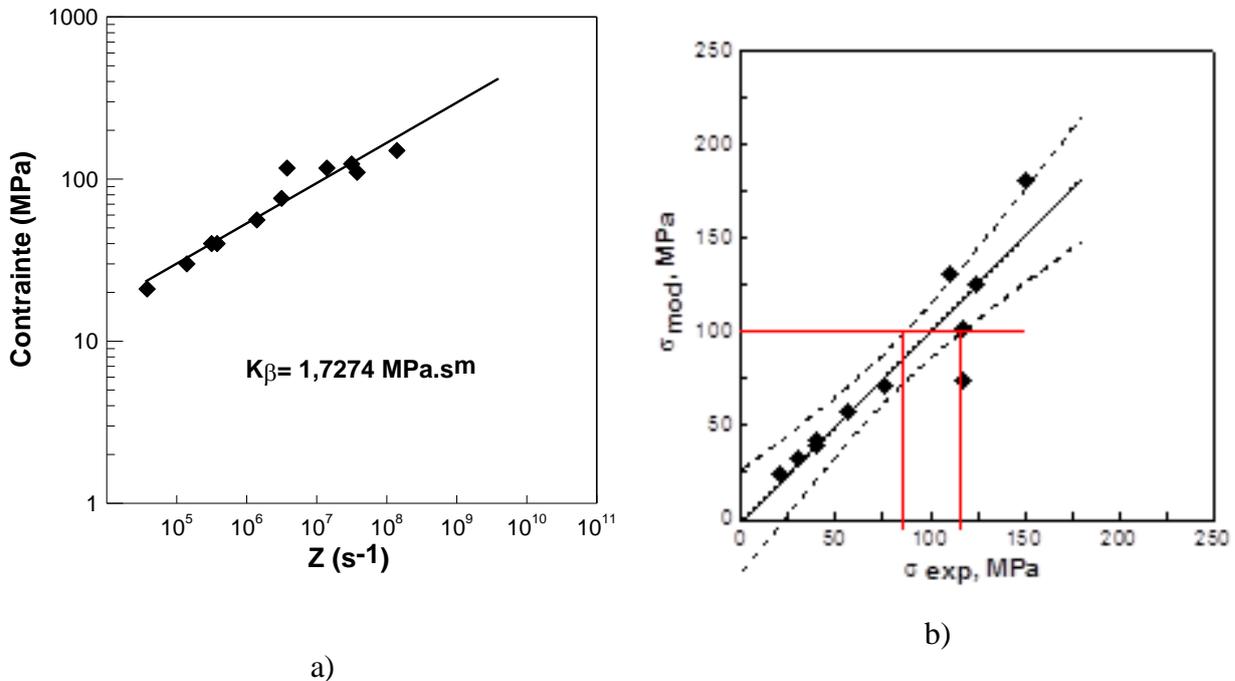


Figure V.12 : a) Évolution de la contrainte de palier en fonction du paramètre de Zener – Hollomon dans le domaine  $\beta$ , b) Comparaison de la contrainte modélisée et de la contrainte expérimentale dans le domaine  $\beta$  ; l'intervalle de confiance à 95 % de la régression est représenté en traits interrompus

Cette loi donne une bonne approximation du comportement du matériau dans le domaine monophasé. Par exemple pour une contrainte estimée par le modèle à 100 MPa, nous lisons sur la Figure V.12b que l'espérance mathématique de la contrainte d'écoulement expérimentale est comprise entre 85 et 115 MPa avec une confiance à 95 %.

## V.2.5 Ajustement d'un modèle empirique (Hansel et Spittel) sur le Ti-5553

### V.2.5.1 Présentation du modèle

La modélisation de la rhéologie du Ti-5553 présentée dans cette partie reprend le modèle de Hansel et Spittel (HS) (Martínez *et al.*, 2006). Ce modèle décrit dans le chapitre II par l'équation (II.18) est un modèle empirique qui donne l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction

de la vitesse de déformation et de la température et qui tient compte de l'écrouissage et de l'adoucissement du matériau. La reprise de ce modèle dans le présent travail est justifiée par son implémentation disponible dans le logiciel Forge, pour permettre la simulation des traitements thermomécaniques du Ti-5553. Les paramètres du modèle sont définis par l'équation V.5 (cf. section II.5.2.4)

$$\sigma = A \exp(m_1 T) T^{m_9} \varepsilon^{m_2} \exp\left(\frac{m_4}{\varepsilon}\right) (1 + \varepsilon)^{m_5 T} \exp(m_7 T) \dot{\varepsilon}^{m_3} \varepsilon^{m_8 T} \quad (\text{V.5})$$

### V.2.5.2 Adaptation du modèle au Ti-5553

Le modèle a été ajusté sur nos données expérimentales, moyennant certaines hypothèses. La réécriture de l'équation V.5 est possible en négligeant les termes de dépendance en  $\varepsilon$ . Nous avons ainsi obtenu les résultats décrits par la relation V-6, avec les paramètres d'entrée donnés dans le Tableau V.6.

$$\sigma = A \exp(m_1 T) \dot{\varepsilon}^{m_3 + m_8 T} \quad (\text{V.6})$$

Tableau V.6 : Ajustement des paramètres du modèle HS pour le Ti-5553

$A$ (MPa)	3750
$m_1$	-0,00337
$m_2$	0
$m_3$	0,0587
$m_4$	0
$m_5$	0
$m_6$	(non défini)
$m_7$	0
$m_8$	0,00021
$m_9$	0

La Figure V.13 montre les résultats obtenus par ajustement du modèle HS sur les résultats expérimentaux.

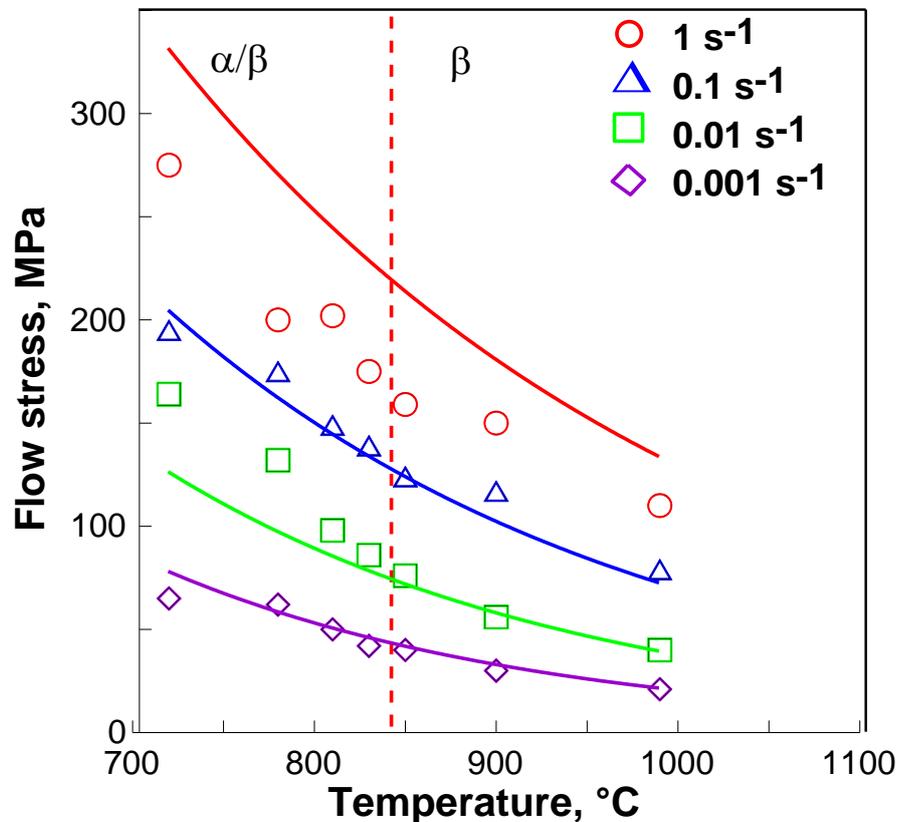


Figure V.13 : Évolutions des contraintes expérimentales et modélisées (HS) avec la température

L'analyse de ces résultats montre une bonne approximation de la rhéologie du Ti-5553 par le modèle de Hansel – Spittel pour les faibles vitesses de déformation, c'est-à-dire pour des vitesses comprises entre 0,001 et 0,1 s<sup>-1</sup>. Cependant pour des vitesses de déformation de l'ordre de 1 s<sup>-1</sup> le modèle prévoit des contraintes supérieures aux contraintes expérimentales non corrigées de l'autoéchauffement. Ceci pourrait s'expliquer en partie par l'autoéchauffement, qui est non négligeable pour les vitesses supérieures à 0,1 s<sup>-1</sup>. Ainsi l'adoucissement causé par l'autoéchauffement n'est pas pris en compte dans l'analyse des essais, ce qui sous-estime les contraintes expérimentales.

### V.2.5.3 Validation du modèle et comparaison avec le Ti-17

Pour valider la rhéologie obtenue sur le Ti-5553 avec le modèle HS, des simulations ont été effectuées avec le logiciel Forge, pour des essais réalisés à la presse industrielle sur des éprouvettes bicônes, que nous détaillons dans le chapitre VI. Ces simulations ont été faites, par ailleurs, avec les données d'entrée d'un alliage similaire, le Ti-17. Ainsi, nous avons pu comparer les résultats

des simulations des mêmes essais avec les données du Ti-17 et du Ti-5553 (Annexe 2). L'analyse des résultats de la simulation sur les éprouvettes bicônes montrés en Annexe 2 montre que globalement les rhéologies du Ti-17 et du Ti-5553 sont pratiquement les mêmes. Cependant, on peut noter sur les cartes de température une légère différence, de l'ordre de 15 °C à 30 °C avec la rhéologie du Ti-17. Cet écart pourrait s'expliquer majoritairement par la différence des données thermo-physiques de ces deux alliages, à savoir la chaleur massique, le coefficient d'échange thermique, etc.

### V.3 Utilisation des lois de mélange

La caractérisation du comportement des matériaux multiphasés reste un problème assez complexe, notamment dans les alliages de titane. Ainsi les formes, les tailles, les distributions, et les orientations de chaque domaine de phase constituent autant de sources d'hétérogénéité. De manière générale, la détermination du comportement rhéologique global de l'alliage passe par la connaissance de la loi de comportement macroscopique de ses éléments constitutifs et de leur agencement dans l'alliage.

Dans le cas de l'alliage Ti-5553, le problème réciproque se pose, à savoir que nous disposons du comportement global de l'alliage déterminé expérimentalement, et qu'il faut déterminer la rhéologie de chacune des deux phases constituantes  $\alpha$  et  $\beta$ . Ce problème peut être résolu par une extrapolation du comportement de la phase  $\beta$  à partir du domaine monophasé  $\beta$  vers les basses températures, c'est-à-dire dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$ , et par la suite une estimation du comportement de la phase  $\alpha$  en utilisant les lois de mélange simples, mais dans le sens réciproque.

#### V.3.1 Extrapolation du comportement de la phase $\beta$

À partir des contraintes moyennes quasistationnaires et des contraintes moyennes de pic déterminées expérimentalement par les essais de compression, nous avons déterminé les consistances du matériau : celle de l'alliage biphasé,  $k$ , et celle de la phase  $\beta$ ,  $k_\beta$ , telles que définies par l'équation V.4. L'objectif de cette sous-section est la régression dans le domaine monophasé  $\beta$  de la consistance de la phase  $\beta$ , en fonction de la température, puis son extrapolation dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$ , soit vers les températures plus basses.

Pour ceci, nous aurions pu exploiter les résultats de la sous-section V.2.4 et une loi de type Zener-Hollomon,  $\sigma = KZ^m$ , dans laquelle  $K$  et  $m$  ne dépendent ni de la température, ni de la vitesse de déformation et  $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$  où  $Q$  ne dépend également ni de la température, ni de la vitesse de déformation. Nous aurions pu aussi reprendre la méthodologie mise en place par [Sembanet \(2014\)](#) pour l'alliage Ti-17, qui considère le modèle rhéologique  $\sigma = k(T) \dot{\epsilon}^m$  où  $k$  varie de manière affine avec la température et ne dépend pas de la vitesse de déformation et la

sensibilité  $m$  de la contrainte à la vitesse de déformation est constante. Ses travaux ont conduit à de larges intervalles de confiance. Leur étendue est en partie imputable à l'hypothèse de la constance de  $m$  et au faible nombre (trois) vitesses de déformation caractérisées. C'est pourquoi, d'une part nous avons étudié la rhéologie de l'alliage Ti-5553 avec des essais répartis sur quatre vitesses de déformation sur la billette (cf. Tableau V.1), et d'autre part nous nous proposons d'analyser les résultats expérimentaux à l'aide d'un modèle rhéologique dans lequel  $m$  dépend de la température, plus précisément,  $\sigma = k(T) \left( \dot{\varepsilon} / \dot{\varepsilon}_0 \right)^{m(T)}$  où  $\dot{\varepsilon}_0$  est une vitesse de déformation de référence, fixée par la suite à  $1 \text{ s}^{-1}$ .

Comme  $m$  dépend de  $T$  et que  $Q_\beta$  dépend aussi de  $T$ , nous avons choisi  $Q_k$  comme étant le produit de  $m$  et de  $Q$  tel que  $Q_k = \text{constante}$  (qui ne dépend donc pas de  $T$ ). De plus, la relation V.7 impose que  $Q_\beta$  ne dépend pas de  $\dot{\varepsilon}$  alors que cette dépendance est pourtant mise en évidence sur la Figure V.8b.

$$\sigma(\dot{\varepsilon}, T) = k(T) \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{m(T)} \quad (\text{V.7})$$

On obtient alors,

$$k = \frac{\sigma}{\dot{\varepsilon}^{m(T)}} = k^* \exp\left(\frac{Q_k}{RT}\right) \quad (\text{V.8})$$

avec  $m$  la sensibilité à vitesse de déformation moyenne sur les 4 vitesses de déformation et  $Q_k$  le paramètre d'activation apparente moyenne dans le domaine  $\beta$ , défini ci-dessus comme le produit  $mQ$ .

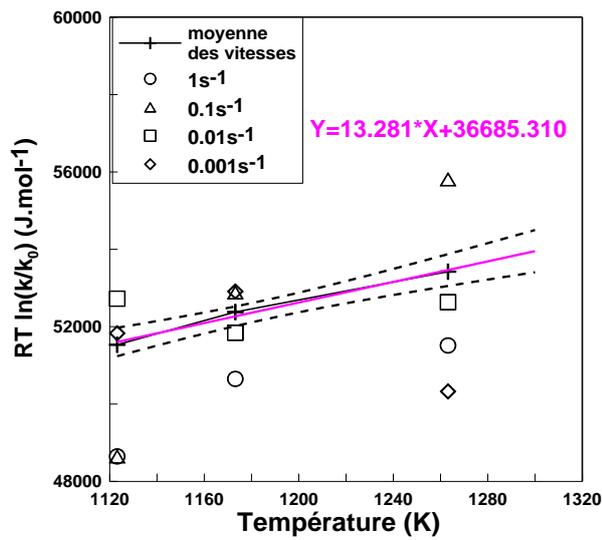
Ainsi l'équation V.8 devient après développement :

$$\ln\left(\frac{k}{k^*}\right) = \frac{Q_k}{RT} \quad (\text{V.9})$$

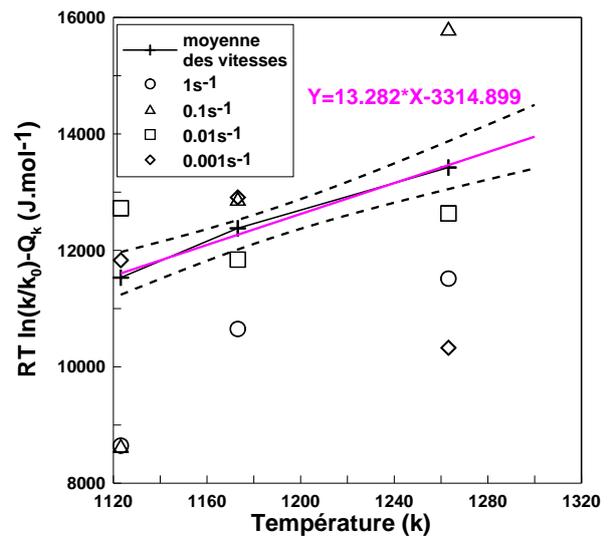
$$\ln\left(\frac{k}{k_0}\right) = \ln\left(\frac{k^*}{k_0}\right) + \frac{Q_k}{RT} \quad \text{avec } k_0 = 1 \text{ MPa} \quad (\text{V.10})$$

$$RT \ln\left(\frac{k}{k_0}\right) - Q_k = RT \ln\left(\frac{k^*}{k_0}\right) \quad (\text{V.11})$$

En traçant les courbes  $RT \ln(k/k_0)$  en fonction de  $T$  sur les Sous-Figures V.14 a et V.15 a, l'ordonnée à l'origine donne  $Q_k$ , et la pente de la courbe donne  $k^*$  sur la Sous-Figure V.14 b et V.15 b, une fois fixé le paramètre  $Q_k$ .

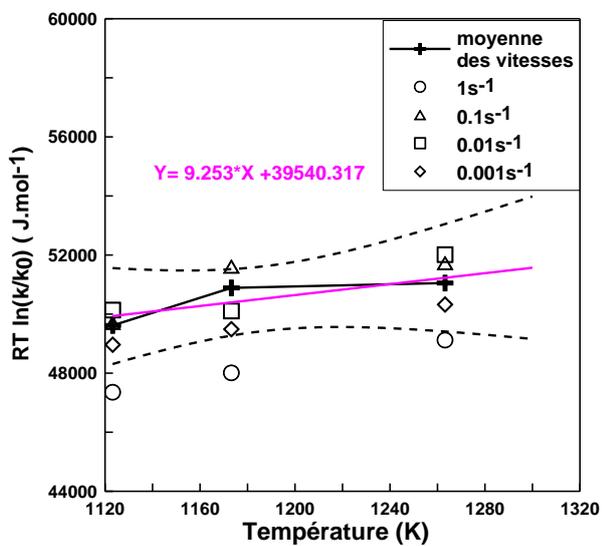


a)

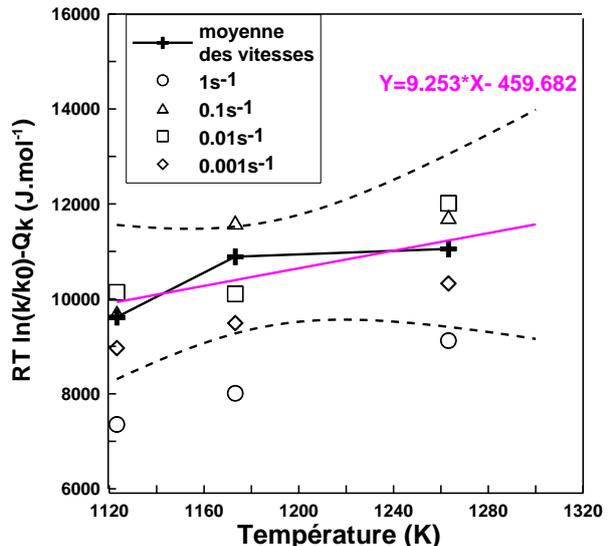


b)

Figure V.13 : Détermination de  $Q_k$  a) et de  $k^*$  b) avec les contraintes de palier ; l'intervalle de confiance à 95 % de la régression est représenté en traits interrompus



a)



b)

Figure V.14: Détermination de  $Q_k$  a) et de  $k^*$  b) avec les contraintes de pic, l'intervalle de confiance à 95 % de la régression est représenté en traits interrompus

Ces déterminations des  $Q_k$  et des  $k^*$  sur les contraintes de pic et les contraintes stationnaires permettent de réécrire la formulation exponentielle de  $k$  (équation V.8). C'est ainsi qu'une extrapolation de  $k_\beta$  dans le domaine des basses températures ( $\alpha + \beta$ ) est réalisée sur la Figure V.16 et les résultats sont reportés dans le tableau V.7.

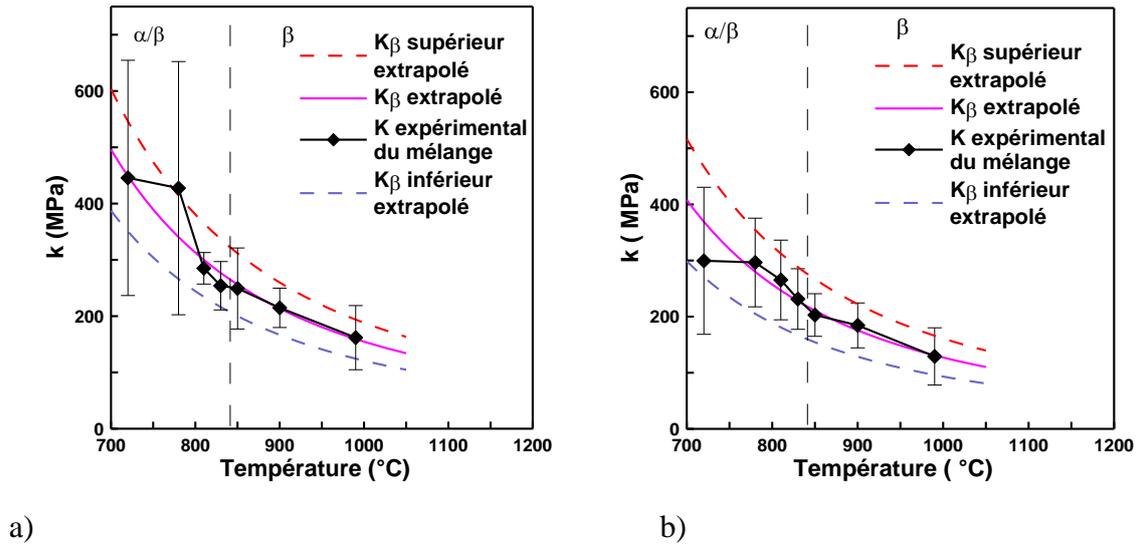


Figure V.15 : Extrapolation des consistances de la phase  $\beta$  ( $k_\beta$ ) dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  a) à partir des contraintes de pic et b) à partir des contraintes quasistationnaires

Tableau V.7 : Tableau des valeurs de  $k_\beta$  expérimentales et extrapolées aux basses températures (rouge)

Température (°C)	$k_\beta$ calculée avec $\sigma$ pic (MPa)	$k_\beta$ calculée avec $\sigma$ palier (MPa)	
990	162	129	Domaine $\beta$
900	215	184	
850	249	203	
830	277	228	Domaine $\alpha + \beta$
810	300	247	
780	341	280	

720	449	369	
-----	-----	-----	--

### V.3.2 Définition des lois de mélange

Les lois de mélange simples sont régies par les conditions de macrohomogénéité de Hill rappelées ci-après. On suppose d'abord que les vitesses de déformation et les contraintes sont uniformes dans chacune des deux phases. Une condition nécessaire pour une loi de mélange est dans ce cas de vérifier les trois équations correspondant aux conditions de macro-homogénéité de Hill,

$$\begin{cases} f \dot{\varepsilon}_\alpha + (1-f) \dot{\varepsilon}_\beta = \dot{\varepsilon} & \text{(H1)} \\ f \sigma_\alpha + (1-f) \sigma_\beta = \sigma & \text{(H2)} \\ f \dot{w}_\alpha + (1-f) \dot{w}_\beta = \dot{w} & \text{(H3)} \end{cases}$$

avec  $f$  la fraction de phase  $\alpha$  et  $\dot{w}_i (i = \alpha, \beta) = \sigma_i \dot{\varepsilon}_i$  la puissance volumique de déformation dans chacune des deux phases. La résolution de ce système d'équations exige de prescrire l'une des trois inconnues  $\sigma$ ,  $\dot{\varepsilon}$  et  $\dot{w}$ . De plus,  $\sigma_i$  est reliée à  $\dot{\varepsilon}_i$  par l'équation V.7. Si l'on fixe  $\dot{\varepsilon}$ , les paramètres inconnus sont la consistance  $k$  du mélange et les vitesses de déformation des deux phases,  $\dot{\varepsilon}_\alpha$  et  $\dot{\varepsilon}_\beta$ . On peut montrer dans ce cas que le système n'admet que deux solutions correspondant à l'hypothèse de Taylor ou à l'hypothèse statique.

Les solutions de Taylor et statique peuvent être très différentes l'une de l'autre. De ce fait, [Bouaziz et Buessler \(2002\)](#) ont proposé une hypothèse alternative, appelée isoW, qui est plus réaliste. Ainsi l'une des trois équations du système de Hill est remplacée par l'équation isoW ( $\dot{w}_\alpha = \dot{w}_\beta$ ). Il en résulte donc que les trois conditions de Hill ne sont pas respectées simultanément en supposant que  $m$  est identique dans les deux phases.

### V.3.3 Estimation du comportement de la phase $\alpha$

L'application réciproque des lois de mélange dans notre cas de figure permet d'estimer le comportement de la phase  $\alpha$  en connaissant le comportement de la phase  $\beta$  et celui du mélange. Ainsi nous avons, en supposant que la sensibilité à la vitesse  $m$  est identique dans les deux phases :

$$\text{Phase } \alpha : \quad \sigma_\alpha = k_\alpha \left( \dot{\varepsilon}_\alpha / \dot{\varepsilon}_0 \right)^m \quad \text{(V.12)}$$

$$\text{Phase } \beta : \quad \sigma_\beta = k_\beta \left( \dot{\varepsilon}_\beta / \dot{\varepsilon}_0 \right)^m \quad \text{(V.13)}$$

### V.3.3.1 Modèle de Taylor

Les trois équations (H1), (H2) et (H3) du système de Hill sont vérifiées simultanément. L'hypothèse de Taylor consiste à considérer que les vitesses de déformation des constituants sont identiques, et donc égales à celles du mélange d'après (H1).  $\forall \varepsilon, \dot{\varepsilon}_\alpha = \dot{\varepsilon}_\beta = \dot{\varepsilon}$  donc  $\varepsilon_\alpha = \varepsilon_\beta = \varepsilon$ .

L'équation (H2) s'écrit :

$$\sigma = f \sigma_\alpha + (1-f) \sigma_\beta \quad (\text{V.14})$$

d'où

$$k (\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m = f k_\alpha (\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m + (1-f) k_\beta (\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m \quad (\text{V.15})$$

soit encore ,

$$k = f k_\alpha + (1-f) k_\beta \quad (\text{V.16})$$

et finalement,

$$\boxed{\frac{k_\alpha}{k} = \frac{1 - (1-f)(k_\beta/k)}{f}} \quad (\text{V.17})$$

### V.3.3.2 Modèle statique

Les trois équations (H1), (H2) et (H3) sont vérifiées simultanément. Dans le modèle statique, on considère que la contrainte d'écoulement du mélange est égale aux contraintes spécifiques de chacune des phases, soit  $\sigma_\alpha = \sigma_\beta = \sigma$ , d'où

$$k_\alpha (\dot{\varepsilon}_\alpha/\dot{\varepsilon}_0)^m = k_\beta (\dot{\varepsilon}_\beta/\dot{\varepsilon}_0)^m, \quad (\text{V.18})$$

et finalement,

$$\frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}_\beta} = \left( \frac{k_\beta}{k_\alpha} \right)^{1/m}. \quad (\text{V.19})$$

L'équation (H1) devient ainsi

$$f \left( \frac{k_\beta}{k_\alpha} \right)^{1/m} \dot{\varepsilon}_\beta + (1-f) \dot{\varepsilon}_\beta = \dot{\varepsilon} \quad (\text{V.20})$$

d'où

$$\frac{\dot{\varepsilon}_\beta}{\dot{\varepsilon}} = \frac{1}{f \left( k_\beta/k_\alpha \right)^{1/m} + 1 - f}. \quad (\text{V.21})$$

L'équation (V.19) donne alors

$$\frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}} = \frac{(k_\beta/k_\alpha)^{1/m}}{f(k_\beta/k_\alpha)^{1/m} + 1 - f} \quad (\text{V.22})$$

Finalement, comme

$$\sigma = \sigma_\alpha = k_\alpha (\dot{\varepsilon}_\alpha / \dot{\varepsilon}_0)^m \quad (\text{0.23})$$

soit,

$$\sigma = k_\alpha \left[ \frac{(k_\beta/k_\alpha)^{1/m}}{f(k_\beta/k_\alpha)^{1/m} + 1 - f} \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right]^m \quad (\text{V.24})$$

soit aussi,

$$\sigma = k_\alpha \frac{(k_\beta/k_\alpha)}{\left[ f(k_\beta/k_\alpha)^{1/m} + 1 - f \right]^m} \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \quad (\text{V.25})$$

ou encore,

$$\frac{k}{k_\alpha} = \frac{(k_\beta/k_\alpha)}{\left[ f(k_\beta/k_\alpha)^{1/m} + 1 - f \right]^m} \quad (\text{V.26})$$

et donc

$$\frac{k^{1/m}}{k_\alpha^{1/m}} = \frac{k_\beta^{1/m}}{f k_\beta^{1/m} + (1-f) k_\alpha^{1/m}} \quad (\text{V.27})$$

En simplifiant cette dernière relation, on obtient

$$k_\alpha^{1/m} \left[ k_\beta^{1/m} - (1-f) k^{1/m} \right] = f k_\beta^{1/m} k^{1/m} \quad (\text{V.28})$$

d'où

$$\left( \frac{k_\alpha}{k} \right)^{1/m} = \frac{f k_\beta^{1/m}}{k_\beta^{1/m} - (1-f) k^{1/m}} \quad (\text{V.29})$$

et finalement,

$$\frac{k_\alpha}{k} = \left[ \frac{f}{1 - (1-f)(k/k_\beta)^{1/m}} \right]^m \quad (\text{V.30})$$

### V.3.3.3 Hypothèse isoW

Dans les modèles isoW, on considère que les puissances de déformation plastique spécifiques de chacune des phases sont égales :  $\dot{w}_\alpha = \dot{w}_\beta$ , ce qui entraîne :

$$k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon}_0)^{m+1} = k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon}_0)^{m+1} \quad (\text{V.31})$$

d'où

$$\frac{\dot{\epsilon}_\alpha}{\dot{\epsilon}_\beta} = \left( \frac{k_\beta}{k_\alpha} \right)^{1/(m+1)}, \quad (\text{V.32})$$

relation analogue à (V.19) en changeant  $m$  en  $m + 1$ , valable pour les trois modèles isoW.

#### V.3.3.3.1. Modèle isoW12 (on utilise les équations H1 et H2)

On élimine  $\dot{\epsilon}_\alpha$  entre (H1) et la relation (V.32), soit :

$$f (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} \dot{\epsilon}_\beta + (1-f) \dot{\epsilon}_\beta = \dot{\epsilon} \quad (\text{V.33})$$

et par suite,

$$\frac{\dot{\epsilon}_\beta}{\dot{\epsilon}} = \frac{1}{f (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} + 1 - f}, \quad (\text{V.34})$$

équation identique à (V.21) en changeant  $m$  en  $m + 1$ .

Comme pour le modèle statique, la relation (V-31) donne alors

$$\frac{\dot{\epsilon}_\alpha}{\dot{\epsilon}} = \frac{(k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)}}{f (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} + 1 - f} \quad (\text{V.35})$$

On en déduit alors contraintes d'écoulement locales :

$$\sigma_\alpha = k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon}_0)^m = k_\alpha \left[ \frac{(k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)}}{f (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} + 1 - f} \right]^m \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^m \quad (\text{V.36})$$

$$\sigma_\beta = k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon}_0)^m = k_\beta \left[ \frac{1}{f (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} + 1 - f} \right]^m \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^m \quad (\text{V.37})$$

puis, en utilisant (H2), la contrainte d'écoulement globale est

$$\sigma = f\sigma_\alpha + (1-f)\sigma_\beta \quad (\text{V.38})$$

soit,

$$\sigma = k \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m = \left[ f k_\alpha \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}} \right)^m + (1-f) k_\beta \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\beta}{\dot{\varepsilon}} \right)^m \right] \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m, \quad (\text{V.39})$$

expression dans laquelle  $(\dot{\varepsilon}_\alpha/\dot{\varepsilon})$  est donné par (V.35) et  $(\dot{\varepsilon}_\beta/\dot{\varepsilon})$  par l'équation (V.34), mais la relation  $k_\alpha(k, k_\beta)$  n'est pas analytique.

### V.3.3.3.2. Modèle iso W13 (on utilise les équations H1 et H3)

La relation (V.31), obtenue à partir de l'hypothèse isoW, et la relation (V.33), tirée de (H1), restent valables, c'est donc aussi le cas de (V.34) qui donne  $\dot{\varepsilon}_\beta$  et de (V.35) qui donne  $\dot{\varepsilon}_\alpha$ . Il en résulte que les contraintes locales de calculent aussi par (V.36) et (V.37).

Par contre, la contrainte globale est donnée maintenant par la condition de Hill (H3) et plus par (H2) :

$$\sigma \dot{\varepsilon} = f k_\alpha \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \dot{\varepsilon}_\alpha + (1-f) k_\beta \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\beta}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \dot{\varepsilon}_\beta \quad (\text{V.40})$$

d'où

$$\sigma = \left[ f k_\alpha \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}} \right)^{m+1} + (1-f) k_\beta \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\beta}{\dot{\varepsilon}} \right)^{m+1} \right] \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m, \quad (\text{V.41})$$

relation analogue à (V.39) en remplaçant  $m$  par  $m + 1$ , seulement dans le crochet.

Des relations V.34, V.35 et V.41, on aboutit à :

$$\boxed{\frac{k_\alpha}{k} = \left[ \frac{f}{1 + (1-f) \left( \frac{k}{k_\beta} \right)^{1/(m+1)}} \right]^{m+1}} \quad (\text{V.42})$$

### V.3.3.3.3. Modèle isoW23 (on utilise les équations H2 et H3)

(H2) s'écrit :

$$f k_\alpha \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\alpha}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m + (1-f) k_\beta \left( \frac{\dot{\varepsilon}_\beta}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m = \sigma, \quad (\text{V.43})$$

soit,

$$\left[ f k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon})^m + (1-f) k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^m \right] (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m = \sigma. \quad (\text{V.44})$$

De même (H3) s'écrit :

$$\sigma \dot{\epsilon} = f k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon}_0)^m \dot{\epsilon}_\alpha + (1-f) k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon}_0)^m \dot{\epsilon}_\beta, \quad (\text{V.45})$$

soit,

$$\sigma = \left[ f k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon})^{m+1} + (1-f) k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^{m+1} \right] (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m. \quad (\text{V.46})$$

En égalant les crochets de (V.44) et (V.46) et en utilisant la relation (V.31), on obtient :

$$f k_\alpha (k_\beta / k_\alpha)^{m/(m+1)} (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^m + (1-f) k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^m = f k_\alpha (k_\beta / k_\alpha) (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^{m+1} + (1-f) k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon})^{m+1}, \quad (\text{V.47})$$

ou en simplifiant,

$$\frac{\dot{\epsilon}_\beta}{\dot{\epsilon}} = \frac{f k_\alpha (k_\beta / k_\alpha)^{m/(m+1)} + (1-f) k_\beta}{k_\beta}, \quad (\text{V.48})$$

soit encore,

$$\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon} = f (k_\alpha / k_\beta)^{1/(m+1)} + 1 - f. \quad (\text{V.49})$$

En utilisant (H3), on en déduit symétriquement :

$$\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon} = f + (1-f) (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} \quad (\text{V.50})$$

On en tire les contraintes locales :

$$\sigma_\alpha = k_\alpha (\dot{\epsilon}_\alpha / \dot{\epsilon}_0)^m = k_\alpha \left[ f + (1-f) (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} \right]^m (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m, \quad (\text{V.51})$$

$$\sigma_\beta = k_\beta (\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon}_0)^m = k_\beta \left[ f (k_\alpha / k_\beta)^{1/(m+1)} + 1 - f \right]^m (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m, \quad (\text{V.52})$$

et la contrainte globale par (H2) :

$$\sigma = \left\{ f k_\alpha \left[ f + (1-f) (k_\beta / k_\alpha)^{1/(m+1)} \right]^m + (1-f) k_\beta \left[ f (k_\alpha / k_\beta)^{1/(m+1)} + 1 - f \right]^m \right\} (\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0)^m \quad (\text{V.53})$$

d'où l'on déduit finalement :

$$\frac{k_\alpha}{k} = \left[ \frac{1 - (1-f)(k_\beta/k)^{1/(m+1)}}{f} \right]^{m+1} \quad (V.54)$$

### V.3.4 Application des lois de mélange au Ti-5553

Dans le cas de l'alliage Ti-5553, les contraintes de pic, c'est-à-dire maximales, et les contraintes de palier, c'est-à-dire stationnaires, sont obtenues expérimentalement. À partir de ces valeurs, nous avons utilisé une loi puissance du type de (V.7). Celle-ci tient compte de l'évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation avec la température telle que définie sur la (Figure V.8a), mais nous avons dû considérer que  $m = m_\alpha = m_\beta$  et que la contrainte ne dépend pas de la déformation. Les résultats obtenus par les différents modèles sont présentés sur la Figure V.17.

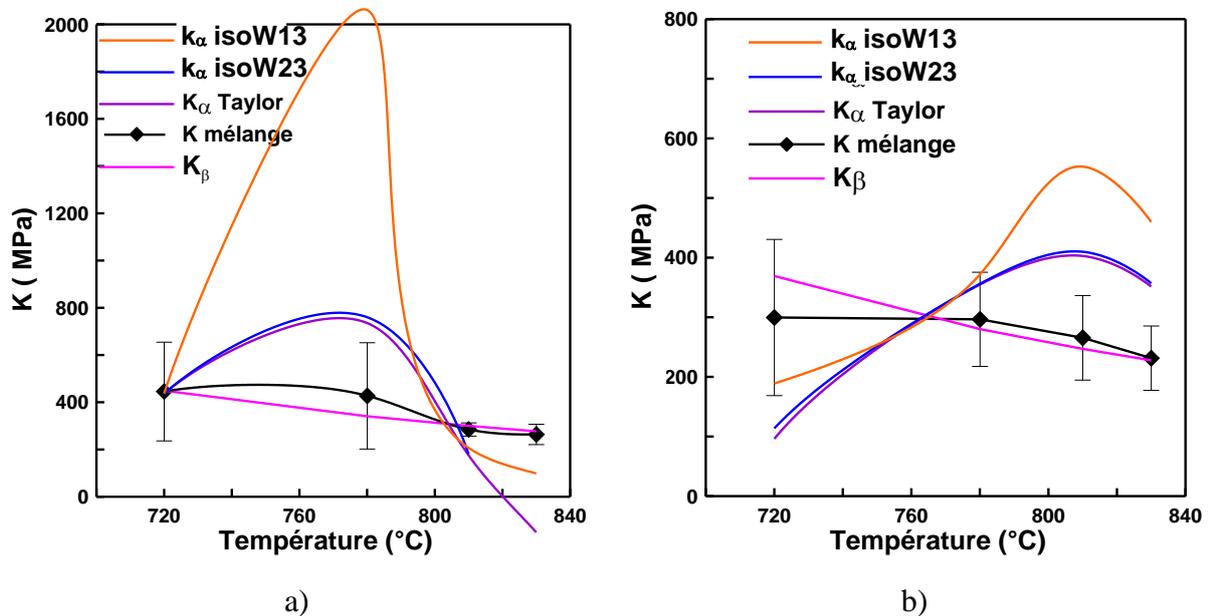


Figure V.16 : Valeurs de  $k_\alpha$  estimées par les modèles de Taylor, statique et isoW calculées avec a) les contraintes de pic et b) les contraintes de palier

Comme plusieurs essais ont été réalisés dans les mêmes conditions dans le but d'obtenir des consistances du biphasé de pic et stationnaires les plus précises possibles, nous avons été amenés à prendre des valeurs moyennes sur les vitesses de déformation. Les intervalles de confiance à 95 % calculés en utilisant la loi de Student sont portés sur la Figure V.17.

L'analyse des résultats obtenus par ces modèles montre que les solutions iso W (isoW13 et isoW23) sont au-dessus des solutions de Taylor ( $k_\alpha$  Taylor). Par ailleurs, le modèle statique donne des valeurs infinies dans notre cas. On a ainsi en moyenne sur les températures étudiées dans le domaine stationnaire :  $k_\alpha^{\text{Taylor}} = 1,17k_\beta$ ,  $k_\alpha^{\text{isoW23}} = 1,20k_\beta$ ,  $k_\alpha^{\text{isoW13}} = 1,52k_\beta$ .

De plus, dans les deux cas de figure, les solutions de Taylor et isoW12 sont très voisines ; par contre, les prédictions d'isoW13 sont plus grandes.

## V.4 Conclusion

Ce chapitre retrace les études rhéologiques faites sur les deux états « billette » et « pièce forgée ». Cependant, comme l'étude a été plus axée sur la billette, nous avons présenté plus en détail les résultats obtenus sur cet état du matériau.

Les comparaisons des contraintes à chaud des états « billette » et « pièce forgée » ont montré que les contraintes sur billette étaient légèrement supérieures. Ceci nous permet d'en déduire que les états initiaux ont un effet non négligeable sur le comportement à chaud, et que cette différence pourrait provenir de la différence d'état de départ en terme de distribution et d'orientation de la phase  $\alpha$ .

Nous avons montré également que les paramètres rhéologiques estimés dans les deux états du matériau étaient quasiment les mêmes. L'utilisation des lois de mélange en inverse pour modéliser le comportement du matériau dans le domaine  $\alpha/\beta$ , par l'introduction dans le domaine biphasé du comportement de chacun des constituants, nous a permis d'estimer le comportement de la phase  $\alpha$  dans le domaine  $\alpha/\beta$ . Ainsi la consistance  $k_\alpha$  obtenue est supérieure à celle de la phase  $\beta$  dans le mélange en moyenne. Cependant il est important de noter également que ces résultats découlent d'un raisonnement fondé sur certaines hypothèses qui affectent en partie les solutions obtenues.

L'ajustement de la loi de Hansel-Spittel sur les données expérimentales a été effectué avec certaines hypothèses, notamment en négligeant la dépendance de la contrainte avec la déformation. La comparaison avec les résultats obtenus sur le Ti-17 permet d'observer une certaine cohérence des résultats obtenus sur le Ti-5553. Cependant, ce modèle ne prévoit pas bien le comportement du matériau pour des vitesses de déformation élevées, c'est-à-dire supérieures à  $0,1 \text{ s}^{-1}$ .



**CHAPITRE VI**  
**ANALYSE DES ÉVOLUTIONS**  
**MICROSTRUCTURALES**



## ANALYSE DES EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES

### VI.1 Introduction

Dans toutes nos études, et comme relaté dans la bibliographie, la déformation plastique dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables, de la phase mère, c'est-à-dire la phase  $\beta$ , conduit à la formation de défauts (bandes de déformation, nouveaux joints ou sous-joints de grain) où peut s'effectuer la germination de la phase  $\alpha$ .

Ce sont les évolutions microstructurales induites par le forgeage qui permettent le contrôle des propriétés d'emploi. Elles concernent, d'une part à une échelle moyenne, la taille, la forme et la texture des grains  $\beta$ , d'autre part à une échelle plus fine, la morphologie et la répartition de la phase  $\alpha$ .

La suite du chapitre est divisée en six sections : la première (VI.2) traite des évolutions des microstructures au cours des traitements thermiques ; la suivante parle des effets de la déformation sur la microstructure ; la troisième est dédiée au phénomène de précipitation dynamique de nodules, pendant la déformation dans le domaine  $\beta$ , ainsi qu'à l'identification de ceux-ci ; puis la section suivante aborde la question des déformations à fractions de phases hors équilibre à l'état initial ; la cinquième traite des effets de la vitesse de déformation sur la microstructure avant de conclure par la dernière.

### VI.2 Évolution des microstructures au cours des traitements thermiques

Pour évaluer l'effet des traitements thermiques sur les microstructures, plusieurs cycles thermiques ont été effectués sur des échantillons dans l'état du matériau « billette », et les microstructures obtenues après traitement thermique ont été analysées par microscopie optique.

Comme décrit dans le chapitre III, des recuits de 6 h ont été réalisés dans le domaine  $\alpha/\beta$  à plusieurs températures pour analyser l'évolution de la fraction des nodules  $\alpha$  ainsi que leurs distributions et leurs variations morphologiques. Les températures investiguées dans le domaine biphasé sont respectivement 720, 780, 810 et 830 °C. De plus trois températures ont été étudiées dans le domaine monophasé : 850 °C, 900 °C et 990 °C.

Le cycle thermique de la figure VI.1 a tout d'abord été réalisé sur des échantillons à 780 °C et à 810 °C pour évaluer les effets de la montée en température dans la machine de compression sur les microstructures juste avant l'étape de déformation.

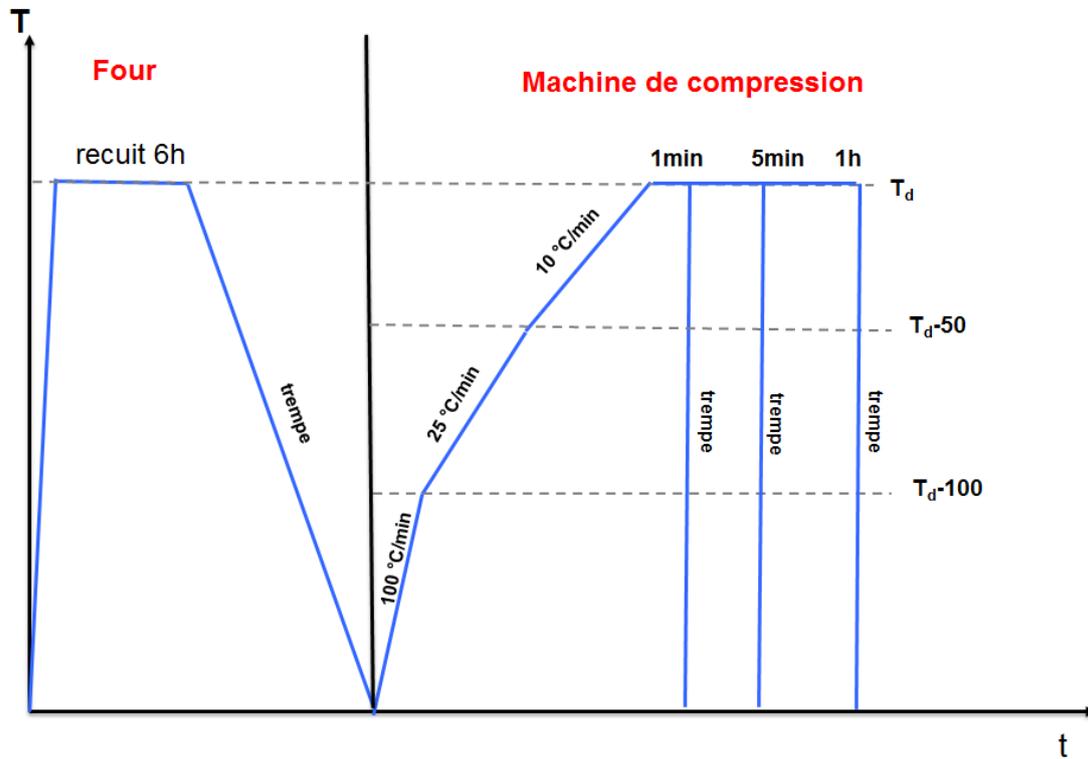


Figure VI.1 : Cycle de de traitement thermique effectué sur les éprouvettes avant l'étape de déformation,  $T_d$  est la température envisagée pour les déformations ultérieures

Ces essais ont également permis d'évaluer l'effet d'un maintien long en température sur les structures non déformées. L'analyse des microstructures obtenues après recuit de 6 h et trempe dans le domaine biphasé montre une variation de la fraction des nodules  $\alpha$  (Figure VI.2) : une décroissance de la fraction volumique de nodules est remarquée avec l'augmentation de la température de recuit, comme sur le diagramme de phases. Ces états sont quasiment à l'équilibre thermodynamique.

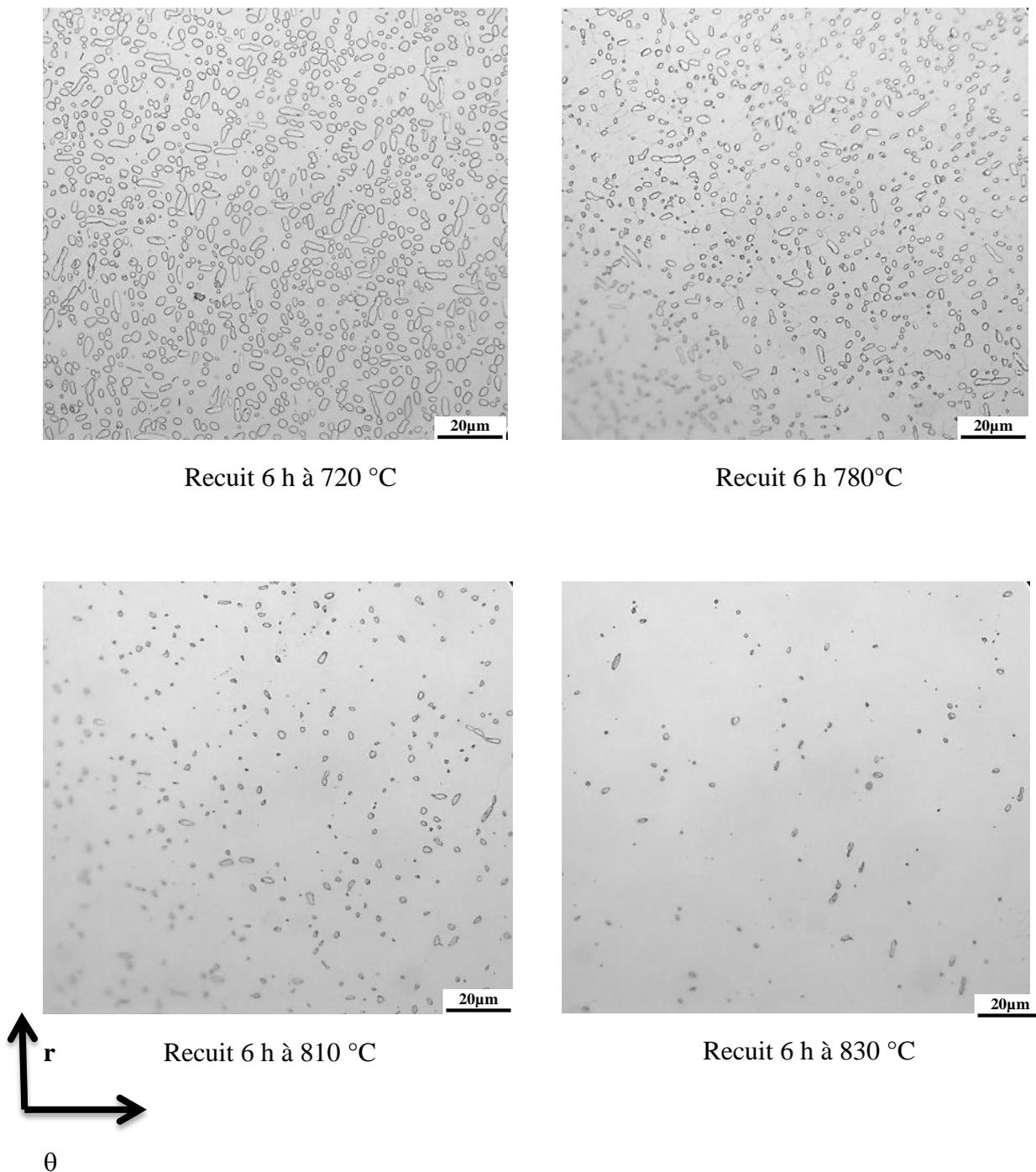


Figure VI.2 : Micrographies optiques des états après 6 h de recuit au four dans le domaine biphasé  $\alpha + \beta$  puis trempés, observés suivant le plan normal à Z

Du point de vue morphologique, l'aspect nodulaire est conservé après traitement thermique et aucune phase lamellaire n'est décelée sur les microstructures trempées et observées au microscope

optique. Ceci s'explique par la dissolution de la phase  $\alpha$  lamellaire pendant les maintiens à température modérée. Ainsi, nous avons mesuré les fractions de phase  $\alpha$  primaire sur les différents états après un recuit de 6 h.

Une comparaison avec les fractions de phase  $\alpha$  primaire mesurées après recuit (sans déformation) sur d'autres alliages  $\alpha/\beta$  (Ti-6246) et  $\beta$ -métastables (Ti-5553 et Ti-10-2-3) est présentée sur la Figure VI.3.

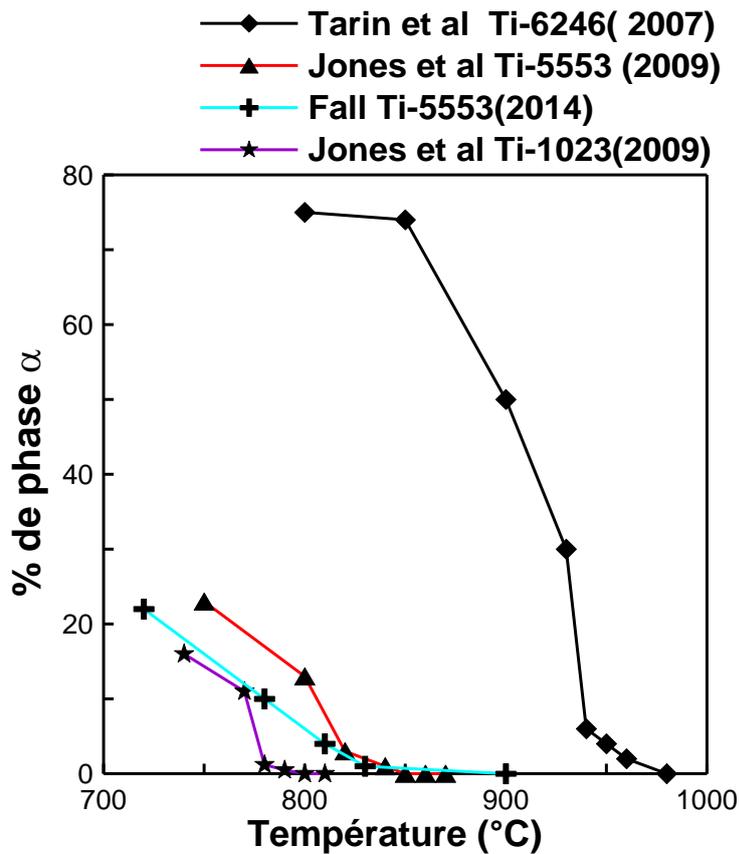


Figure VI.3 : Comparaison de l'évolution de la fraction de phase  $\alpha$  primaire avec la température pour divers alliages

Ces résultats montrent que l'alliage ( $\alpha/\beta$ ) Ti-6246 est plus sensible à la variation de la température que les alliages  $\beta$ -métastables (Ti-5553 et Ti-10-2-3). Cependant, les écarts notés entre les valeurs expérimentales résultant de nos essais et celles obtenues par Jones *et al.* (2009) sont dues au fait que l'équilibre n'était pas atteint après seulement l'heure de maintien pratiquée par ces derniers.

Après 6 h de traitement thermique à 900 °C et à 990 °C, les microstructures font apparaître des grains  $\beta$  assez gros, de taille moyenne respectivement voisine de 480  $\mu\text{m}$  et de 530  $\mu\text{m}$  (Figure VI.4).

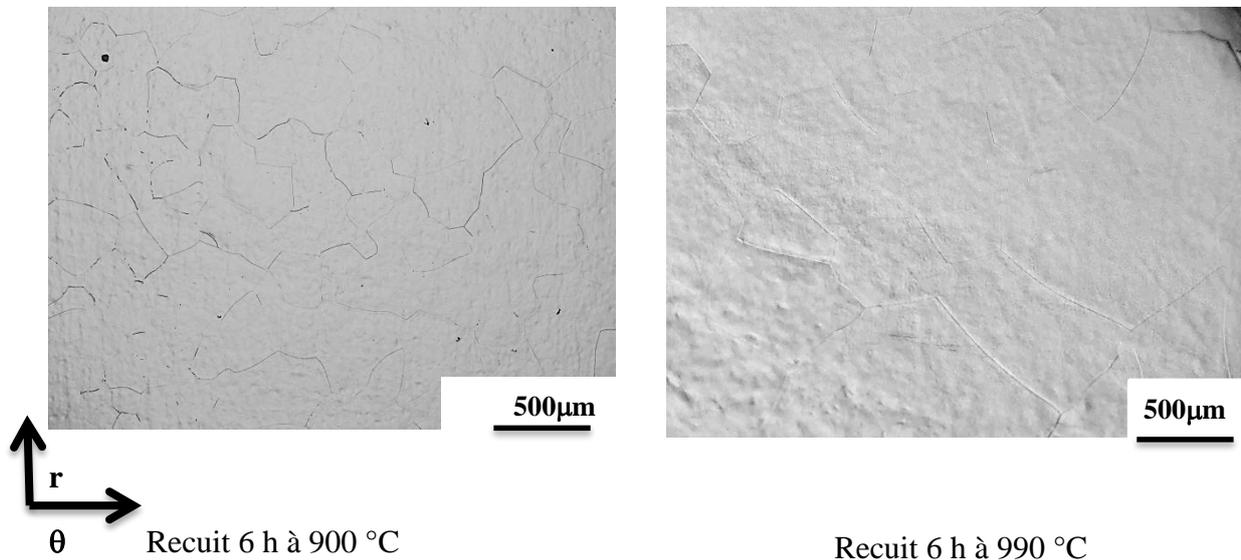
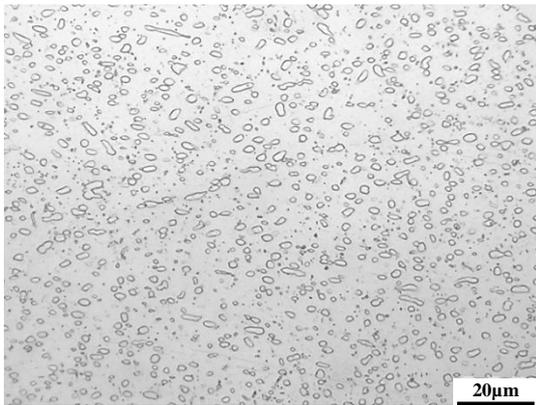


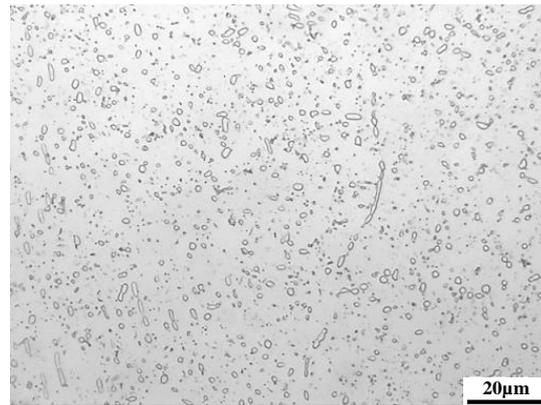
Figure VI.4 : Micrographies optiques des états après 6 h de recuit au four dans le domaine monophasé  $\beta$ , observés suivant le plan normal à Z

Les tailles de grain ainsi observées sont supérieures, mais restent analogues, à celles mesurées sur l'état initial du matériau, qui sont de l'ordre de 450  $\mu\text{m}$ . On note donc un phénomène de croissance de grain pendant le traitement thermique, susceptible de jouer un rôle sur la rhéologie du matériau ainsi que sur les propriétés mécaniques des pièces finales.

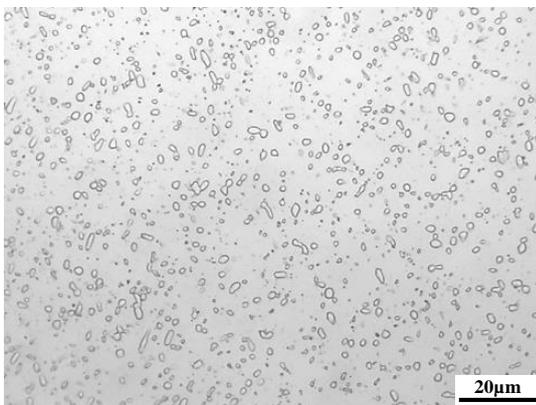
Les micrographies optiques présentées sur la Figure VI.5, sont issues des éprouvettes ayant subi un traitement thermique de 6 h à 780 °C dans le four puis des maintiens dans la machine de compression à la même température après un chauffage rapide, comme indiqué sur le schéma de la Figure VI.1.



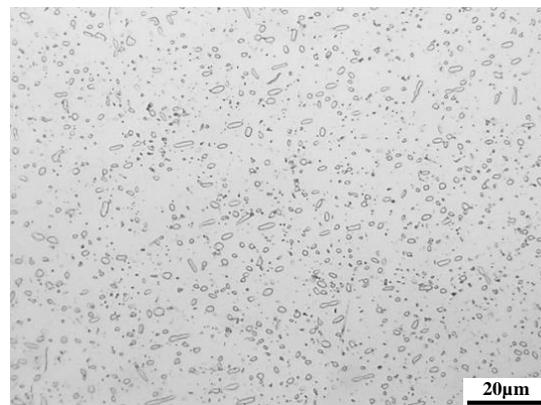
Recuit 6 h dans le four



6 h dans le four + 1 min dans la machine



6 h dans le four + 5 min dans la machine



6 h dans le four + 1 h dans la machine

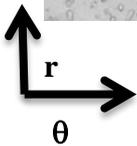


Figure VI.5 : Micrographies optiques après 6 h de recuit au four puis dans la machine de compression à 780 °C, suivant le plan normal à Z

L'analyse comparative des micrographies obtenues après 6 h de recuit à 780 °C dans le four et celles obtenues après 6 h de recuit puis 1 min, 5 min et 1 h de maintien à 780 °C dans la machine montre que les microstructures n'évoluent pas significativement en termes de taille et de forme des nodules. La quantification réalisée sur ces états montre une fraction de phase  $\alpha$  voisine de 10 %. Ceci nous amène à affirmer que les 6 h de recuit permettent d'atteindre l'équilibre, puis que, malgré un maintien supplémentaire d'une heure, la fraction de nodules  $\alpha$  reste inchangée.

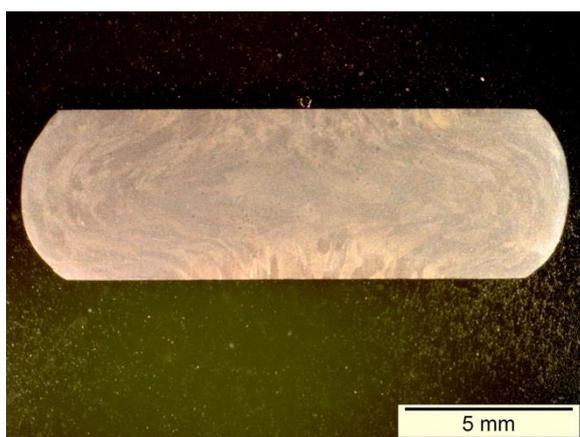
## VI.3 Effets de la déformation sur la microstructure

### VI.3.1 Microstructures de compression uniaxiale

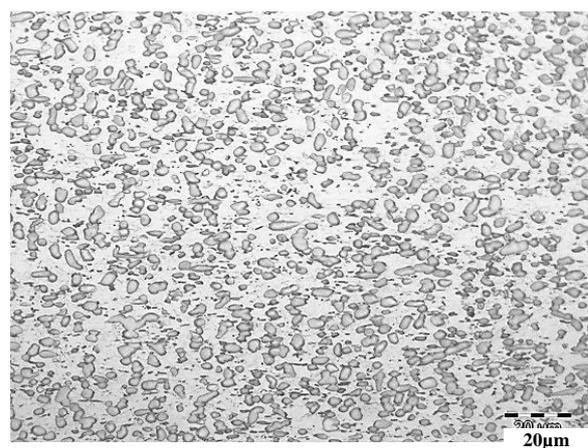
Pour étudier les effets de la déformation sur les microstructures, les programmes indiqués dans le chapitre V (cf.

Tableau V.1 et V.2) ont été réalisés pour les deux états du matériau sur des échantillons cylindriques en compression uniaxiale. Dans cette partie, nous montrons uniquement les résultats obtenus sur l'état « billette » ; les résultats analogues obtenus sur l'état « pièce forgée » sont présentés en Annexe 1.

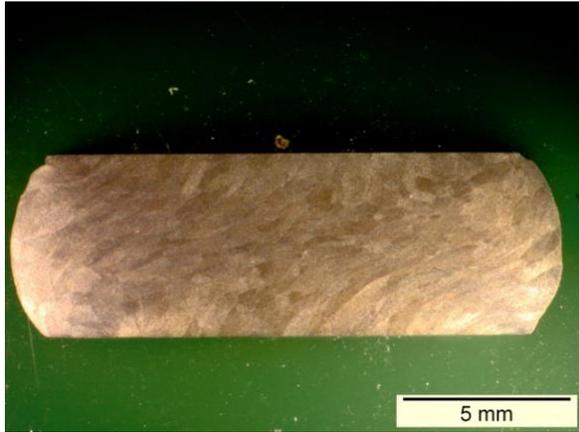
L'analyse des microstructures de compression uniaxiale (Figures VI.6, VI.7, et VI.8) montre des structures avec un fibrage assez visible. L'observation des microstructures après déformation permet également de voir de grandes différences entre les domaines  $\alpha/\beta$  et  $\beta$ . En particulier on obtient à 830 °C une microstructure avec des grains affinés qui semblent avoir recristallisé lors de la déformation, contrairement à 720, 780 et à 810 °C, où l'on remarque un « cintrage » des grains perpendiculairement à l'axe de déformation (Figure VI.).



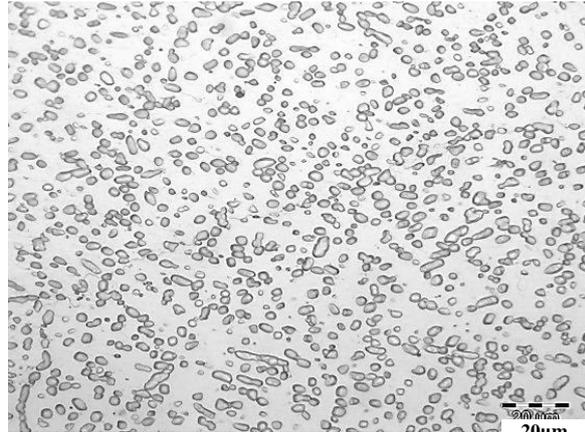
720 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



720 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

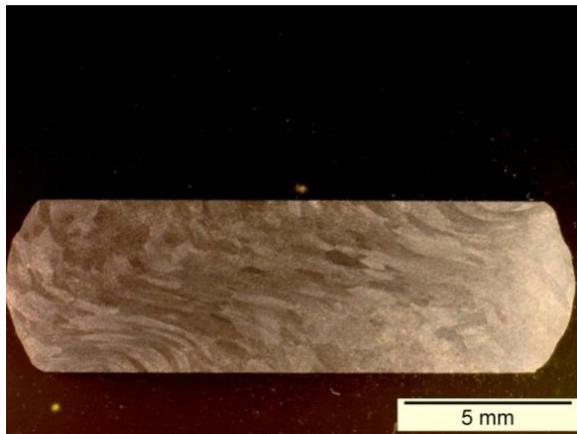


780 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

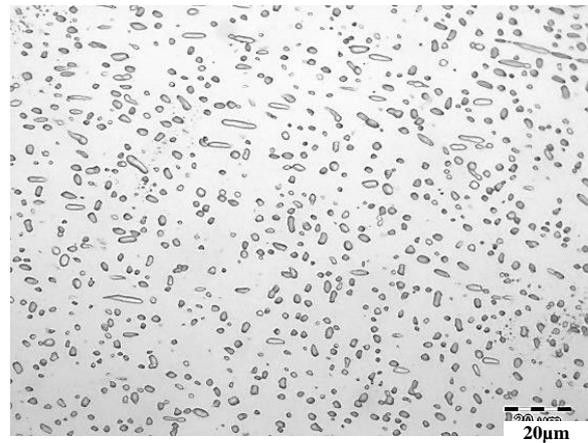


780 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

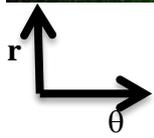
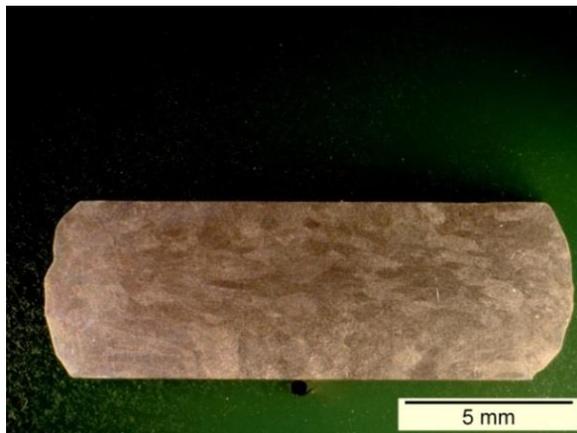
Figure VI.6a : Macrographies et micrographies optiques après déformation (à 720 et 780 °C) dans le domaine  $\alpha + \beta$  des cylindres suivant le plan normal à Z



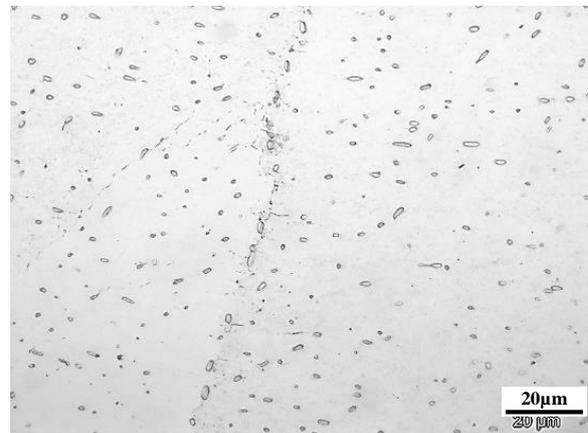
810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



830 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

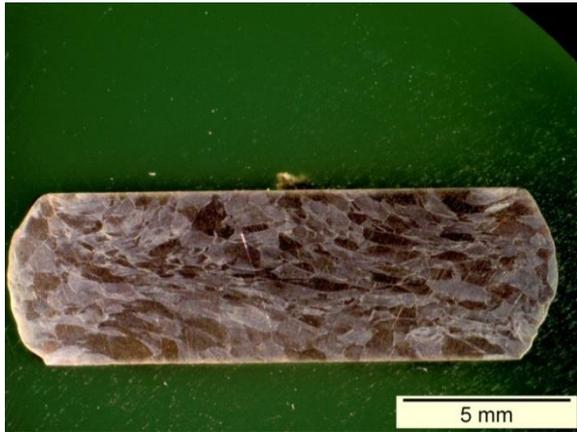


830 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

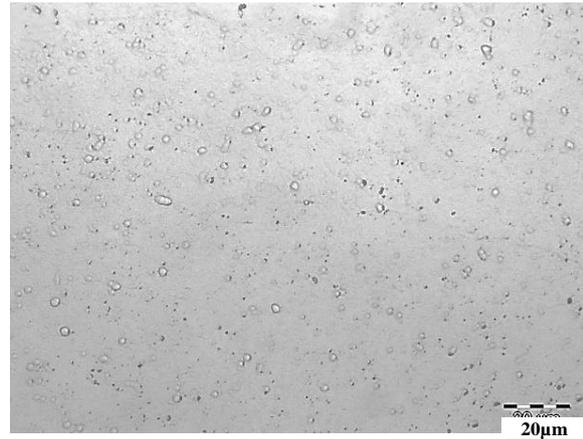
Figure VI.6b : Macrographies et micrographies optiques après déformation (à 810 et 830 °C) dans le domaine  $\alpha + \beta$  des cylindres suivant le plan normal à Z

Les essais de compression ont été doublés, voire triplés à certaines températures, pour tester la reproductibilité des microstructures obtenues. La comparaison des microstructures ne montre pas d'écart significatif lors de la répétition d'essais dans les mêmes conditions. Cependant une différence de rhéologie (contrainte d'écoulement) est remarquée à 830 °C. Ces écarts pourraient provenir de la différence de distribution et d'orientation des nodules d'une éprouvette à une autre, mais également du faible rapport entre la taille de l'éprouvette et celle des grains.

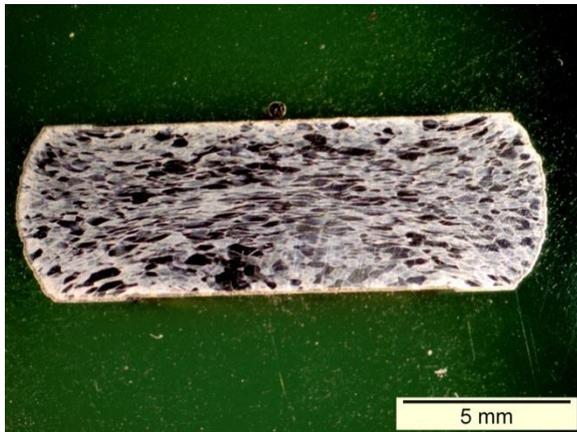
Dans certains cas, notamment à 850, 900 et 990 °C (Figure VI.7), la microstructure semble contenir des grains recristallisés, résultant très certainement de la recristallisation dynamique géométrique et continue au cours de l'essai, cette dernière étant facilitée par le cintrage des grains initialement allongés parallèlement à la direction de compression, ou encore de la recristallisation métadynamique avant la trempe (malgré les efforts de reproductibilité, le délai de trempe connaît un certain aléa, surtout si l'éprouvette reste collée sur un des tas).



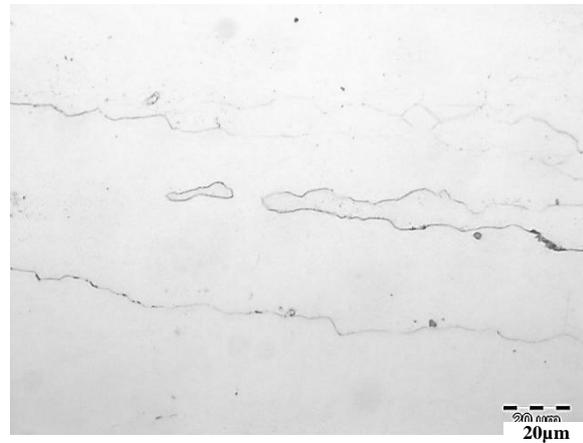
850 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



850 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



900 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



900 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

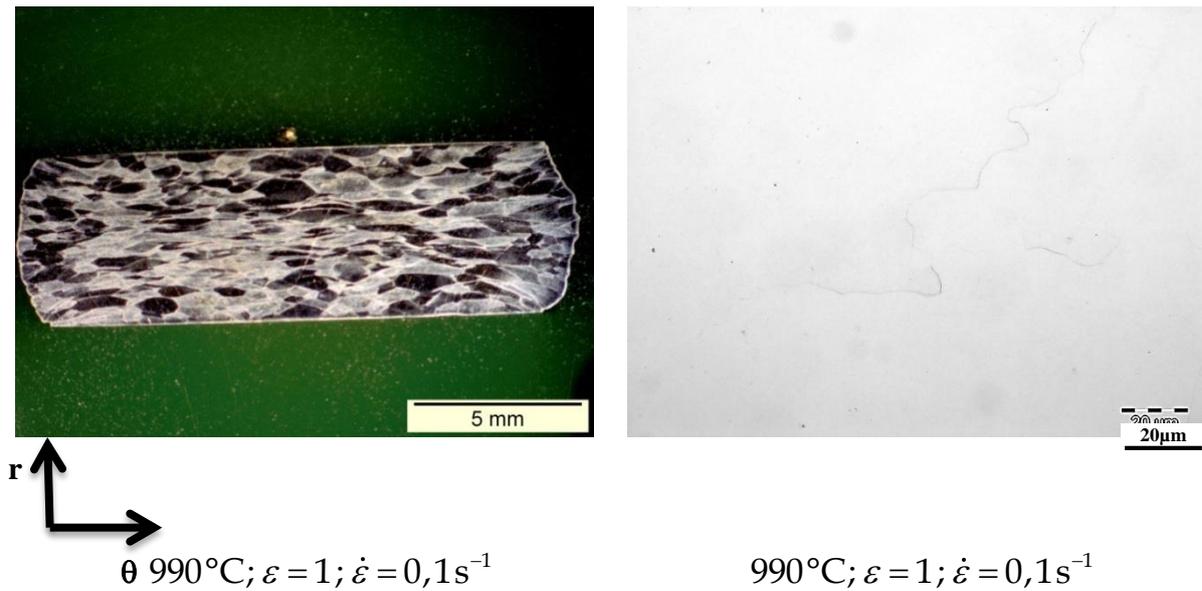


Figure VI.7 : Macrographies et micrographies optiques après déformation dans le domaine  $\beta$  des cylindres suivant le plan normal à Z

La comparaison des microstructures juste avant déformation et des microstructures après déformation (Annexe 3) montre des écarts importants. Les mesures surfaciques de fraction de phase  $\alpha$  nodulaire montrent une différence considérable entre les états avant et après déformation. Ainsi, on remarque une augmentation de la fraction de nodules après déformation. Ceci pourrait s'expliquer par un déplacement de l'équilibre au cours de la déformation.

C'est ainsi, pour mieux appréhender l'effet de la déformation par compression uniaxiale, que plusieurs déformations ont été effectuées. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure VI.8 qui montre qu'une augmentation de la fraction surfacique de nodules  $\alpha$  se produit avec la déformation.

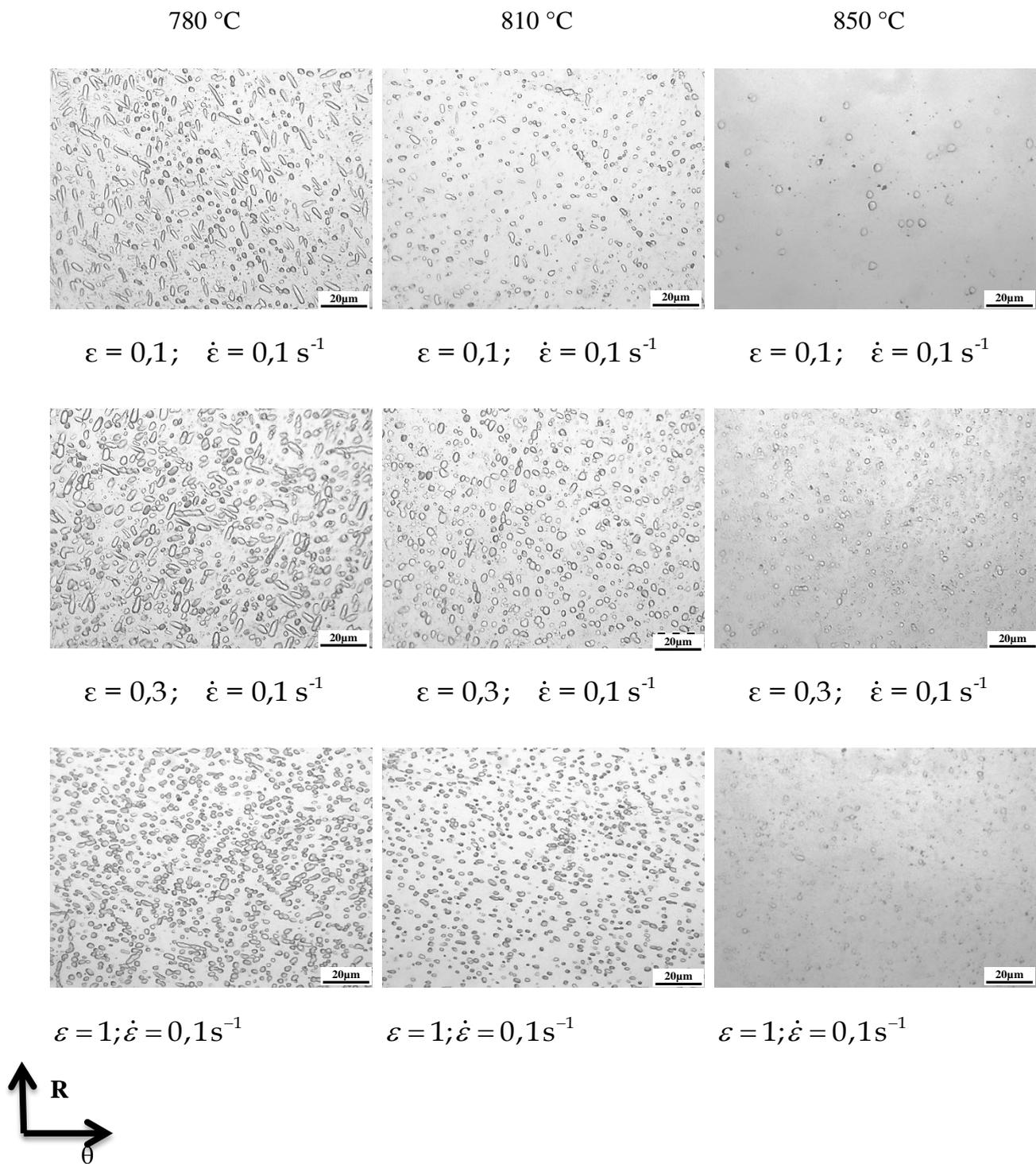


Figure VI.8 : Évolution des microstructures avec la quantité de déformation aux trois températures 780, 810 et 850 °C suivant le plan normal à Z

Quelques résultats quantitatifs, quant aux évolutions de la phase  $\alpha$  pendant la déformation, sont également donnés sur la Figure VI.9.

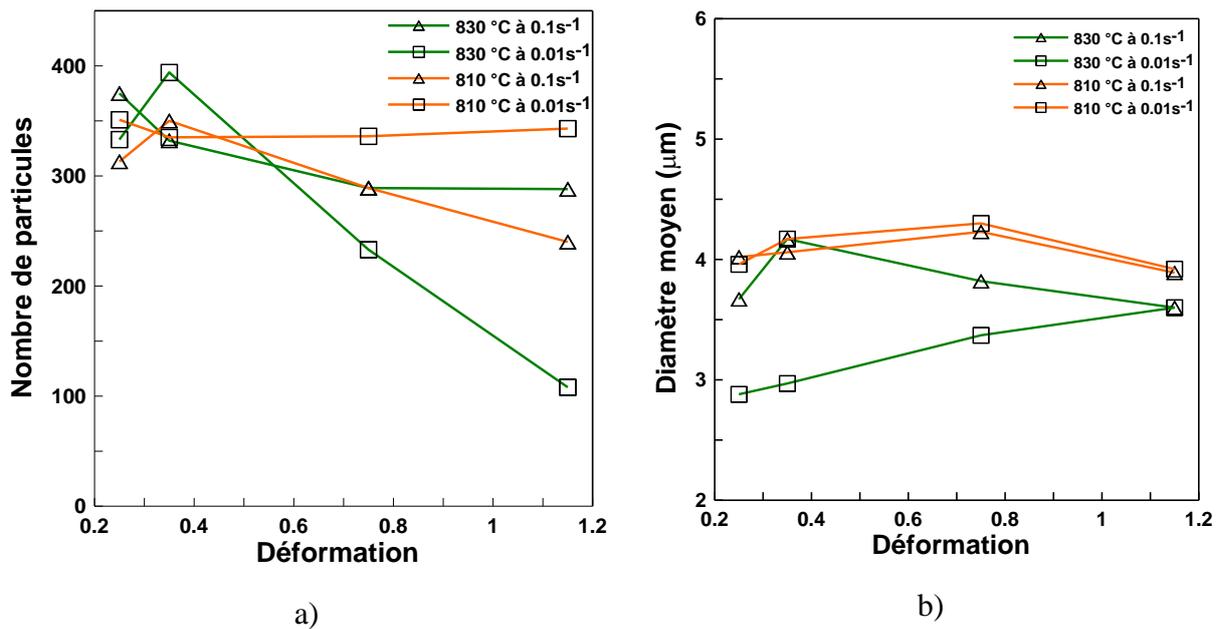


Figure VI.9 : Évolution du nombre de particules a) et du diamètre moyen des particules b) avec la déformation à 810 et 830 °C aux vitesses de 0,1 et 0,01 s<sup>-1</sup>

La figure ci-dessus montre les évolutions du nombre de nodules et de leur diamètre moyen avec la déformation à 810 et à 830 °C aux vitesses de 0,1 et 0,01 s<sup>-1</sup>. On remarque à 810° C et 0,1 s<sup>-1</sup> que le que nombre de particules augmente au début de la déformation, c'est-à-dire pour les déformations inférieures à 0,6 et au-delà de celle-ci une diminution du nombre de particules est remarquée. Celle-ci pourrait provenir de la dissolution des nodules par l'effet de l'échauffement de l'éprouvette pendant la déformation (Figure VI.9a). Sur la Figure VI.9b, on peut remarquer que le diamètre moyen des nodules varie très peu avec la déformation à 810 °C ; cependant à 830 °C, son évolution est plus complexe.

### VI.3.2 Microstructures de compression à la presse industrielle

La géométrie des éprouvettes bicônes avant déformation a déjà été présentée sur la Figure III.10. Le choix de ces dernières s'explique par un besoin de validation de la représentativité statistique, en termes de nombre de grains  $\beta$ , des éprouvettes de laboratoire (compression uniaxiale). La forme spécifique de ces éprouvettes induit, de plus, un gradient de déformation suivant le rayon de l'éprouvette ce qui favorise l'étude de la microstructure en fonction de la déformation, tout en assurant une vitesse de déformation presque homogène. Les éprouvettes bicônes permettent ainsi une confirmation des résultats obtenus sur les éprouvettes cylindriques.

Les résultats des simulations des essais de compression des lopins bicônes sont illustrés en Annexe 2. Une vitesse de déformation quasi-uniforme est remarquée sur les éprouvettes.

À partir des cartes de déformation, la déformation équivalente en fonction de la distance  $r$  à l'axe de l'éprouvette est portée sur la Figure .10.

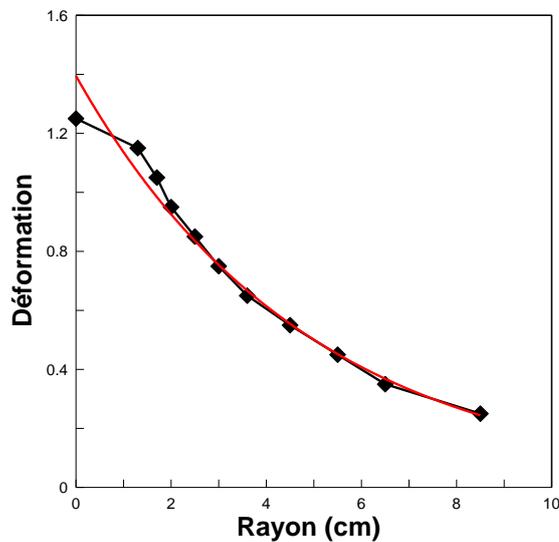


Figure VI.10 : Déformation finale calculée avec Forge en fonction de la distance à l'axe après compression d'une éprouvette bicône à 810 °C, à 0,1 s<sup>-1</sup> et  $\varepsilon = 1$

On remarque que la déformation atteinte suit une loi du type exponentielle décroissante :

$$\bar{\varepsilon} = A \exp(-Br) \quad (\text{VI.1})$$

avec  $A = 1,395$  et  $B = 0,205$ . Les modélisations des courbes contraintes déformations dans le domaine biphasé sont également données en Annexe 4.

Le programme décrit dans le Tableau VI.1 a été réalisé en vue d'étudier la microstructure des éprouvettes bicônes sur le matériau « billette », puis de comparer avec les résultats obtenus sur les échantillons cylindriques de laboratoire dans les mêmes conditions de déformation dans le domaine  $\alpha + \beta$ , à 830 °C et 810 °C.

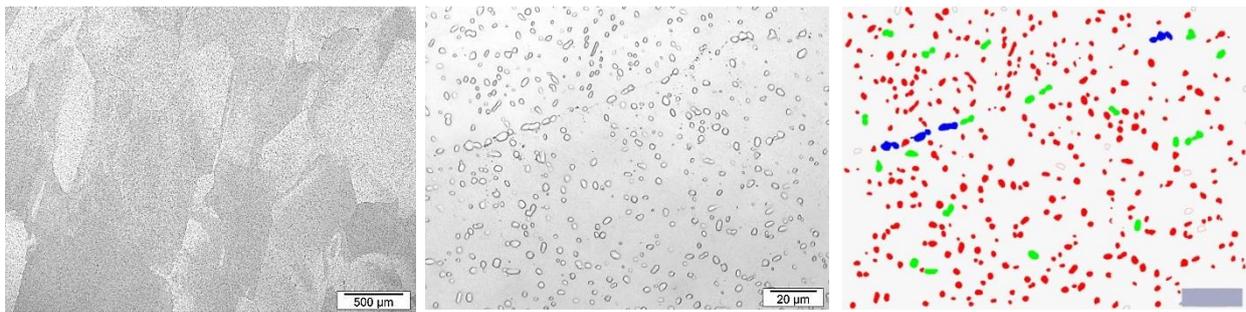
Tableau VI.1 : Programme d'essais sur éprouvettes bicônes

	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	
$T$ (°C)	10 <sup>-1</sup>	10 <sup>-2</sup>
830 ( $T_\beta - 10$ )	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>
810 ( $T_\beta - 30$ )	A <sub>3</sub>	A <sub>4</sub>

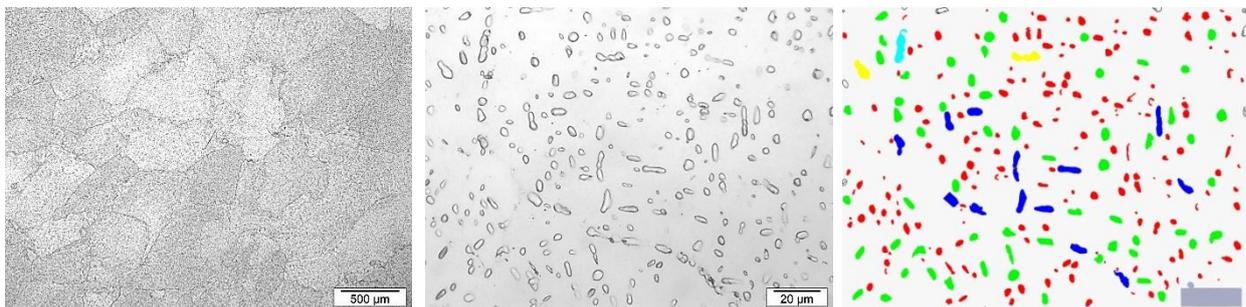
Les essais de compression isotherme des cylindres ont été effectués avec des tas portés à la température de l'essai. Il en va de même pour les essais sur éprouvettes bicônes, qui ont été menés sur la presse de 1 000 t à Gennevilliers (SNECMA). Un recuit de 7 h a été réalisé à la température de déformation, suivi de la déformation puis d'une trempe à l'eau immédiate autant que possible.

En raison de la taille des éprouvettes bicônes, nous considérons ces recuits comme équivalents à ceux de 6 h effectués sur les éprouvettes cylindriques avant déformation. Ainsi nous admettons que l'équilibre thermodynamique à la température de déformation est atteint avant la déformation.

Le transfert des éprouvettes du four à la presse est le plus rapide possible et ne dure que 15 s, ce qui permet la mise en place de la poudre de verre qui sert de lubrifiant en fondant. Le transfert vers le bac de trempe pour les éprouvettes A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> a pris environ 45 s et environ 1 min pour l'éprouvette A<sub>4</sub>. Par contre, l'éprouvette A<sub>3</sub> est restée collée au tas supérieur et n'a donc été trempée qu'au bout de 2 min. La même analyse que celle effectuée sur les éprouvettes de compression uniaxiale a été réalisée sur les micrographies des éprouvettes bicônes (Figure VI.11).



A<sub>1</sub> : 830°C,  $\varepsilon = 0,65$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



A<sub>2</sub> : 830 °C,  $\varepsilon = 0,65$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$

Figure VI.11 a : Micrographies optiques sur les éprouvette bicônes après une déformation  $\varepsilon = 0,65$  à 830 °C, observation suivant le plan normal à Z

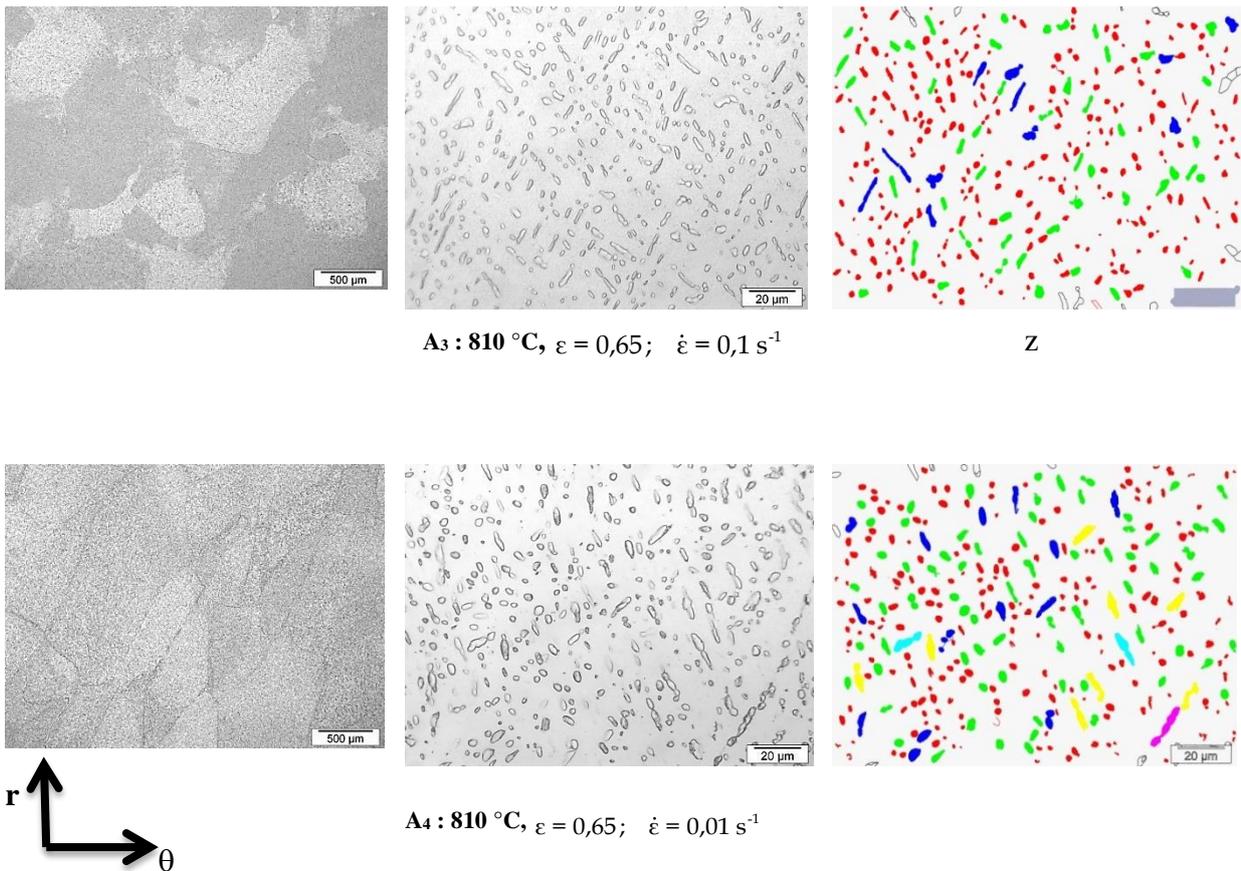
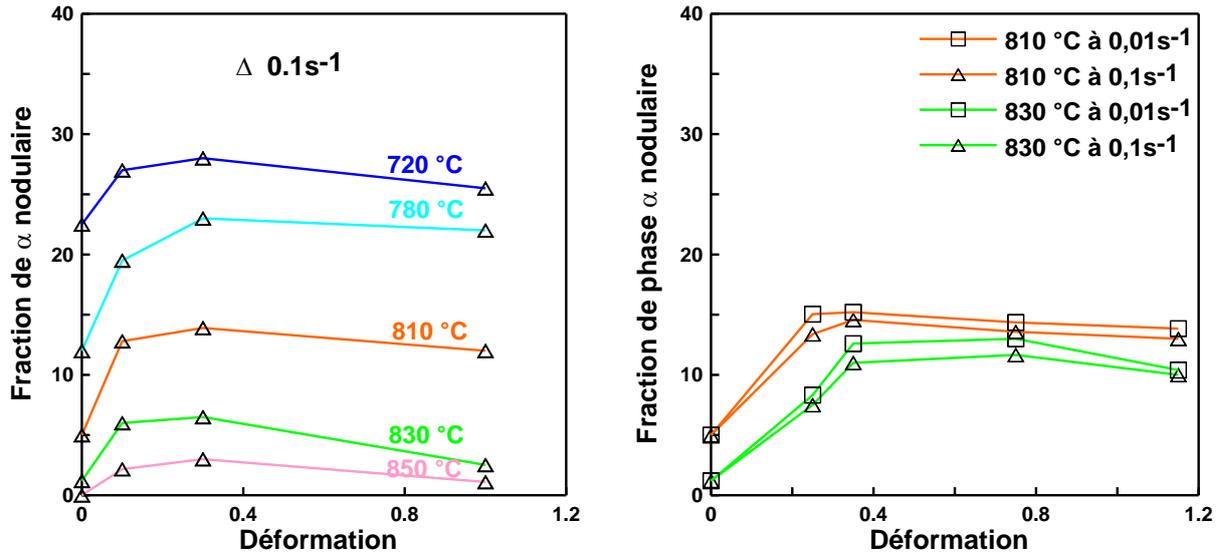


Figure VI.11 b : Micrographies optiques sur les éprouvette bicônes après une déformation  $\varepsilon = 0,65$  à  $810\text{ °C}$ , observation suivant le plan normal à Z

L'observation microscopique montre en premier lieu qu'aux températures étudiées, c'est-à-dire à  $810$  et  $830\text{ °C}$ , la morphologie des grains  $\beta$  est chaotique et reflète une forte hétérogénéité de la déformation à l'échelle des grains, comme si la phase  $\alpha$  aux joints de grains constituait un réseau rigide contraignant l'écoulement de la phase  $\beta$  plus molle (cf. Figure VI.11), comme nous l'avons déjà constaté sur les petites éprouvettes déformées en laboratoire. En second lieu, l'observation microscopique montre que la morphologie et la taille de la phase  $\alpha$  globulaire dans la microstructure initiale et dans la microstructure juste avant déformation, c'est-à-dire après recuit à la température de déformation, ne subissent pas de modification significative. La matrice  $\beta$  est encore métastable après trempe, sans aucune trace de martensite.

Aussi bien dans les essais antérieurs sur cylindres (Sous-Figure VI.12a) que dans les nouveaux essais sur bicônes, une augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  est observée (Sous-Figure VI.12b), dans la microstructure déformée.



a) Essais de compression sur cylindres      b) Essais de compression sur bicônes

Figure VI.12 : Variations de la fraction de phase  $\alpha$  nodulaire avec la déformation

L'augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  semble cependant se réduire lorsque la vitesse de déformation augmente, ce qui peut, au moins en partie, être lié à l'autoéchauffement. Ceci indique que pendant le traitement dans la région  $\alpha+\beta$ , à la fois la température, la vitesse de déformation et la déformation ont des effets sur la microstructure de l'alliage Ti-5553. Industriellement, cette observation est très importante, car elle suggère que même les petits échauffements induits par la déformation peuvent avoir des effets indésirables sur la microstructure, particulièrement aux grandes déformations. Cette sensibilité est également très notoire dans l'alliage Ti17 où de petites fluctuations de température provoquent un changement significatif de la microstructure.

### VI.3.3 Comparaisons des essais sur bicônes et des essais sur cylindres

La figure VI.13 montre les évolutions dynamiques — pendant la déformation — de la fraction des nodules  $\alpha$  dans les éprouvettes déformées à la presse industrielle (essais sur bicônes) et à l'aide de la machine de compression du laboratoire (cylindres).

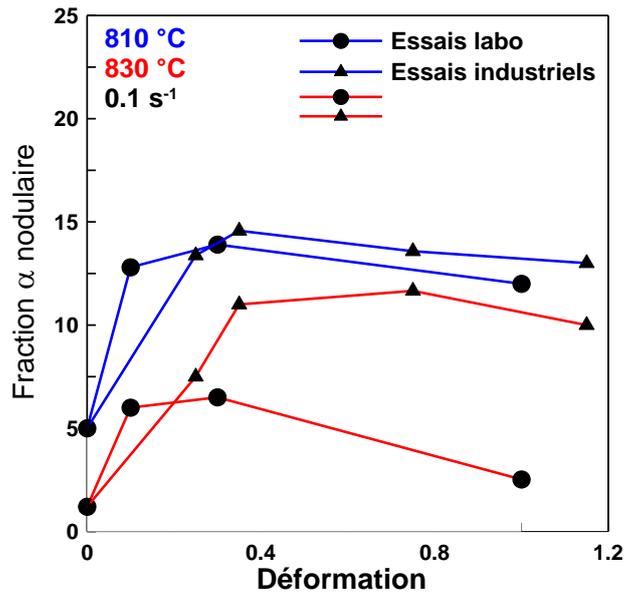


Figure VI.13 : Comparaison des essais sur presse industrielle et des essais sur la machine de compression. Les triangles pleins représentent les échantillons bicônes et les triangles vides représentent les échantillons cylindriques.

Nous remarquons qu'à 810 °C, pour la vitesse de déformation de  $0,1 s^{-1}$ , l'évolution de la fraction de nodules  $\alpha$  en fonction de la déformation est quasiment la même pour les deux types d'essais. Cependant à 830 °C, la fraction de nodules  $\alpha$  dans les essais sur bicônes semble nettement plus grande que celle obtenue sur les échantillons cylindriques dans les mêmes conditions.

L'analyse de ces évolutions permet d'également d'affirmer avec certitude qu'une augmentation de la fraction de nodules a eu lieu pendant la déformation. Cependant, les nodules qui se forment de manière dynamique sont difficilement identifiables par rapport à ceux qui étaient présents avant déformation.

## VI.4 Précipitation dynamique pendant la déformation dans le domaine $\beta$

### VI.4.1 Observations et analyses

Les microstructures des éprouvettes cylindriques juste avant déformation révèlent que la phase  $\alpha$  est complètement transformée en phase  $\beta$  après 30 min dans le four à 850 °C. Au-dessus de cette température, nous observons une transformation complète en  $\beta$  après 5 min dans le four. Une

croissance anormale de quelques grains  $\beta$  est observée aux températures élevées lorsque la quantité de phase  $\alpha$  est faible. La croissance des grains devient plus stable après 15 min.

Par ailleurs, sur le matériau déformé, une augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  nodulaire est observée. À 850 °C, soit une température juste au-dessus du *transus* ( $T_{\beta}+10$ ), où l'on n'observait pas de nodules  $\alpha$  à l'état initial, ces nodules sont apparus au cours de la déformation (Figures VI.8 et VI.14) par précipitation dynamique. Du point de vue morphologique, la phase décelée ressemble à de la phase  $\alpha$  primaire obtenue pendant le traitement thermomécanique initial sur l'état de livraison « billette », ainsi que sur les états après recuits de 6 h.

Cette précipitation dynamique n'est pas signalée dans la bibliographie sur l'alliage Ti-5553, mais elle est déjà évoquée par [Dehghan-Manshadi et Dippenaar \(2011\)](#) sur le Ti-6246. Une identification de cette phase nodulaire a été effectuée en utilisant d'autres techniques que la microscopie optique telles que les RX , l'EDX et le MET.

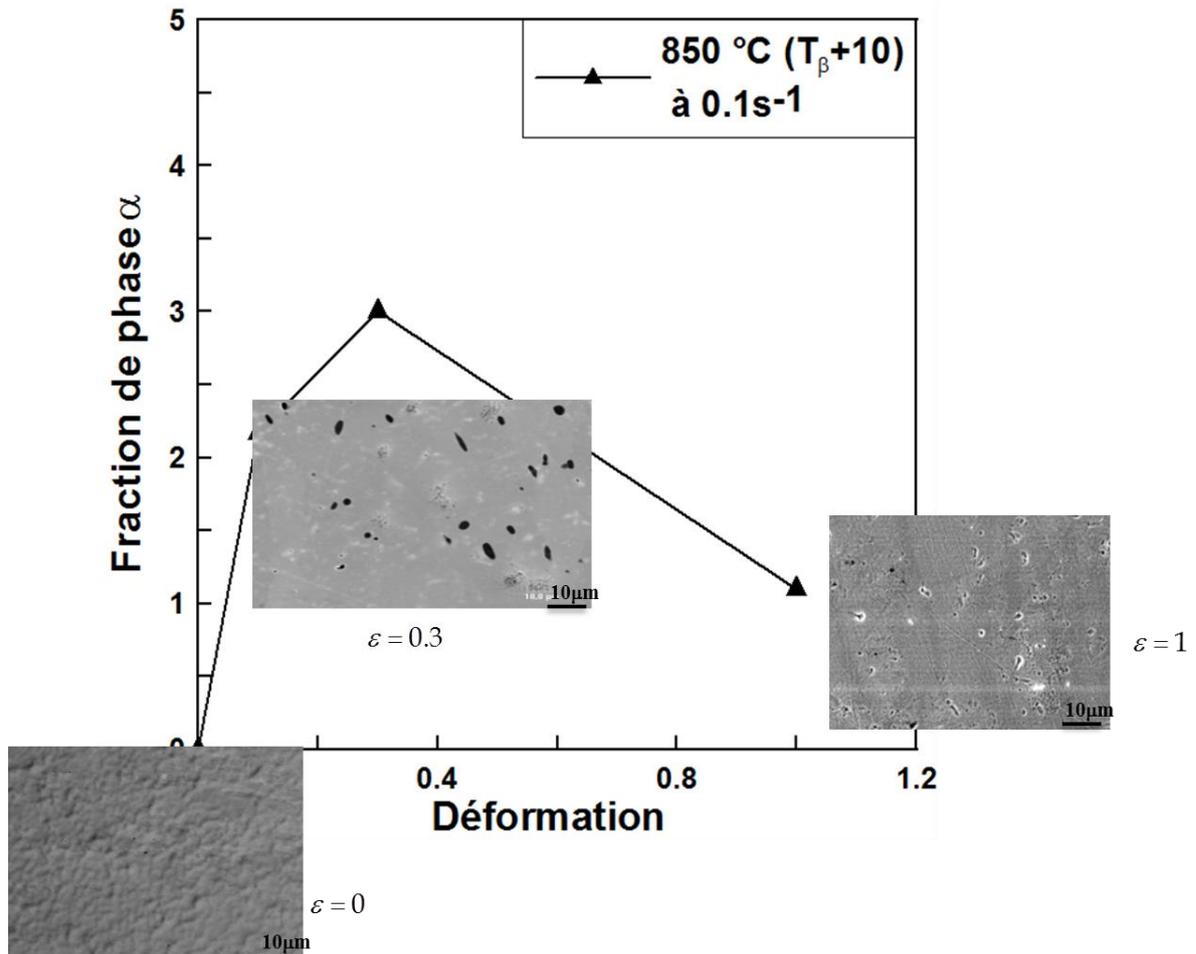


Figure VI.14 : Précipitation dynamique de phase nodulaire à 850 °C

## VI.4.2 Identification de la phase apparue pendant la déformation

### VI.4.2.1 Identification par rayons X

Pour identifier cette phase qui apparaît pendant la déformation, l'état initial et l'état après traitement de 6 h à 850 °C ont été analysés par diffraction des rayons X, pour identifier les phases présentes et caractériser leurs structures cristallines, c'est-à-dire déterminer leurs paramètres de maille. En outre, des mesures ont été faites sur les états déformés et particulièrement à 850 °C c'est-à-dire à  $T_{\beta} + 10$ .

L'analyse par RX du matériau à l'état de livraison montre deux phases principales  $\alpha$  (hexagonale) et  $\beta$  (cubique centrée) (Figure VI.15).

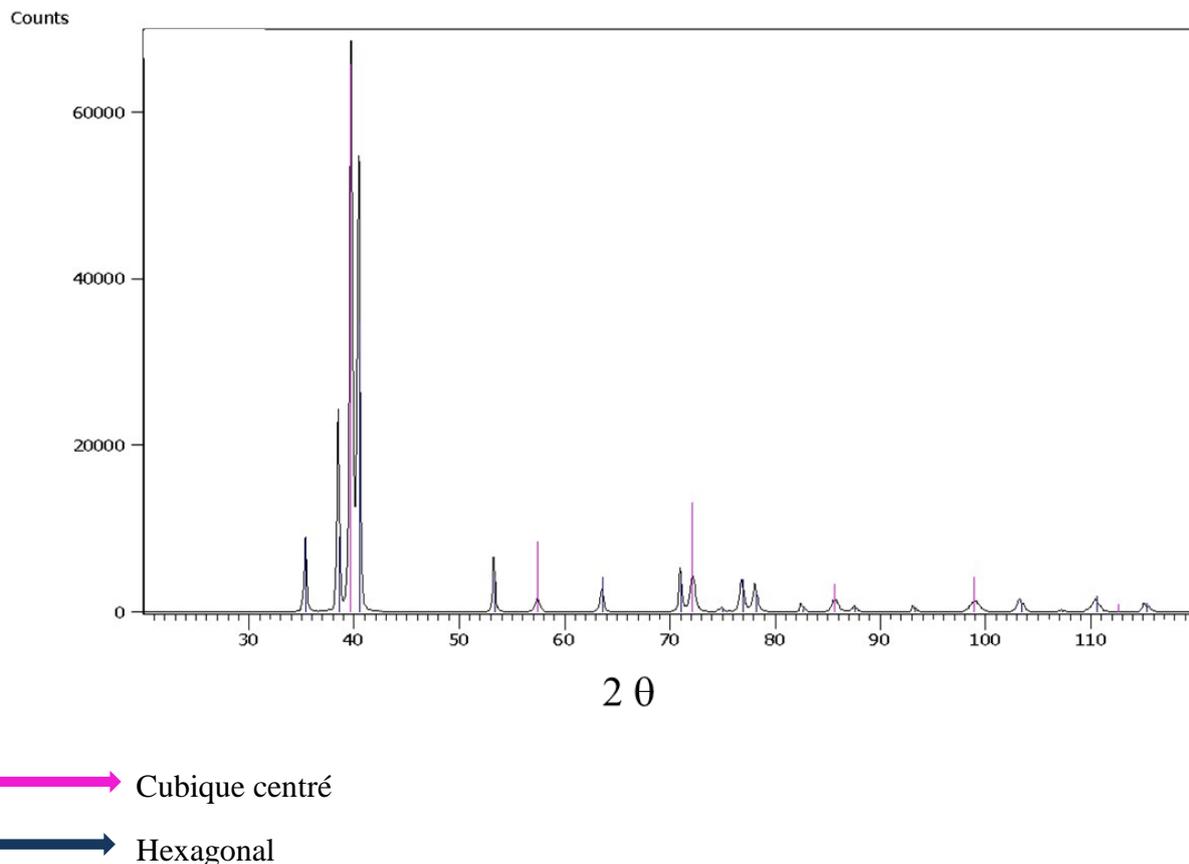
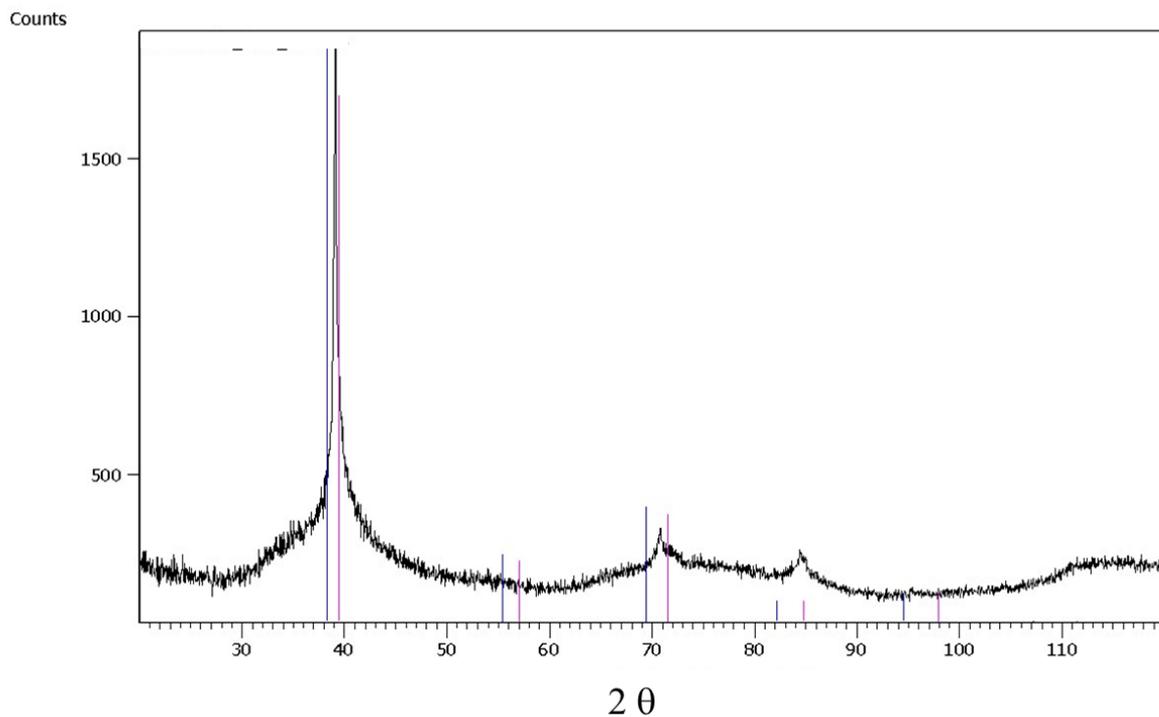


Figure VI.15 : Diffractogramme du matériau à l'état de livraison (anticathode de cuivre)

Un dosage semi quantitatif donné par le logiciel Highscore estime les pourcentages volumiques des phases à 54 %  $\beta$  et 46 %  $\alpha$  (néanmoins, l'observation de l'enregistrement montre un léger effet de texture non corrigé pour le calcul de l'estimation faite à partir des pics observés).

Ces valeurs ont été également comparées avec celles issues des analyses d'images réalisées sur des micrographies optiques. On remarque que les valeurs des fractions de phase  $\alpha$  obtenues aux rayons X sont supérieures à celles trouvées avec le traitement d'image optique sur les états du matériau brut. Ceci s'explique par la prise en compte des phases  $\alpha$  primaire et secondaire par les rayons X, ce qui n'est pas forcément le cas avec l'analyse optique.

Sur l'état recuit 6 h à 850 °C ( $T_{\beta}+10$ ), une seule phase est observée :  $\beta$  cubique centrée (Figure VI.16). Cependant, pour cet échantillon, les grains sont très gros et tous les pics n'apparaissent donc pas.

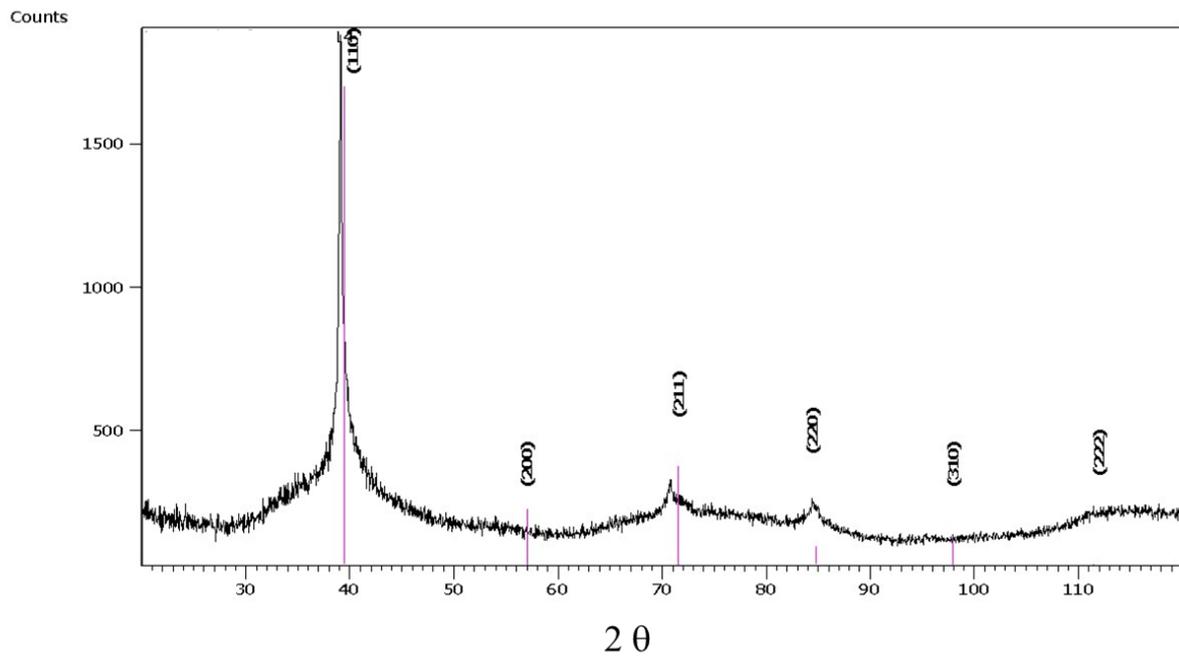


→ Cubique centré

→ Hexagonal

Figure VI.16 : Diffractogramme du matériau après 6 h de recuit à 850 °C ( $T_{\beta} + 10$ )

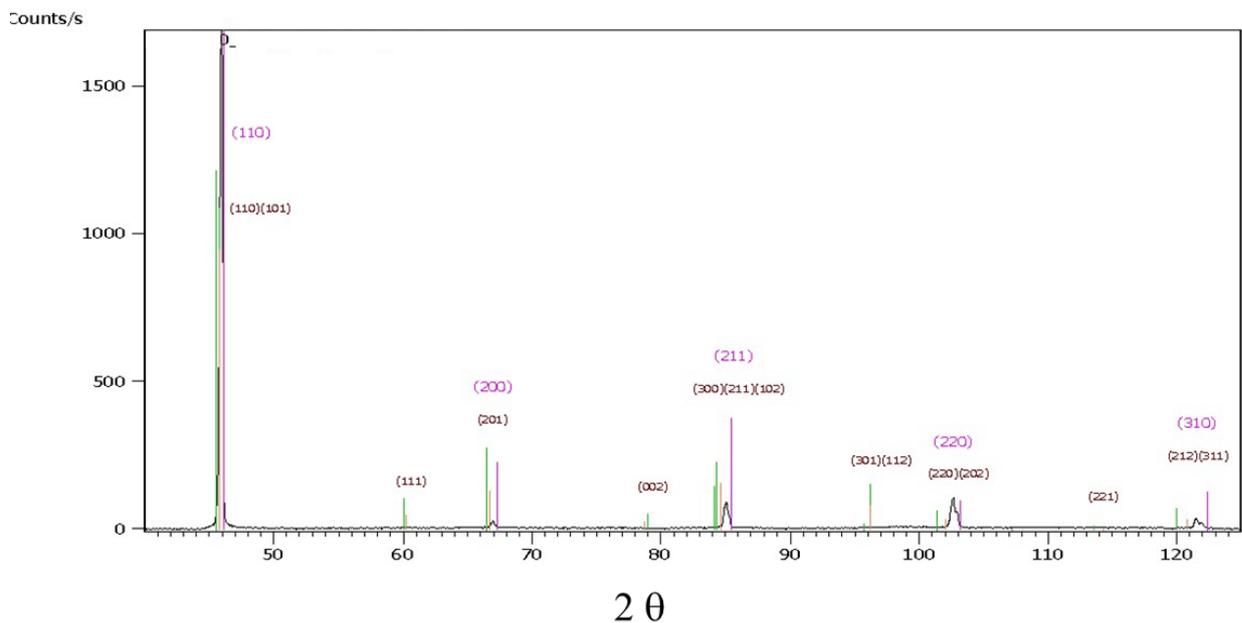
Une autre mesure sur une zone plus étendue de l'échantillon donne d'autres pics (de la même phase) à cause de la différence de positionnement de l'échantillon (Figure VI.17a). Le diagramme montre des pics correspondant à une phase cubique centrée à gros grains (paramètre de phase 3,23 Å).



- Cubique centré
- Hexagonal ( $\omega$ )
- Hexagonal classique

Figure VI.17 a : Diffractogrammes à 850 °C ( $T_{\beta+10}$ ) à 0,1 s<sup>-1</sup> (avant déformation)

L'analyse par RX des échantillons déformés dans le domaine  $\alpha + \beta$  montre la présence de deux phases principales,  $\alpha$  (hexagonale) et  $\beta$  (cubique centrée) dont les pics (200) et (310) de la phase  $\beta$  sont déplacés par rapport à leur position pour le titane pur. Les pics  $\beta$  sont très larges et se superposent aux pics plus faibles de la phase  $\alpha$ . Les deux tracés montrent les positions théoriques des pics des phases  $\alpha''$  (orthorhombique) et  $\omega$  (hexagonale) (Figure VI.17b).



- Cubique centré
- Hexagonal ( $\omega$ )
- Hexagonal classique
- Orthorhombique ( $\alpha''$ )

Figure VI.17 b : Diffractogrammes à 850 °C ( $T_{\beta+10}$ ) à 0,1 s<sup>-1</sup> (après déformation)

Juste au-dessus du *transus*, c'est-à-dire à 850 °C, les échantillons déformés ont également été observés dans le but d'identifier les nodules observés au microscope optique et au MEB.

La confrontation des différents diagrammes est effectuée sur la Figure VI.17 b. On observe en noir les pics expérimentaux, la phase  $\omega$  hexagonale est repérée par les traits verticaux en vert, la phase cubique en rose, et la phase hexagonale en orange.

La phase  $\omega$  de structure hexagonale a des paramètres légèrement différents de ceux obtenus expérimentalement. Certains pics observés correspondent assez bien aux pics théoriques de la phase  $\beta$ , tandis que d'autres sont absents. Des mesures complémentaires ont permis de vérifier que ces absences proviennent de la texture et du faible nombre de grains analysés (Figure VI.17 b).

En définitive, les pics (autres que ceux de la phase  $\beta$ ) expérimentaux sont proches des pics théoriques de la phase  $\alpha$ , néanmoins certains pics sont absents (Figure VI.17). Ceci pousse à interpréter les nodules observés, qui se sont formés pendant la déformation, comme de la phase  $\alpha$ . On remarque sur la Figure VI.17 b que la seule phase présente en dehors de la phase  $\beta$  est la phase  $\alpha$  formée dynamiquement que l'on cherche à identifier. En effet le matériau à l'état initial, c'est-à-dire après recuit de 6 h à 850 °C, est entièrement  $\beta$  (Figure VI.16, Figure VI.17a).

#### **VI.4.2.2 Identification par microscopie électronique en transmission**

##### **VI.4.2.2.1. État après recuit à 850 °C (sans déformation)**

Les états avant déformation, c'est-à-dire après traitement de recuit de 6 h à 850 °C ont été analysés au MET, dans le but de distinguer les phases présentes avant l'étape de déformation à  $T_{\beta} + 10$ . Les Sous-Figures VI.18 a, b, c, et d montrent à la fois les images obtenues en champ clair et les diagrammes de diffraction correspondants.

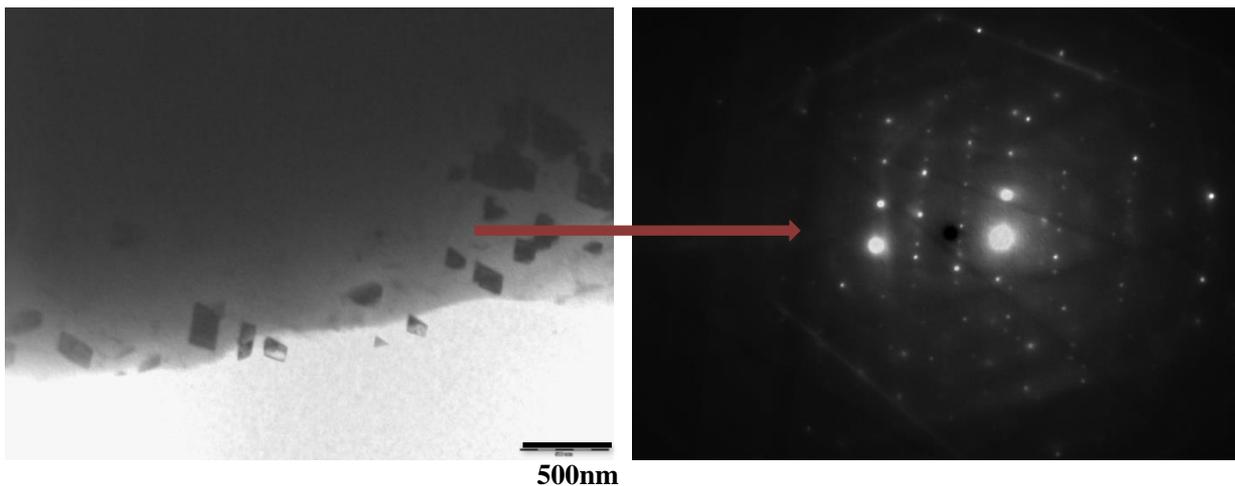


Figure VI.18 a : Micrographie en microscopie électronique en transmission de l'échantillon non déformé après traitement de 6 h à 850 °C et diagramme de diffraction correspondant à la zone observée a

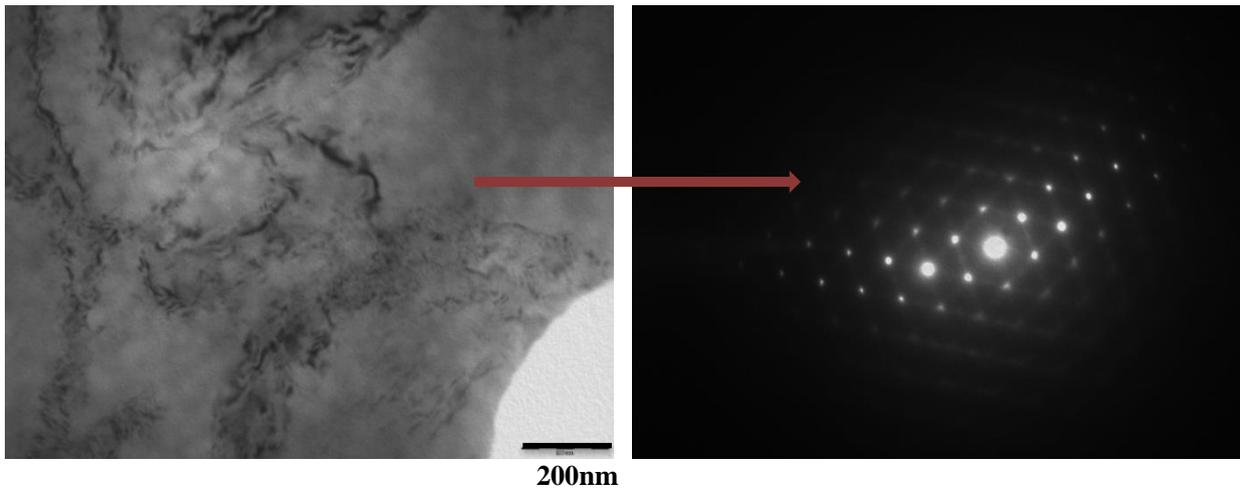


Figure VI.18 b : Micrographie en microscopie électronique en transmission de l'échantillon non déformé après traitement de 6 h à 850 °C et diagramme de diffraction correspondant à la zone observée b

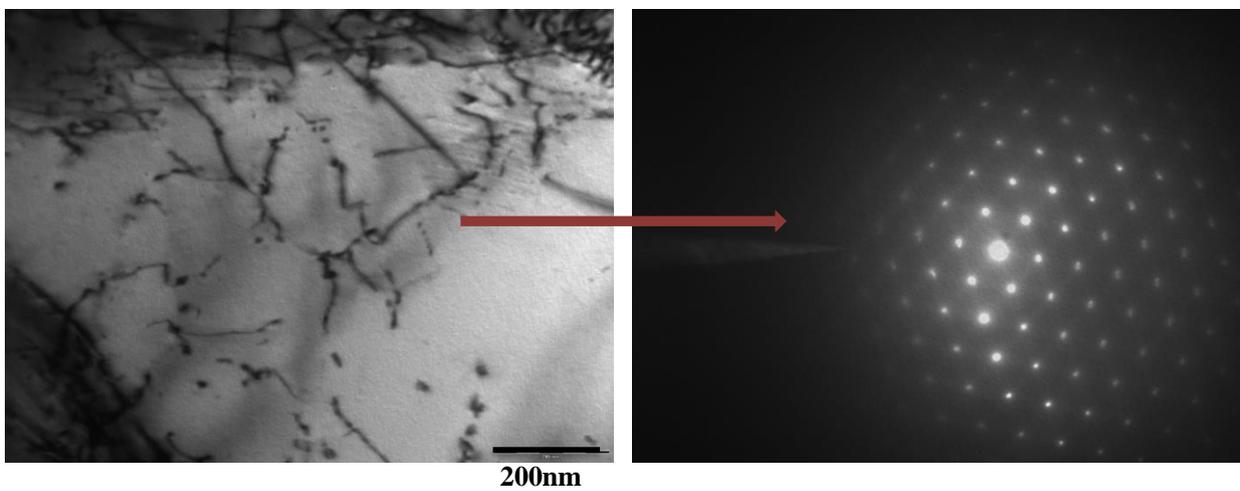


Figure VI.18 c : Micrographie en microscopie électronique en transmission de l'échantillon non déformé après traitement de 6 h à 850 °C et diagramme de diffraction correspondant à la zone observée c

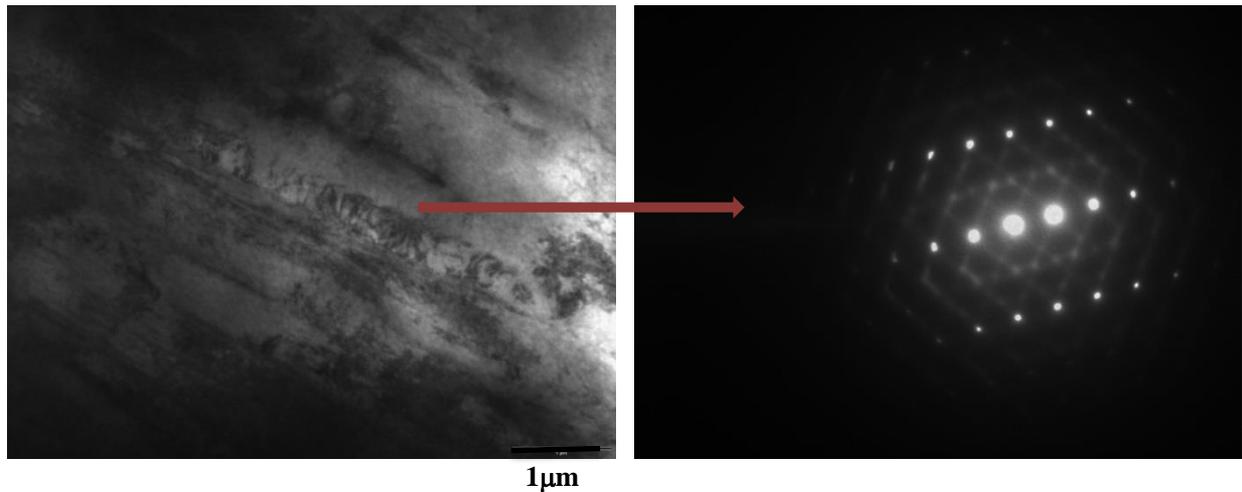
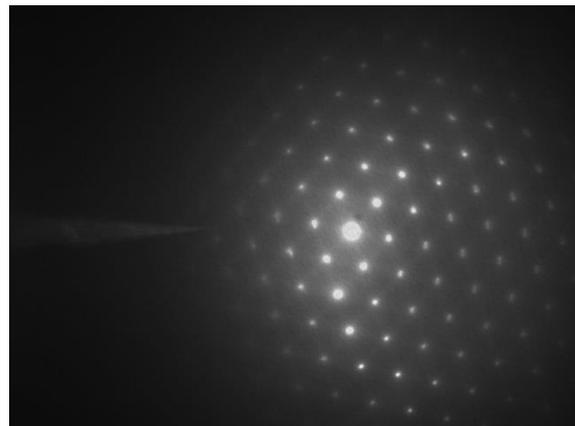
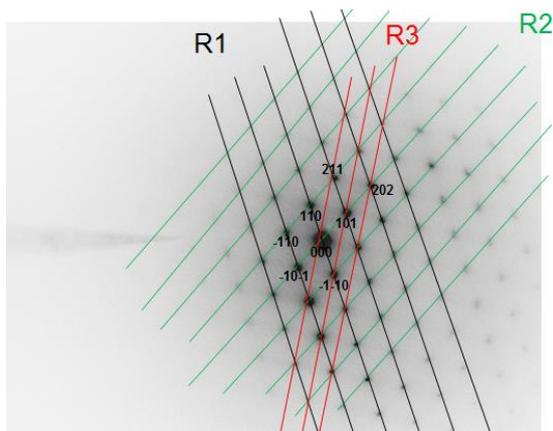


Figure VI.18 d : Micrographie en microscopie électronique en transmission de l'échantillon non déformé après traitement de 6 h à 850 °C et diagramme de diffraction correspondant à la zone observée d

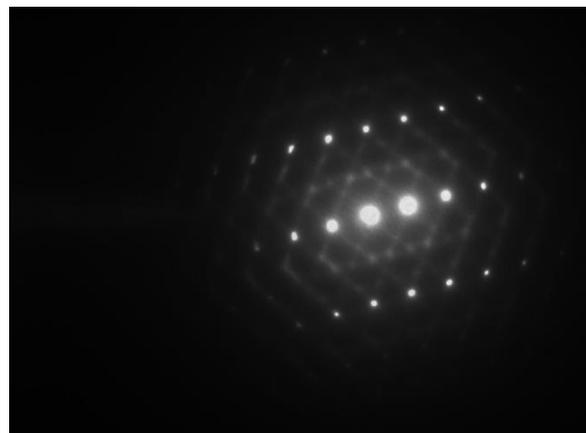
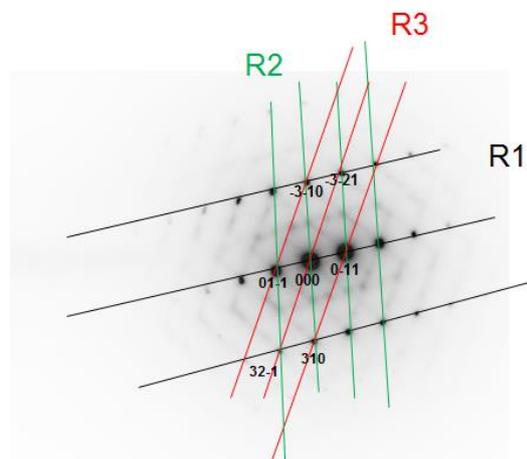
On peut remarquer sur ces images la présence de dislocations (Sous-Figures VI.18 a, VI.18 b et VI.18 c), mais aussi des précipités intermétalliques semi-cohérents avec la matrice (Sous-Figure VI.18 a). Par contre comme attendu, aucun nodule  $\alpha$  n'est observé sur cet état.

Des bandes avec des orientations différentes de la matrice sont également remarquées à la Figure VI.18d, celles-ci semblent être des micromacles, qui pourraient provenir du cycle thermo-mécanique antérieur subi par le matériau.

L'analyse des diagrammes de diffraction correspondants aux images des Figures VI.18 c, et VI.18d suggère une structure cubique centrée avec un paramètre de maille de l'ordre de 3,24 Å (Figure VI.19). Celui-ci est proche du paramètre de maille du titane cubique qui est environ de 3,32 Å.



L'axe de zone est  $[-111]$



L'axe de zone est  $[133]$

Figure VI.19 : Identification des diagrammes de diffraction obtenus après traitement de 6 h à 850 °C

#### VI.4.2.2.2. État déformé ( $\varepsilon = 1$ ) à 850 °C et à 0,1 s<sup>-1</sup>

Sur les états après déformation à 850 °C, le même travail a été réalisé. Cependant, après l'étape d'amincissement, nous n'avons pas obtenu de lames exploitables. Ceci nous a poussé à utiliser une autre technique de préparation qui est le faisceau d'ions focalisés FIB (Focused Ion Beam).

Le but de cette technique est d'usiner une lame mince d'épaisseur constante à l'échelle nanométrique dans une zone précise d'un échantillon. C'est ainsi que nous avons prélevé une lame en «U» dans une zone déformée de  $\varepsilon = 1$ , comme indiqué sur les Figures VI.20 et VI.21.

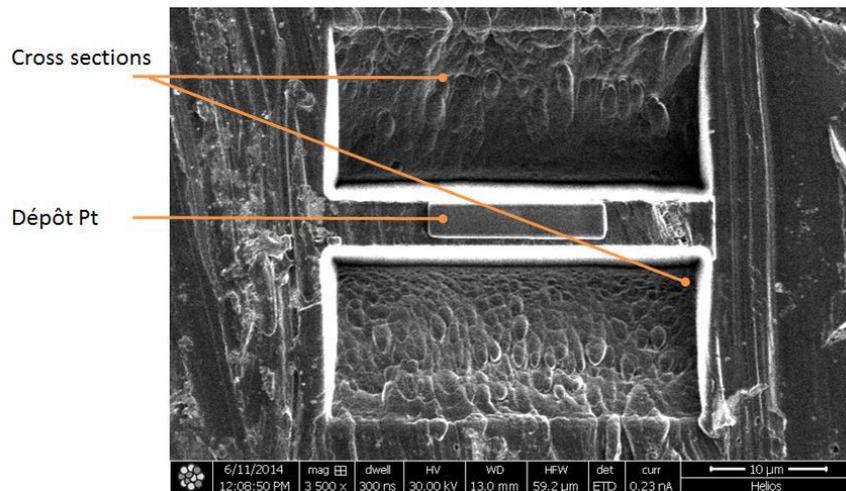


Figure VI.20 : Dépôt de Pt et cross section

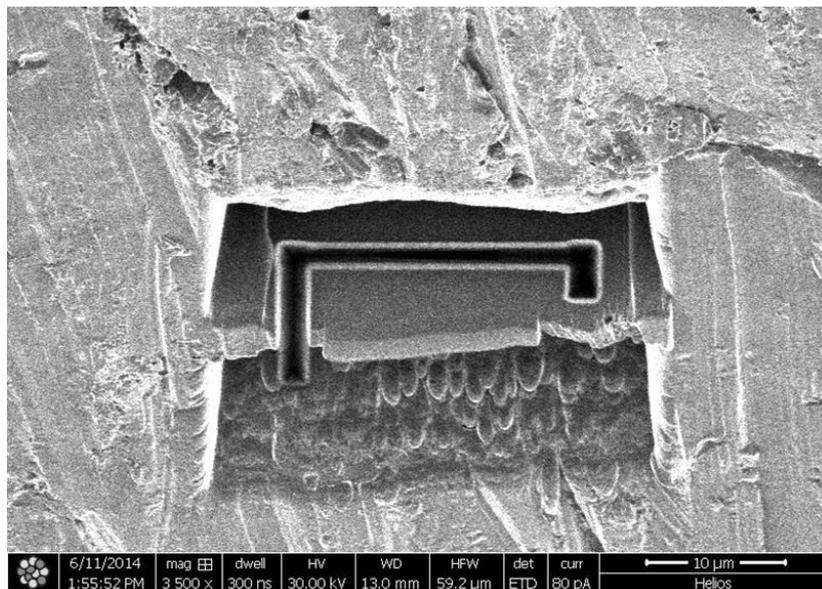


Figure VI.21 : Découpe de la lame en « U »

La technique de préparation consiste à creuser, à l'aide d'un faisceau d'ions, deux tranchées parallèles de part et d'autre de la zone de l'échantillon que l'on veut prélever. Le mur résultant constitue la lame mince à faces parallèles.

L'instrument FIB (Focused Ion Beam) utilisé ici est constitué d'une colonne ionique montée dans un microscope électronique à balayage. Le faisceau d'ions permet d'une part d'usiner l'échantillon, et d'autre part de faire une image soit électronique soit ionique (selon les détecteurs à disposition) pour contrôler l'usinage. La gravure ionique est suivie in situ par le microscope électronique (Figure VI.20). Les machines FIB travaillent généralement avec des ions gallium d'énergie comprise entre 1.5 et 30 kV. La taille de la sonde ionique est de l'ordre de 20 nm. Une

source d'évaporation métallique (platine, tungstène, ...) est incluse dans l'appareil pour déposer un film protégeant la surface à usiner. Le FIB peut être équipé d'un micromanipulateur interne pour l'extraction de la lame comme montré sur la Figure VI.22. Après l'étape d'amincissement, des observations STEM ont été réalisées sur la lame.

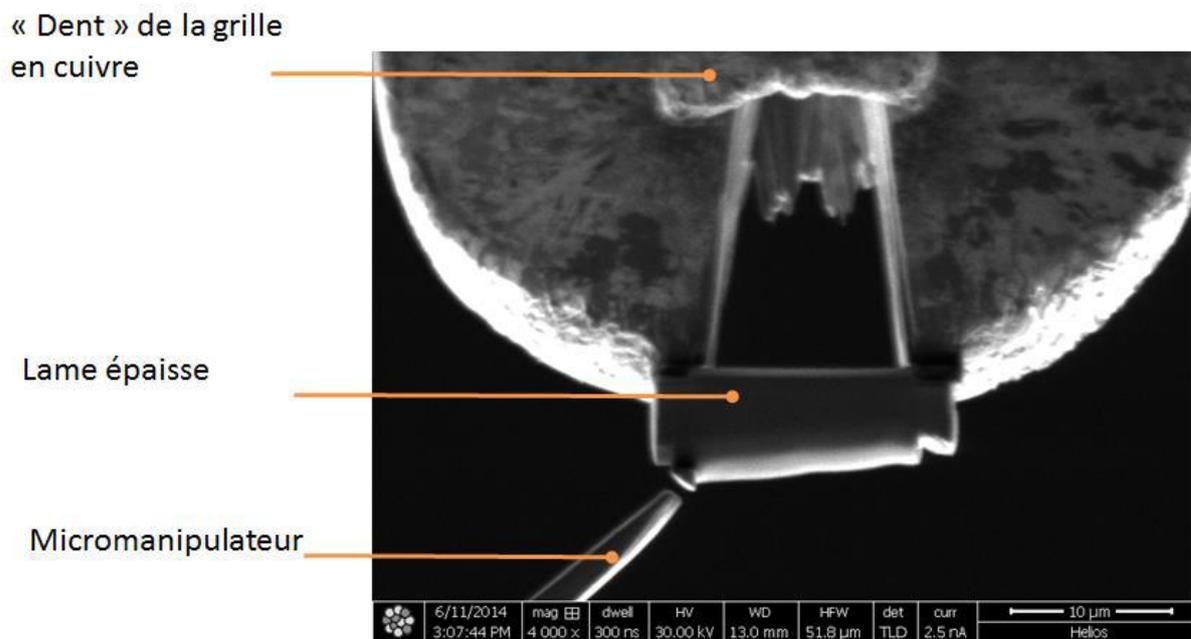


Figure VI.22 : Micromanipulateur interne pour l'extraction de la lame

Le détecteur STEM est composé de plusieurs anneaux. Il n'est inséré qu'après avoir disposé l'objet sur un support spécifique. La géométrie de l'ensemble ne permet pas de rotation de l'objet. Les dénominations BF, DF et HAADF, correspondent respectivement à des contrastes obtenus sur le disque central du détecteur, sur un ou plusieurs des quatre anneaux intérieur et enfin sur l'anneau extérieur.

Les images de la Figure VI.23 sont obtenues sur la lame, montrant ainsi une structure très écrouie avec la présence de dislocations dans le matériau.



Figure VI.23 : Image en STEM en mode « BF » de l'état déformé à 850 °C

En outre, nous pouvons remarquer également la présence d'un nodule avec une orientation différente de la matrice dans la zone encadrée (cf. Figure VI.23).

Un essai a été réalisé en TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) sur cet échantillon dans le but d'identifier le nodule. La TKD est un mode d'analyse similaire à l'EBSD ; en effet dans cette méthode sont analysées les positions de bandes de Kikuchi obtenues par des cônes de diffraction d'électrons, non pas rétrodiffusés (back scattered), mais diffusés en transmission (forward scattered). Les Figures VI.24 et VI.25 montrent les résultats de l'indexation de la matrice et du nodule.

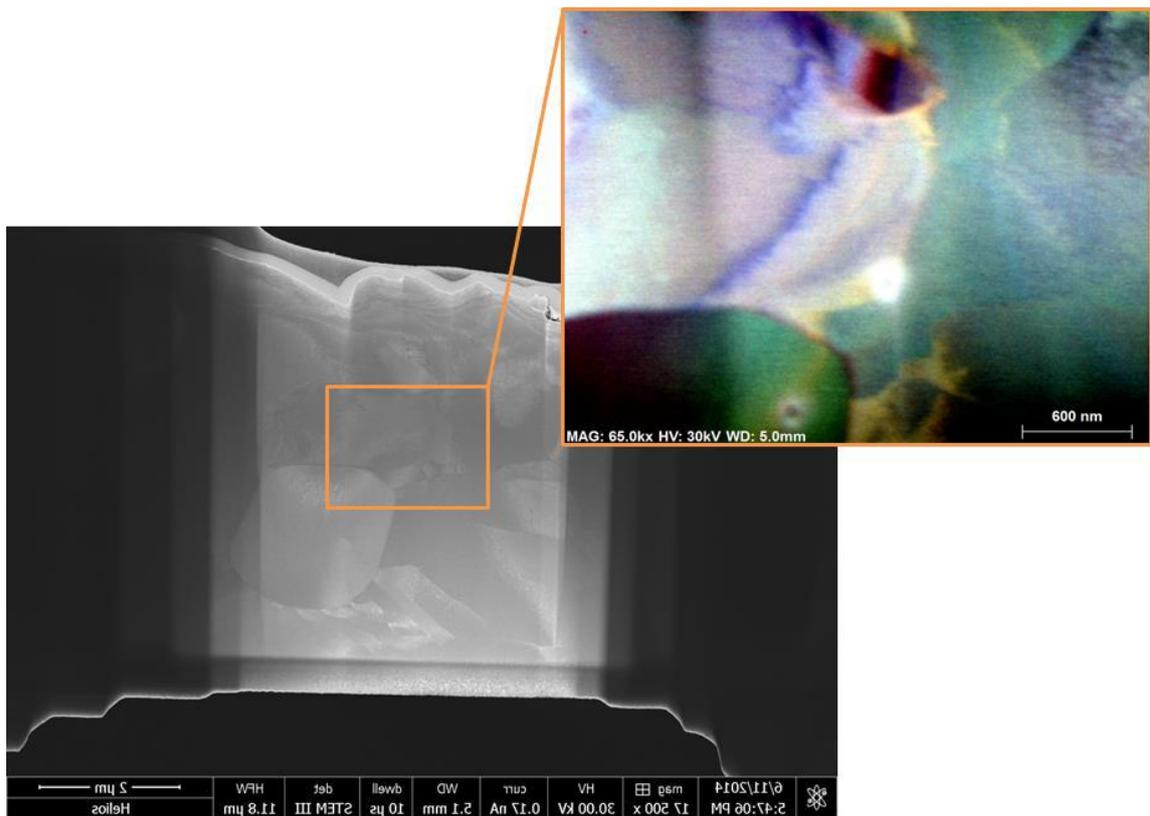


Figure VI.24 : Image en FSD (en haut à droite) d'une partie de la partie amincie de la lame prélevée

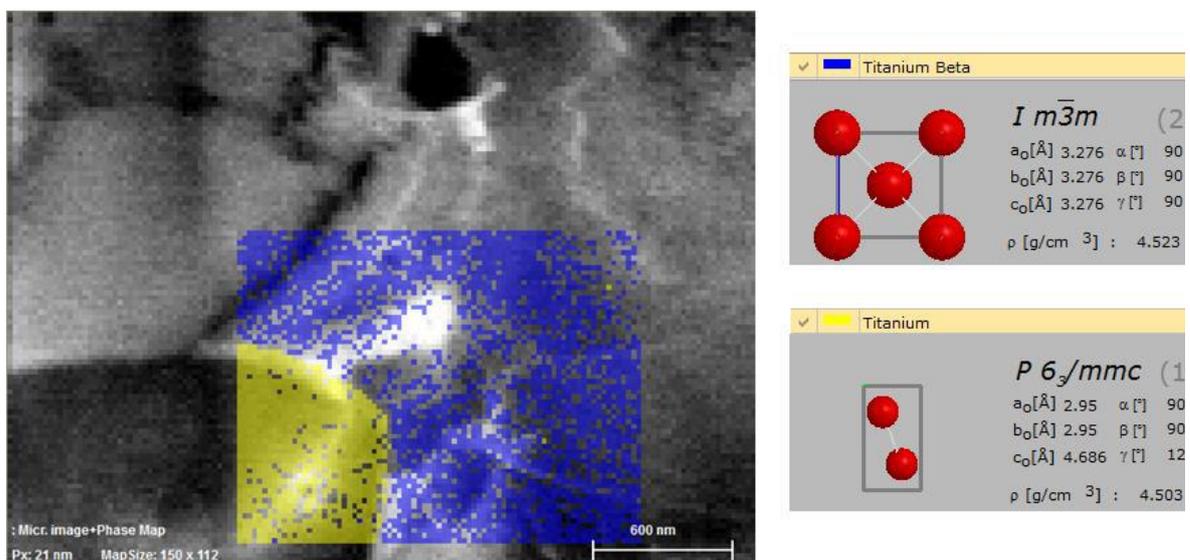


Figure VI.25 : À gauche : emplacement et résultat de l'analyse TKD, en termes de phases. à droite : structures de référence choisies (Ti  $\beta$  en bleu et Ti  $\alpha$  en jaune)

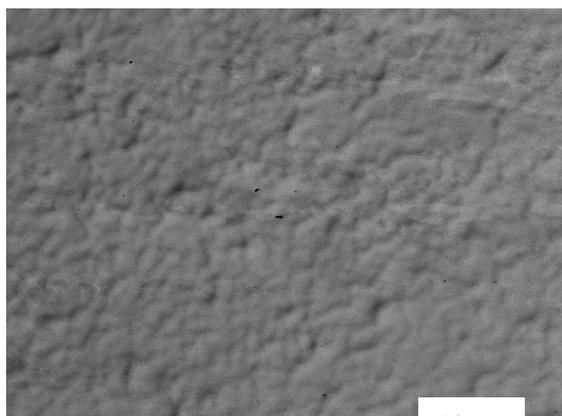
L'acquisition en TKD réalisée sur une partie de la zone imagée en FSD sur la Figure VI.24 montre la présence des deux phases, comme illustré sur la Figure VI.25. La phase  $\beta$  est repérée en bleu, l'autre phase (en jaune) est compatible avec le réseau cristallin hexagonal de la phase  $\alpha$ . Comme l'indexation d'autres phases n'a pas été tentée, il ne s'agit que d'un indice concordant sur la nature de la phase apparue dynamiquement. Toutefois, le doute résiduel est faible car neuf bandes ont été indexées.

#### **VI.4.2.3 Identification à l'aide des diagrammes de Kikuchi**

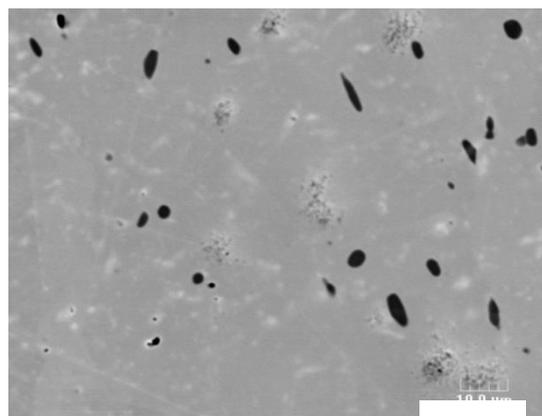
L'Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) a également été pratiquée après différentes conditions de déformation pour d'une part évaluer l'effet de la déformation, de la vitesse de déformation et de la température sur la microstructure, et d'autre part avoir une confirmation sur la nature de la phase précipitée dynamiquement pendant la déformation. Les résultats sont présentés en Annexe 3 pour les déformations dans le haut domaine monophasé  $\beta$  (température supérieure 850 °C) et pour les déformations dans le domaine biphasé.

L'analyse des résultats obtenus après une compression ( $\varepsilon = 1$ ) à la vitesse de  $0,1 \text{ s}^{-1}$  montre, de manière identique à la métallographie optique, des grains  $\beta$  très allongés pour les échantillons déformés à 900 °C et 990 °C. De nombreuses dentelures et de nouveaux petits grains apparaissent et prouvent le début d'un phénomène de recristallisation dynamique continue.

À de plus grandes déformations et à des vitesses de déformation relativement élevées, la plupart des auteurs observent une augmentation du nombre de nouveaux grains. Dans le cas présent, on remarque à certains endroits des sous-grains formés à proximité des joints des grains  $\beta$ . Cependant à 850 °C, les observations des éprouvettes avant et après déformation montrent l'apparition de nodules dans certains grains (Figure VI.26). Ceux-ci se sont formés pendant la déformation.



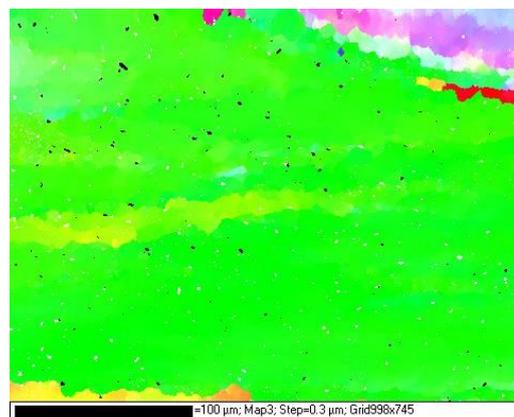
Micrographie MEB avant déformation



Micrographie en électrons rétrodiffusés après déformation à  $\epsilon = 1$  et à  $0,1 \text{ s}^{-1}$



Carte EBSD colorée en IPF avant déformation

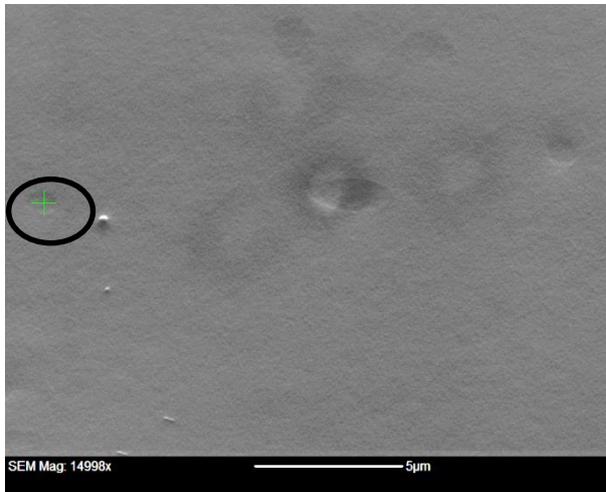


Carte EBSD colorée en IPF

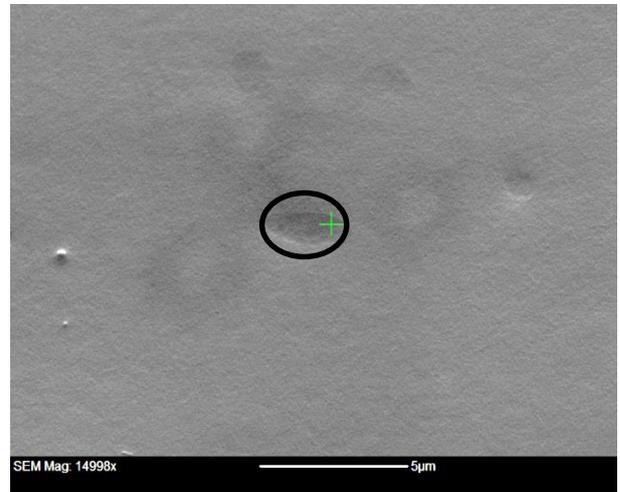
Figure VI.26 : Micrographies MEB (en rétrodiffusion) et EBSD avant et après déformation de  $\epsilon = 1$  à  $850 \text{ °C}$  et  $0,1 \text{ s}^{-1}$

Pour identifier ces nodules, des observations à fort grandissement ont été réalisées à l'aide de la technique EBSD et les diagrammes de Kikuchi de quelques nodules ont été enregistrés en prenant en compte les différentes phases susceptibles de se former pendant la déformation. Ainsi, comme indiqué dans la littérature pour les alliages  $\beta$ -métastables, les phases  $\alpha$  et  $\alpha''$  peuvent se former pendant la déformation mais également la phase  $\omega$  pendant le traitement thermique.

L'indexation de deux nodules 1 et 2 (Figure VI.27) en prenant en compte dans le logiciel HKL les différentes phases de manière isolée a permis d'enregistrer les diagrammes de Kikuchi correspondants, afin de les comparer comme le montrent les Figures VI.28 et VI.29.



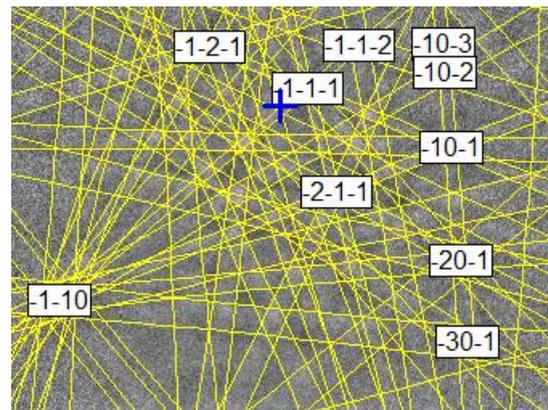
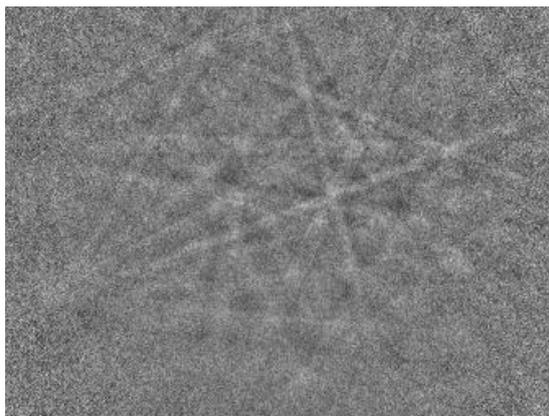
Nodule N°1 marqué en vert



Nodule N°2 marqué en vert

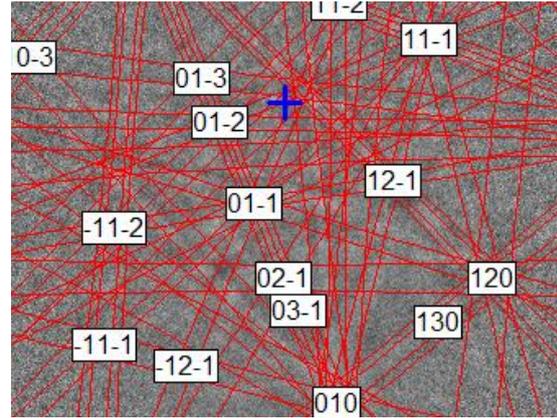
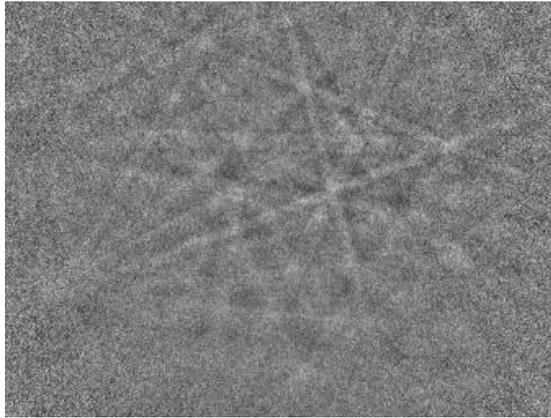
Figure VI.27 : Identification des nodules N° 1 et N° 2

VI.4.2.3.1. Nodule N° 1

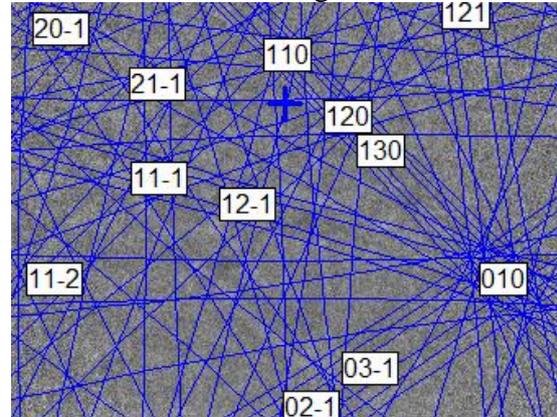
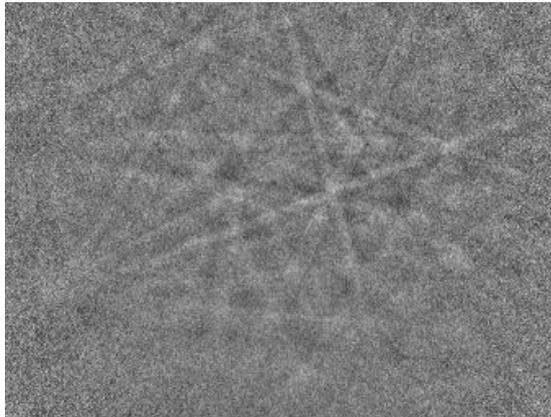


Ti  $\alpha$  hexagonal

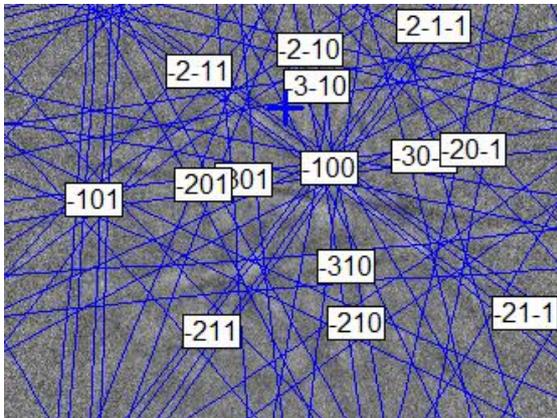
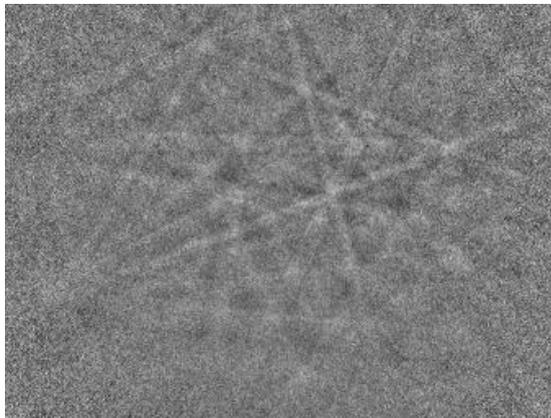
Figure VI.28 a : Diagrammes de Kikuchi expérimental et calculé du nodule N° 1 à partir du logiciel HKL pour la phase  $\alpha$



Ti  $\omega$  hexagonal



Ti  $\alpha''$  orthorhombique



Ti  $\beta$  cubique

Figure VI.28 b : Diagrammes de Kikuchi expérimental et calculés du nodule N°1 à partir du logiciel HKL pour les phases  $\omega$ ,  $\alpha''$  et  $\beta$

Il est important de signaler ici que ces diagrammes sont tous réalisés avec le même nombre de bandes (9 bandes). Au de-là de neuf bandes, seule l'indexation avec la phase  $\alpha$  donne des résultats, pour les autres phases, le calcul ne donne pas de solutions.

VI.4.2.3.2. Nodule N°2

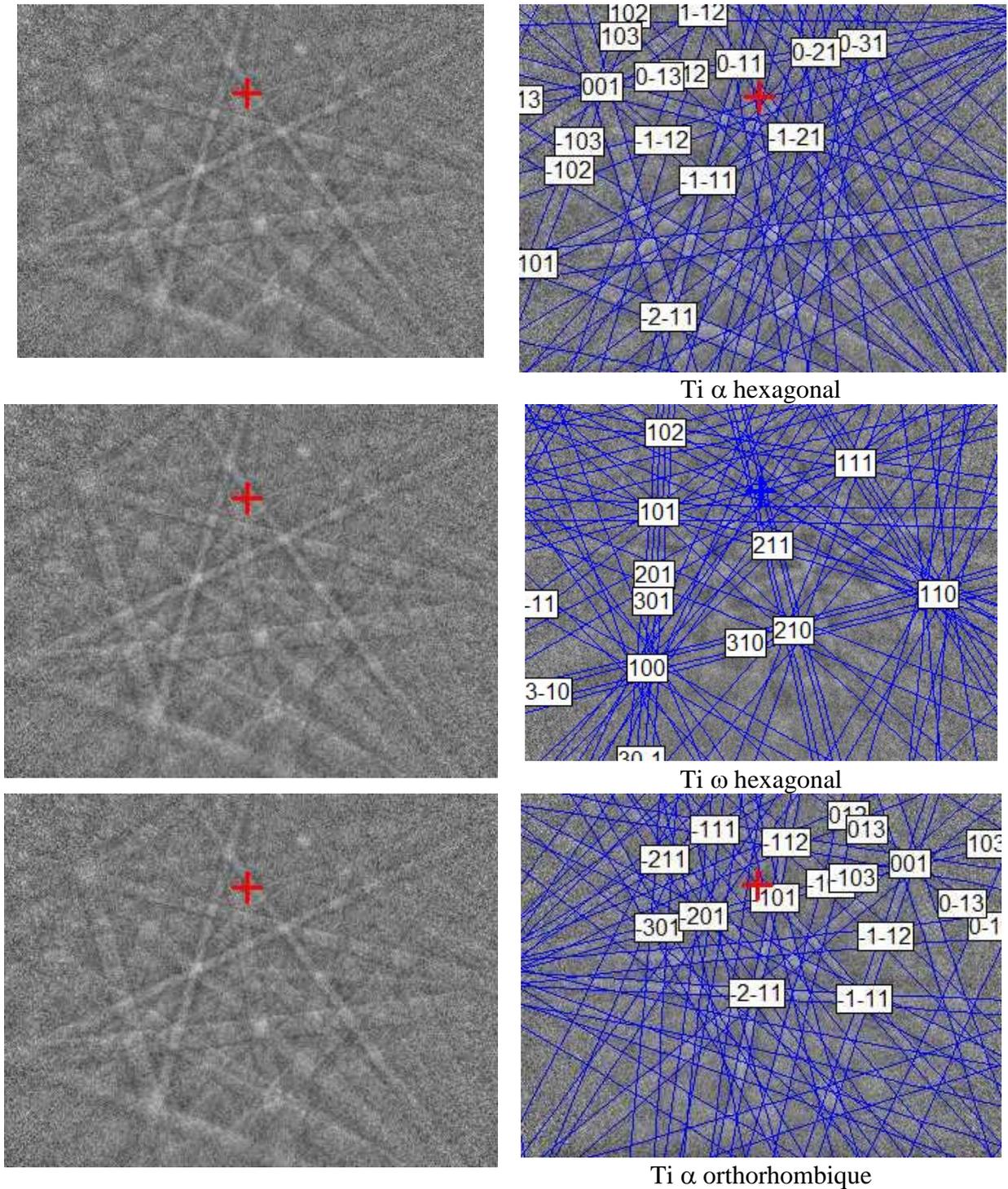


Figure VI.29 a : Diagrammes de Kikuchi expérimental et calculés du nodule N° 2 à partir du logiciel HKL pour les phases  $\alpha$ ,  $\omega$  et  $\alpha''$

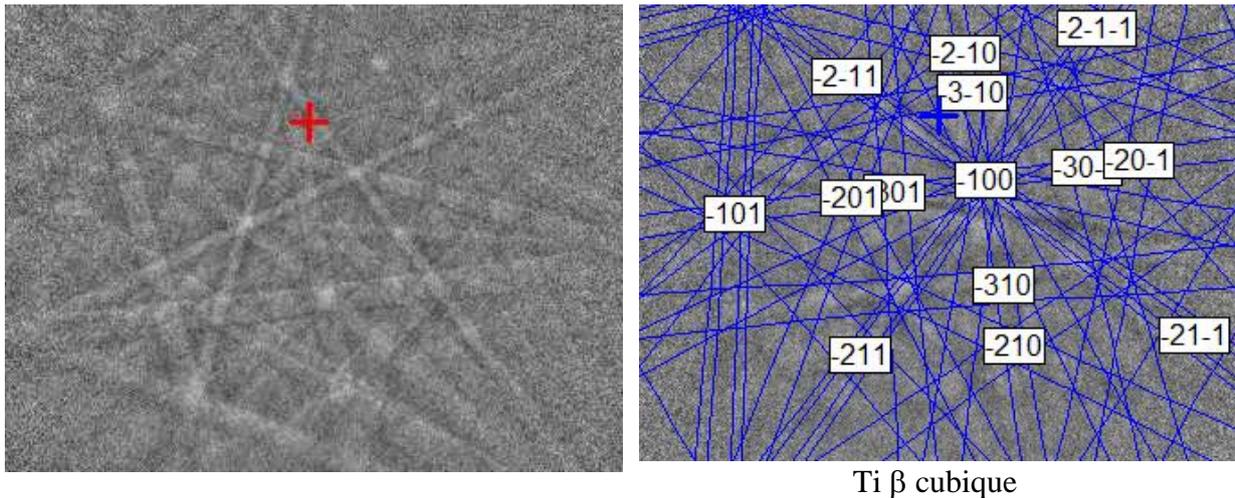


Figure VI.29 : Diagrammes de Kikuchi expérimental et calculé du nodule N°2 à partir du logiciel HKL pour la phase  $\beta$

L'observation des diagrammes indexés dans l'hypothèse de la phase  $\alpha$  hexagonale dans les deux cas de figure, c'est-à-dire pour les nodules 1 et 2, montre des diagrammes expérimentaux différents, ce qui se justifie par les orientations des nodules par rapport à la matrice, qui peuvent être différentes. Cependant la comparaison des diagrammes expérimentaux et calculés montre une parfaite cohérence avec une bonne symétrie.

En revanche, la comparaison des diagrammes expérimentaux et des diagrammes calculés pour les phases  $\omega$ ,  $\beta$  et  $\alpha''$  fait apparaître des différences : on remarque des bandes qui sont absentes et / ou qui ne possèdent pas la même largeur. Certains pôles sur les diagrammes calculés sont également absents ou décalés par rapport aux pôles observés expérimentalement. Tous ces facteurs permettent de conclure que les nodules observés sont constitués de phase  $\alpha$  de structure cristallographique hexagonale compacte.

Pour évaluer l'effet de cette précipitation dynamique sur la rhéologie, des déformations avec une fraction de phase  $\alpha$  hors équilibre ont été réalisées à 780 °C et à 810 °C sont présentées dans la section suivante.

## VI.5 Déformations hors équilibre

### VI.5.1 Microstructures après compression

Dans cette section, nous avons voulu évaluer l'impact des temps de maintien en température avant déformation et de la présence d'une fraction de phase  $\alpha$  initiale hors équilibre sur la microstructure après déformation et également sur les courbes contrainte – déformation du matériau.

Pour ce faire, nous avons réalisé plusieurs recuits sur l'état « billette » à 810 °C (température de déformation) et à 950 °C, suivis d'une déformation à 810 °C. Les recuits sont respectivement

de 1 h, 2 h, 6 h et 24 h à 810 °C, suivis d'une déformation de  $\varepsilon = 1$  à  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ . L'objectif de ces maintiens en température avant déformation est d'avoir de la phase  $\alpha$  en excès pour les maintiens courts à 810 °C et en défaut (absence) à 950 °C. Nous avons également réalisé un traitement de 6h à 950 °C, pour être certain d'obtenir un état initial sans phase  $\alpha$ , puis comprimé l'éprouvette à 810 °C et  $0,1 \text{ s}^{-1}$  jusqu'à une déformation d'1. La Figure VI.30 présente les microstructures obtenues après déformation à 810 °C.

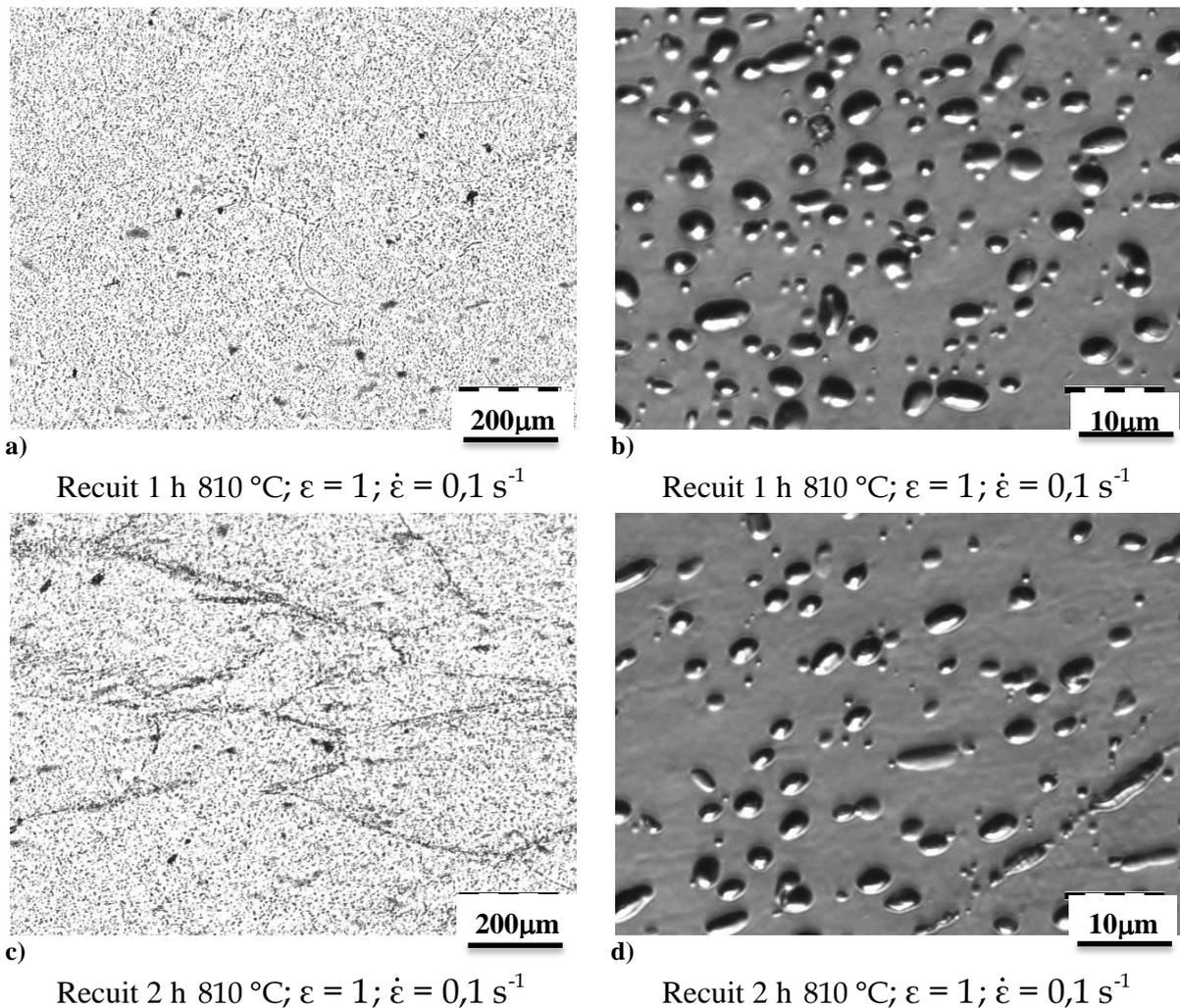
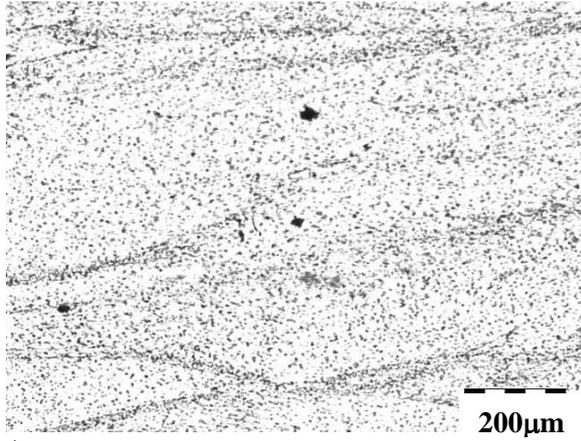
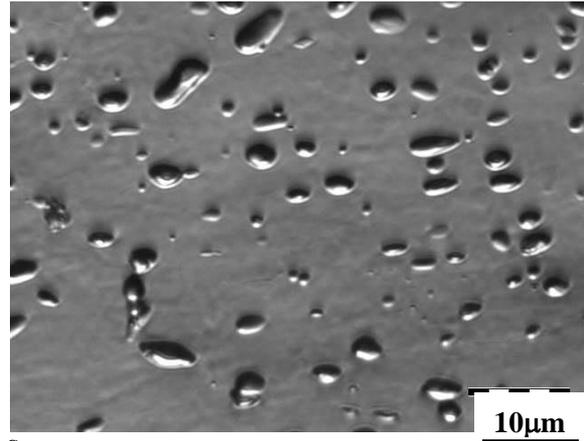


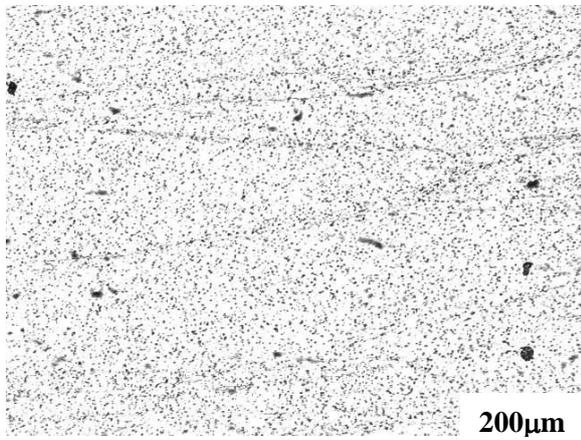
Figure VI.30 a, b, c et d : Microstructures obtenues après différents recuits suivis d'une déformation à 810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



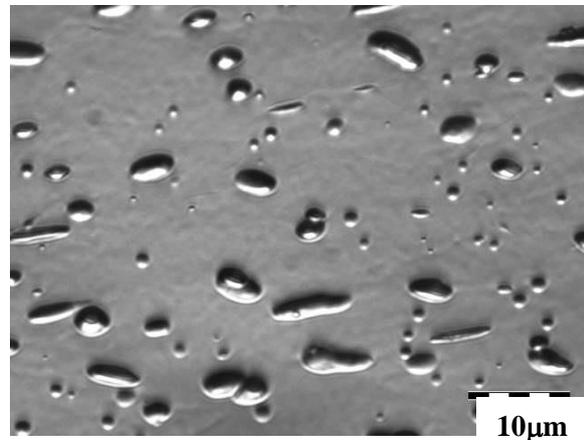
e) Recuit 6 h °C810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



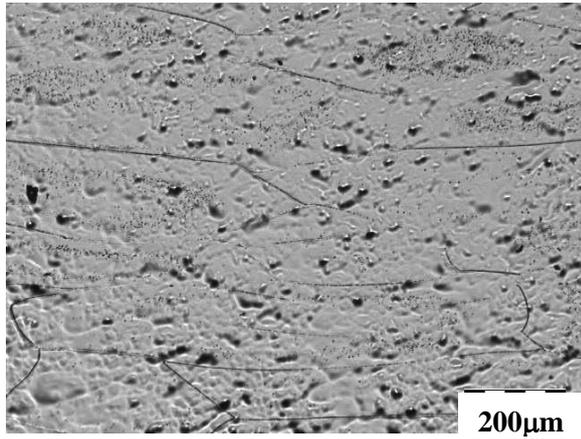
f) Recuit 6 h °C810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



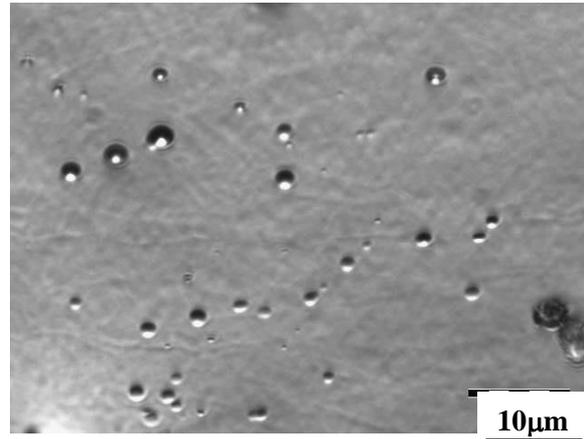
g) Recuit 24 h °C810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



h) Recuit 24 h °C810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



i) Recuit 6 h à 950°C,  
810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



j) Recuit 6 h 950 °C,  
810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure VI.30 e, f, g, h, i, j : Microstructures obtenues après différents recuits suivis d'une déformation à 810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

On peut remarquer que les microstructures de compression après 1 h et 2 h présentent une densité surfacique de nodules  $\alpha$  plus importante comparée à celles des états recuits 6 h (cf. Sous-Figures VI.30 a et b). Les microstructures de déformation après 6 h et 24 h de recuit sont analogues en termes de fraction surfacique et taille de nodules qui semblent plus grossiers et moins sphériques.

Cependant, sur toutes les micrographies, on peut noter dans la matrice l'apparition de petits nodules qui semblent provenir de la déformation, c'est-à-dire formés de manière dynamique.

Par ailleurs, les micrographies après déformation à 810 °C, suite à un recuit de 6 h à 950 °C montrent la présence de nodules  $\alpha$  dans la matrice. Ces nodules présentent des aspects morphologiques identiques à ceux observés dans les autres microstructures ; cependant ils semblent plus fins. Ces nodules semblent provenir de la déformation car les montées en température se font de manière assez rapide pour éviter la précipitation pendant le chauffage.

### VI.5.2 Évolution des contraintes d'écoulement avec des fractions hors équilibre

La Figure VI.31 montre l'évolution des contraintes d'écoulement avec la déformation à 780, 810 et 830 °C. Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions, c'est-à-dire  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ .

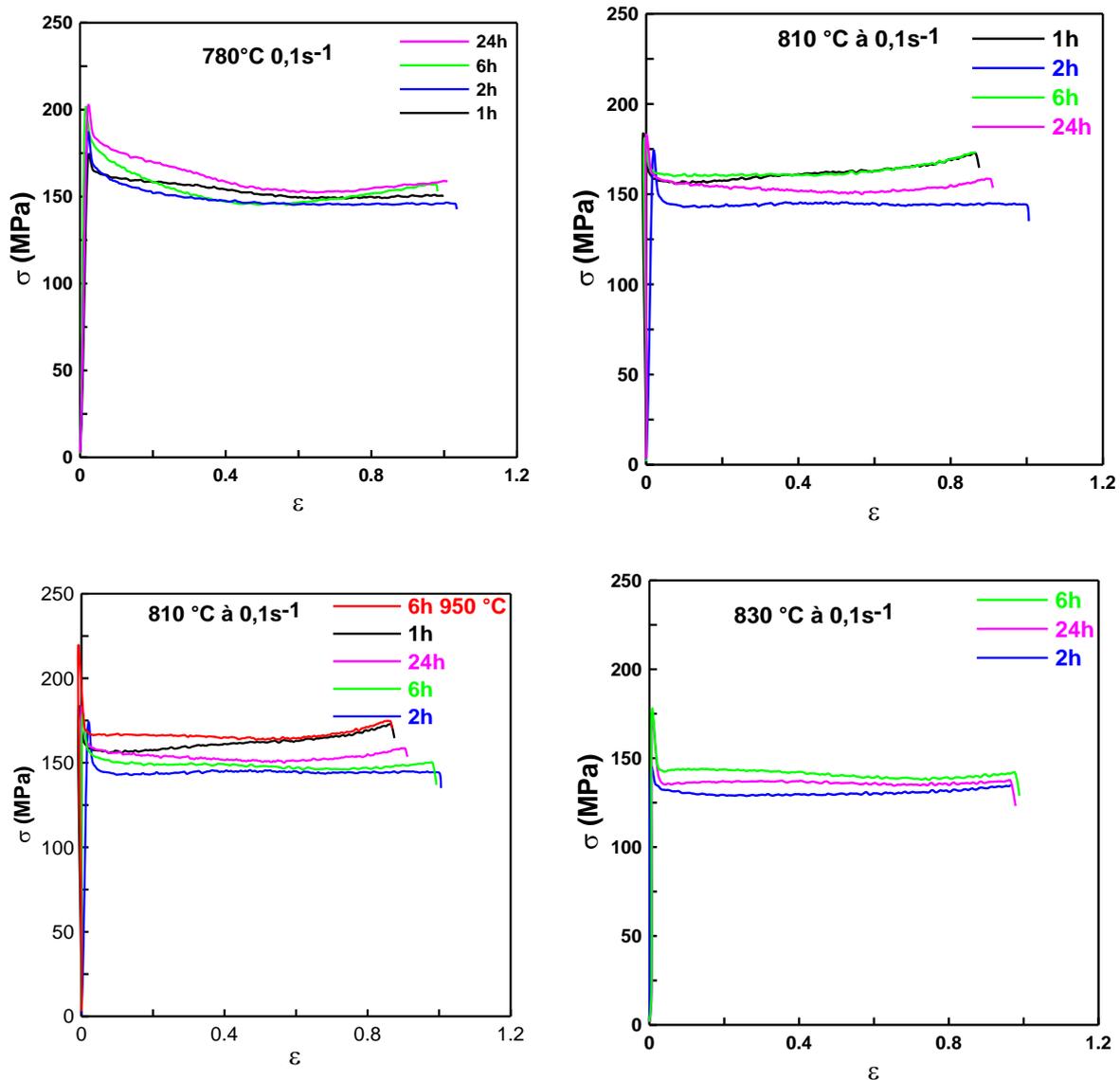


Figure VI.31 : Courbes contrainte – déformation pour des états initiaux hors équilibre

L'analyse de ces courbes montre des pics de contrainte croissants avec la durée du maintien. Après 6 h et 24 h de recuit où l'on a atteint quasiment l'équilibre, les pics de contrainte sont pratiquement identiques, de l'ordre de 200 MPa à 780 °C, 180 MPa à 810 °C et 150 MPa à 830 °C.

Cependant à 810 °C, les contraintes les plus élevées sont notées sur l'état recuit 6 h à 950 °C. La particularité de cet état est l'absence de phase  $\alpha$  avant la déformation et la faible présence de celle-ci après déformation. Cependant ces résultats nous permettent d'émettre certaines hypothèses sur les comportements de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$ .

Au vu de ces résultats, et contrairement à ceux du chapitre V et de la bibliographie, il semblerait que la phase  $\alpha$  soit plus molle que la phase  $\beta$  car le matériau présente les contraintes les plus

élevées dans les états contenant de faibles fractions de phase  $\alpha$  c'est-à-dire après 6 h de recuit à 950 °C, ou 6 h et 24 h de recuits respectifs à 780, 810 et 830 °C (cf. Figure VI.31).

## VI.6 Effet de la vitesse de déformation sur la microstructure

Les effets de la vitesse de déformation sur les microstructures formées ont été évalués en analysant les microstructures avant et après déformation pour les vitesses respectives de  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$ .

L'analyse des micrographies après déformation montre comme sur les états avant déformation (états initiaux), une morphologie globulaire de la phase  $\alpha$  (cf. Figure IV.30). Aucune trace de martensite n'est observée sur les micrographies optiques et MEB réalisées. Cependant un effet de la vitesse de déformation est remarqué sur les microstructures trempées après déformation, au niveau de la fraction surfacique de phase  $\alpha$  comme le montre la Figure VI.32.

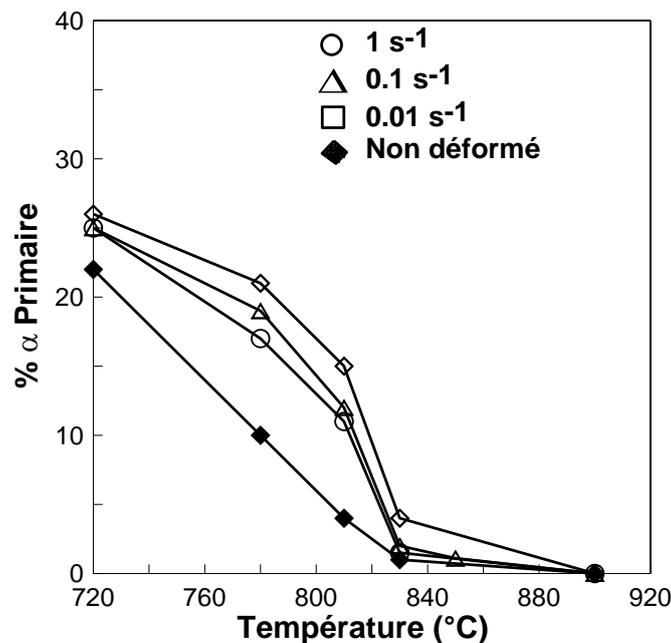


Figure VI.32 : Courbes montrant l'évolution de la fraction de phase  $\alpha$  nodulaire sur le matériau « billette » sans déformation et après une déformation de  $\epsilon = 1$  à différentes vitesses

Même si la précipitation dynamique de  $\alpha$  conduit toujours à des fractions de nodules  $\alpha$  supérieures à celle de l'état initial, une diminution de la fraction de  $\alpha$  est notée sur les microstructures déformées lorsque la vitesse de déformation augmente, ce qui peut probablement être lié à un autoéchauffement pendant l'essai, ou à un déplacement de l'équilibre dynamique dépendant de  $\dot{\epsilon}$ . Ceci suggère que lors du traitement thermomécanique dans la région  $\alpha + \beta$ , les deux paramètres

que sont la température et la vitesse de déformation ont des effets non négligeables sur la microstructure du Ti-5553. Industriellement, cette observation est très importante, car elle montre que l'autoéchauffement peut avoir des effets indésirables sur la microstructure à des vitesses de déformation élevées. Ses effets peuvent aller jusqu'à la dissolution locale de certaines phases, ou la modification microstructurale non souhaitée qui pourrait avoir un impact sur les propriétés finales.

## VI.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les évolutions de microstructure qui peuvent avoir lieu pendant les étapes de traitement thermique et de déformation de l'alliage de titane  $\beta$ -métastable Ti-5553 à l'état billette d'une part, et d'autre part évaluer les effets de certains paramètres clés tels que la température, la vitesse de déformation et la quantité de déformation.

On peut retenir de ce chapitre que les analyses métallographiques optique et MEB ont montré sur les échantillons déformés dans le domaine biphasé une augmentation de la fraction de nodules de manière conséquente. Il a été permis de conclure que cette augmentation provient d'une précipitation de nouveaux nodules pendant la déformation plutôt que de la croissance des anciens. Ce résultat est également confirmé par la présence de nodules sur des échantillons déformés à 850 °C où nous n'observons pas de phase  $\alpha$  juste avant déformation. L'identification de ces nodules par EBSD indique clairement qu'ils sont constitués de phase  $\alpha$ .

Un tel phénomène de précipitation dynamique n'a pas été étudié jusqu'ici dans le cas de l'alliage Ti-5553, par contre il a été évoqué par [Dehghan-Manshadi et Dippenaar \(2011\)](#) dans le Ti-6246 et par [Jonas \*et al.\* \(2012\)](#), [Ghosh \*et al.\* \(2014\)](#), et [Park \*et al.\* \(2013\)](#) dans certains aciers.

Cependant, en comparaison avec d'autres alliages tels que le Ti-17 ou le Ti-6246, le Ti-5553 est moins sensible à la variation de température. À la différence des alliages Ti-17 et Ti-6246, où l'on a remarqué que de faibles fluctuations de température provoquent des changements de microstructure significatifs, le Ti-5553 nécessite un écart important pour que ces changements soient visibles, d'où l'intérêt porté à cet alliage pour certaines applications industrielles.

Bien que les évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques aient été peu étudiées dans l'alliage Ti-5553, de nombreux travaux ont été réalisés sur d'autres alliages similaires (Ti-17, Ti-10-2-3) : les différentes morphologies de la phase  $\alpha$  ont été définies à partir d'observations microstructurales. Leurs cinétiques de précipitation ont été mesurées au cours de traitements isothermes et de refroidissements continus (tracé des diagrammes TTT). La microstructure a été caractérisée à plus petite échelle afin de commencer à établir par quels mécanismes apparaissent ces différentes morphologies, mais de nombreuses incertitudes demeurent à ce jour concernant ces mécanismes.

**CHAPITRE VII**  
**CONCLUSION GÉNÉRALE ET**  
**PERSPECTIVES**



## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

La mise en forme à chaud est une étape capitale du cycle de fabrication des alliages de titane ; qu'il s'agisse de forgeage, de matriçage, de laminage ou de filage, les conditions de la déformation et du cycle thermique influent de façon notable sur la structure et les propriétés mécaniques de la pièce finale. Ceci résulte de l'interaction d'un certain nombre de phénomènes physiques dont le titane est le siège : évolution des morphologies granulaires, écrouissage des grains, restauration, recristallisation statique ou dynamique, transformations allotropiques et précipitations statiques et dynamiques.

Les transformations de phases dans les alliages de titane consistent essentiellement en une transformation de  $\alpha$  (HC) vers  $\beta$  (CC) et vice-versa, semblable à la transformation allotropique qui se produit à 882 °C pour le titane pur. Les conditions de transformation par cisaillement (martensitique) ou par diffusion (germination et croissance) dépendent autant de la composition chimique que de l'histoire thermique imposée. La connaissance des phénomènes physiques et la maîtrise de la thermique au cours du traitement thermomécanique (forgeage) sont des points essentiels pour obtenir la microstructure et les caractéristiques mécaniques souhaitées sur pièce.

Dans ce travail, nous avons étudié expérimentalement la rhéologie de l'alliage Ti-5553 dans les domaines biphasé et monophasé, ce qui nous a permis de proposer un modèle rhéologique utilisable dans Forge. Les résultats expérimentaux obtenus pendant cette étude nous ont permis également d'identifier une loi de comportement du matériau dans le domaine  $\beta$  pour les deux états « billette » et « pièce forgée », de décrire le comportement rhéologique du Ti-5553 dans les domaines de température, de vitesse et de déformation comprises respectivement entre 720 et 990 °C ; 0,001 et 1s<sup>-1</sup> ; 0,1 et 1,2. C'est ainsi qu'un modèle rhéologique a été proposé, basé sur la Loi de Hansel et Spittel qui prend en compte l'évolution de la contrainte d'écoulement du matériau en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

De plus, l'étude nous a permis d'établir que les contraintes d'écoulement stationnaires de la billette sont légèrement supérieures à celles de la pièce forgée. Enfin, l'anisotropie apparaît comme négligeable sur l'état "billette".

À partir du comportement rhéologique déterminé dans le domaine monophasé  $\beta$ , c'est-à-dire pour les températures supérieures à 840 °C, le comportement de la phase  $\alpha$  seule dans le domaine biphasé a été déduit en utilisant des lois de mélange en inverse. Ceci nous a permis de constater que la consistance  $k_\alpha$  obtenue est supérieure à celle de la phase  $\beta$  dans le mélange en moyenne.

Une étude expérimentale des évolutions microstructurales pendant les étapes de déformation a également été réalisée. Ceci nous a permis d'acquérir une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeu pendant le forgeage du Ti-5553 et de cibler les paramètres clefs ayant une influence considérable sur la microstructure.

D'une part, les études microstructurales ont montré que lors des recuits, l'alliage Ti-5553 possède des cinétiques de transformations lentes, par rapport à d'autres alliages tels que le Ti-17. Les maintiens en température dans le domaine biphasé nécessitent au minimum 6 h pour atteindre l'équilibre. Cependant, il ne faut qu'un quart d'heure pour dissoudre les nodules de phase  $\alpha$  primaire à des températures situées au-dessus du *transus*.

D'autre part, les analyses microstructurales ont permis de mettre en évidence un phénomène de précipitation dynamique de la phase  $\alpha$ . Or cette précipitation dynamique sous forme de nodules est inhabituelle pour les alliages de titane  $\beta$ -métastables, où une phase lamellaire est rapportée dans la bibliographie. Par ailleurs cette précipitation dynamique pourrait avoir un intérêt particulier pour le forgeron, qu'il veuille éviter ou au contraire favoriser l'apparition de celle-ci pendant les séquences du traitement thermomécanique.

L'influence de la quantité de déformation et de la vitesse de déformation sur les microstructures a été également évaluée. Notamment, la fraction de phase  $\alpha$  augmente avec la déformation. En revanche pour les vitesses de déformation élevées c'est-à-dire à 0,1 et 1 s<sup>-1</sup>, une légère diminution de la fraction formée dynamiquement a été observée. Cette diminution non négligeable, mais restant inférieure à l'augmentation qui a lieu au début de la déformation, pourrait s'expliquer au moins en partie par l'augmentation de la température pendant les essais à forte vitesse, qui contribuerait à la dissolution d'une partie de la phase formée dynamiquement.

En ce qui concerne les textures, les états initiaux n'ont pas montré d'orientations préférentielles marquées. Ceci s'explique par la taille des grains  $\beta$ . En revanche, sur les échantillons de compression uniaxiale, on a observé que l'alliage Ti-5553 produit dans le domaine  $\beta$  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 une texture avec deux fibres,  $\langle 100 \rangle$  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.

Ce travail reste une étude exploratoire qui a, certes, permis de déterminer le comportement mécanique de l'alliage Ti-5553 et ses évolutions microstructurales pendant le forgeage, tout en sachant que certains points restent à approfondir.

La précipitation dynamique de la phase  $\alpha$  reste un point clé à approfondir, notamment pour répondre à certaines questions telles que :

- Pourquoi le matériau favorise-t-il la précipitation dynamique plutôt que la recristallisation ?
- Pourquoi la phase  $\alpha$  précipite-t-elle sous la forme de nodules plutôt que de lamelles ?

Une réponse à ces questions permettrait de modéliser les évolutions microstructurales de manière fiable, ce qui conduirait au niveau industriel à réduire les coûts des essais qui peuvent être importants dans certains cas.

Bien que cette étude ait permis d'établir la rhéologie du matériau, les évolutions de microstructures intervenant pendant le traitement thermique, c'est-à-dire les cycles de montée en température, restent également des étapes à maîtriser. Une étude de la recristallisation de l'alliage Ti-5553 est également cruciale. Celle-ci permettrait d'envisager des modèles de prévision microstructurale plus fiables et plus efficaces qui prendront en compte les effets couplés de recristallisation et de transformations de phases pendant le forgeage, les maintiens et les refroidissements.

L'évaluation de l'impact de la variation de fraction de phase  $\alpha$  sur la rhéologie et de l'effet de l'autoéchauffement sur la contrainte d'écoulement est primordiale pour mettre en place un modèle rhéologique plus performant et plus réaliste pour ce matériau, qui est le siège de changements notoires pendant le forgeage.



# **CHAPITRE VIII**

## **ANNEXES**



## ANNEXES

**VIII.1 Annexe 1 : Détermination des paramètres rhéologiques sur la « pièce forgée » (Riallant, 2010)****VIII.1.1 Courbes contrainte – déformation**

Comme présenté dans les chapitres V et VI, la rhéologie sur le matériau « pièce forgée » a été évaluée pendant cette étude. Le travail effectué sur l'état billette a été réalisé sur l'état « pièce forgée ». C'est ainsi que des compressions uniaxiales ont été réalisées sur des éprouvettes cylindriques de même dimension que celles utilisées pour l'état « billette ».

La Figure A1.1 montre les évolutions de la contrainte d'écoulement avec la déformation et la vitesse de déformation. On peut remarquer comme sur l'état « billette » une décroissance de la contrainte lorsque la température augmente d'une part, et d'autre part une augmentation de la contrainte avec la vitesse de déformation.

Une analyse plus approfondie des courbes contraintes- déformation montre des pics de contrainte légèrement plus faibles que ceux observés sur le matériau « billette ». Cependant à 720 °C, le même adoucissement est remarqué sur la contrainte d'écoulement, qui s'explique en partie par les changements de phases et de l'autoéchauffement.

La différence de rhéologie entre les états « billette » et « pièce forgée » semble provenir des états initiaux de ces deux matériaux, c'est-à-dire des rapports de forme, de l'orientation et de la distribution des précipités. Elle peut également provenir de la différence de taille de grains après recuit de 6 h sur les deux matériaux qui peut avoir un impact sur les contraintes d'écoulement.

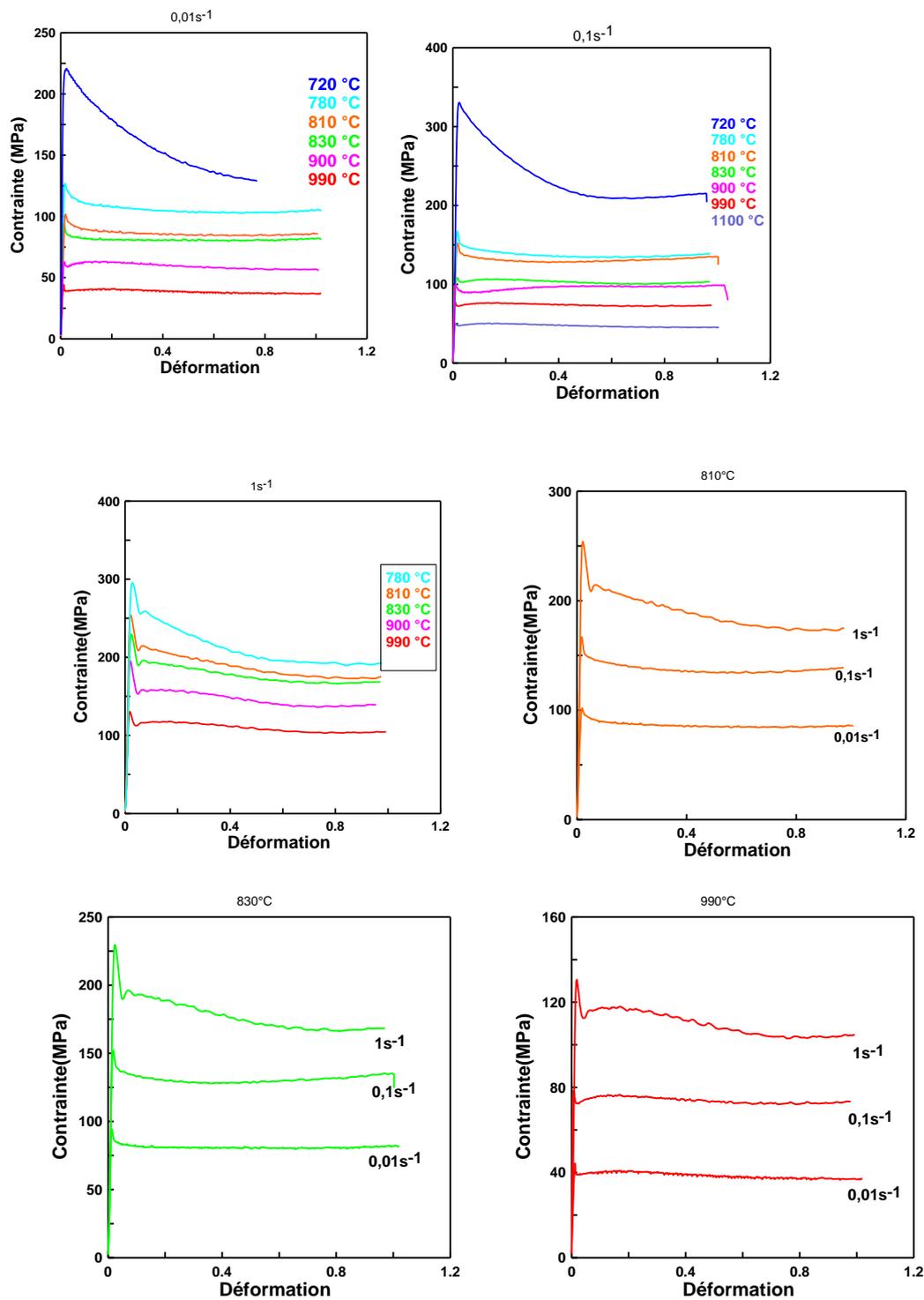


Figure A1.1 : Courbes contrainte- déformation en compression uniaxiale obtenues sur le matériau « pièce forgée » dans différentes conditions de température et de vitesse de déformation

La Figure A1.2 montre les évolutions des contraintes de pic et des contraintes de palier en fonction de la température pour les vitesses de déformation respectives de 0,01, 0,1 et 1 s<sup>-1</sup>. On peut noter également que dans cette partie, l'effet de l'autoéchauffement sur les de contraintes au cours des déformations n'est pas corrigé.

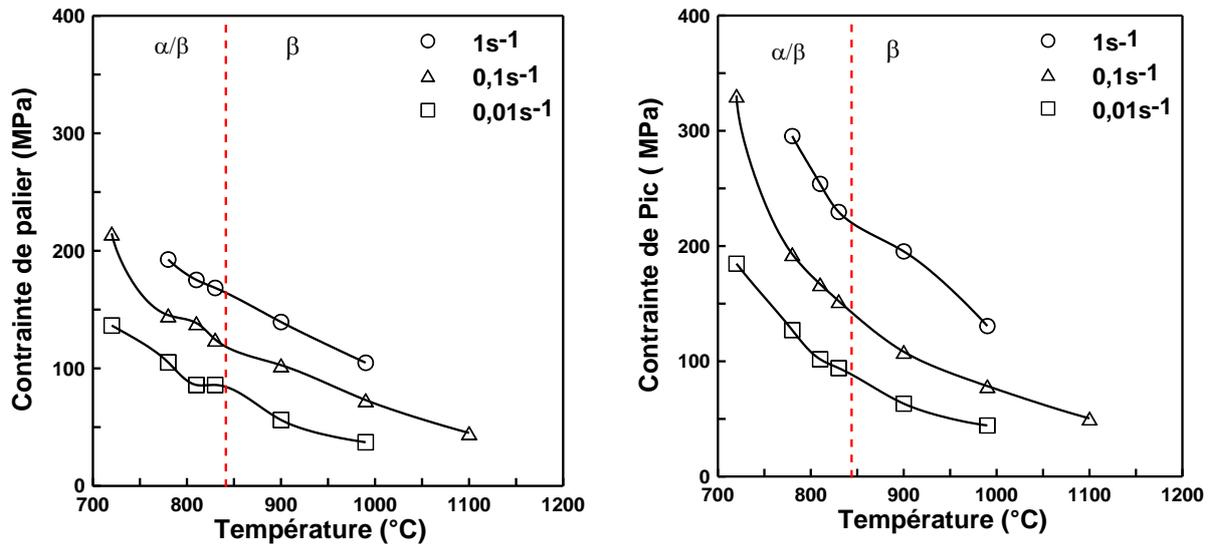


Figure A1.2 : Évolution des contraintes de palier et des contraintes de pic avec la température sur la « pièce forgée »

En définitive, les deux états du matériau ont montré une forte influence de la vitesse de déformation sur la contrainte de pic initial. La présence de pics de contrainte très marqués à la mise en charge ( $\varepsilon < 0,05$ ) (cf. Figure A1.1) pourrait être attribuée au désancrage des dislocations bloquées par les atomes de soluté en solution solide d'insertion tels que l'oxygène, l'azote, etc. Il est difficile de corréler l'amplitude de ce pic avec la vitesse de déformation, néanmoins elle semble augmenter avec cette dernière comme remarqué également sur le matériau « billette ».

### VIII.1.2 Détermination des paramètres $m$ et $Q$

La détermination des valeurs du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  (Équation III.6) et de l'énergie d'activation  $Q$  (Équation III.7) a été faite dans les domaines biphasé  $\alpha/\beta$  et monophasé  $\beta$ , sur la pièce forgée à l'aide des Figures A1.1 et A1.2. Ainsi l'estimation de ces paramètres dans les domaines biphasé et monophasé sont données dans les Tableaux A1.1, A1.2, A1.3 et A1.4.

Tableau A1.1 : Valeurs de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  dans le domaine  $\alpha/\beta$

Domaine biphasé ( $\alpha/\beta$ )	
Température (°C)	Sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ )
720	0,17
780	0,18
810	0,20
830	0,2

Tableau A1.2 : Valeurs de la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  dans le domaine  $\beta$

Domaine monophasé $\beta$	
900	0,23
990	0,26

Tableau A1.3 : Valeurs de l'énergie d'activation apparente  $Q$  dans le domaine  $\alpha/\beta$

Domaine biphasé ( $\alpha/\beta$ )	
Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	Énergie d'activation ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
0,01	256
0,1	343
1	311

Tableau A1.4 : Valeurs de l'énergie d'activation apparente  $Q$  dans le domaine  $\beta$ 

Domaine monophasé $\beta$	
Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	Énergie d'activation ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
0,01	213
0,1	145
1	180

Le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation et l'énergie d'activation dans les deux états du matériau ne sont pas très différents, ainsi les valeurs moyennes respectives dans le domaine  $\alpha/\beta$  des paramètres  $m$  et  $Q$  sont de l'ordre 0,19 et de  $303 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  pour la « pièce forgée », de 0,21 et de  $249 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  pour la « billette ».

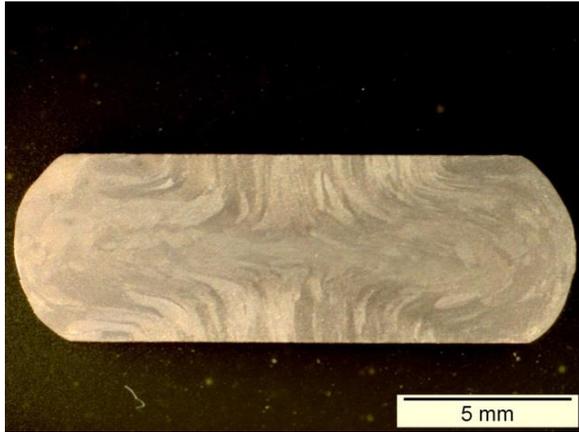
Dans le domaine  $\beta$  les valeurs de ces paramètres sont de 0,24 et de  $180 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  sur la « pièce forgée », et de l'ordre de 0,25 et de  $189 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$  sur la « billette ».

### VIII.1.3 Micrographies sur la « pièce forgée »

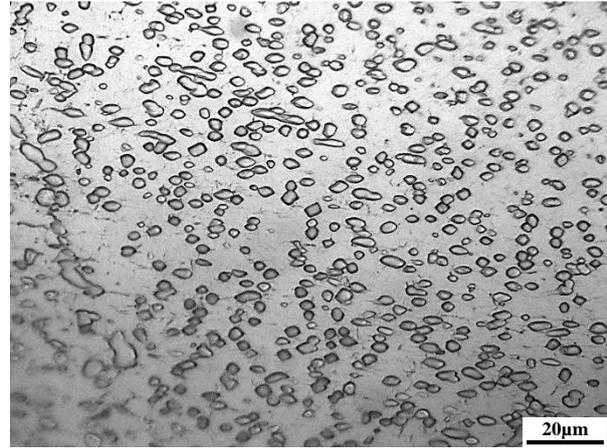
Les microstructures des échantillons après déformation en compression uniaxiale sur la pièce forgée présentées sur la Figure A1.3 montrent dans le domaine  $\alpha/\beta$  des grains pliés perpendiculairement à l'axe de compression. Ce phénomène était par ailleurs observé sur l'état « billette » (cf. Figure VI.6) et semble se répéter sur les deux états du matériau. Par contre dans le domaine  $\beta$ , on observe un fibrage suivant la direction perpendiculaire à l'axe de compression.

Du point de vue morphologique, on remarque que la phase  $\alpha$  présente les mêmes rapports de formes par contre, la taille de des nodules est légèrement plus fine sur la « pièce forgée » que sur « la billette ».

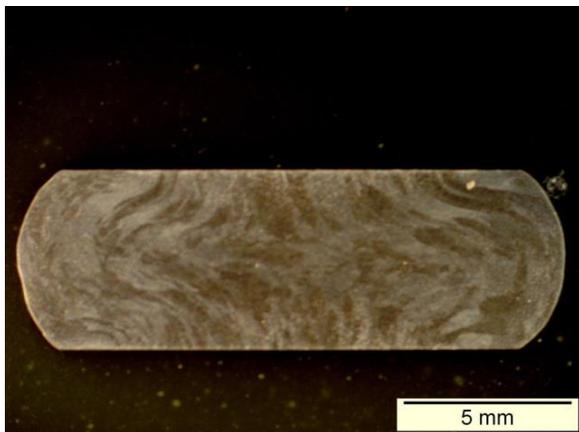
Le phénomène de « flambage » des grains dans le domaine biphasé semble être lié à la présence de la phase  $\alpha$  aux joints de grains, ce qui bloquerait le mouvement des dislocations au niveau des joints de grains. Ceci est n'est pas observable dans le domaine  $\beta$  où on n'a pas de présence de la phase  $\alpha$ , les joints de grains sont alors plus mobiles ce qui explique le fibrage différent remarqué dans ces états.



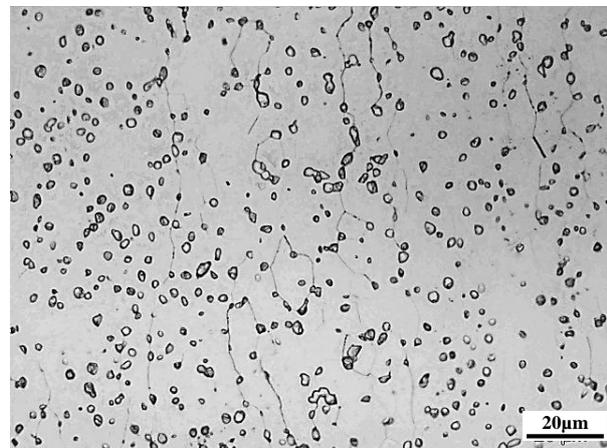
720 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



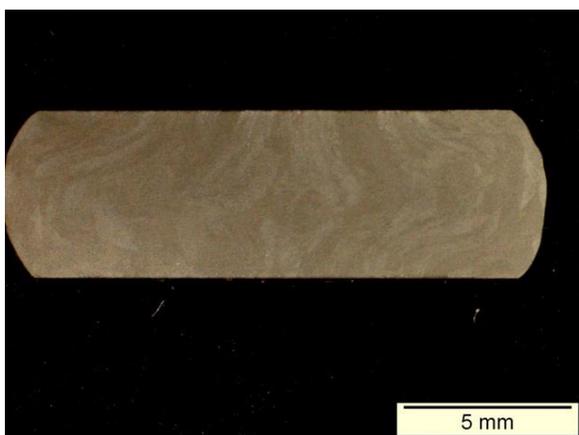
720 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



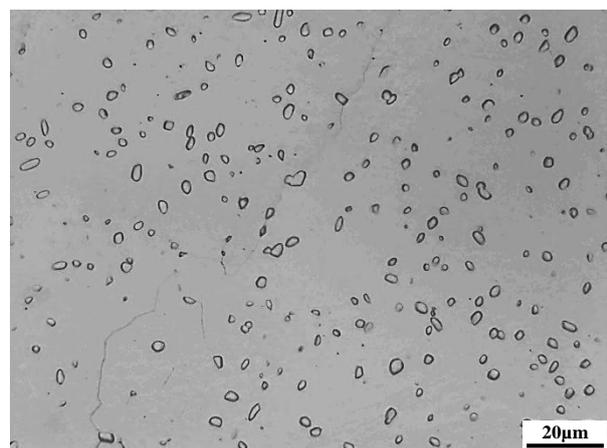
780 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



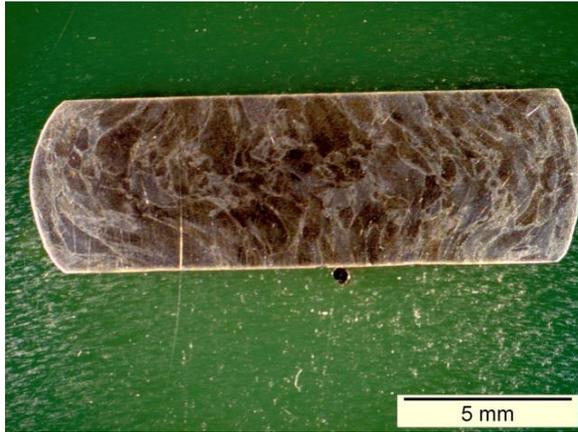
780 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



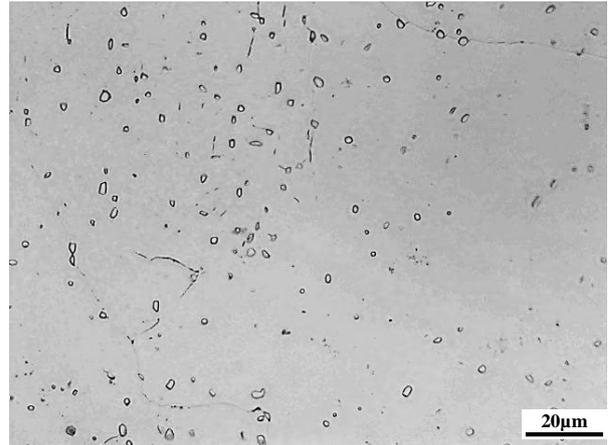
810 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



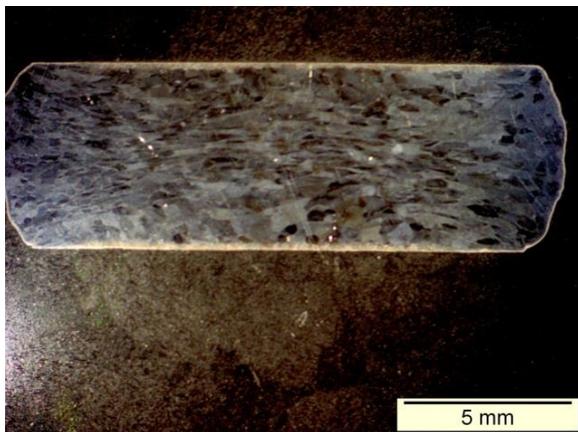
810 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



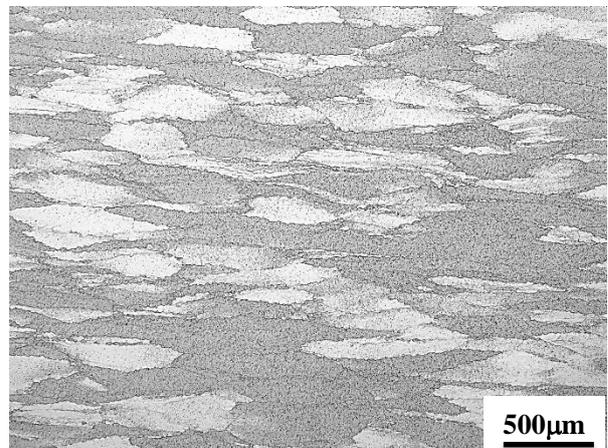
830 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



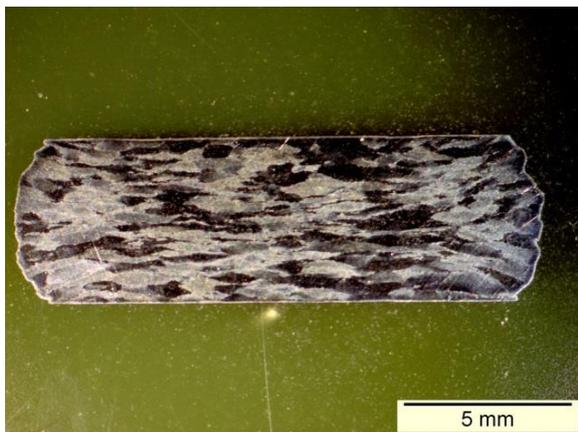
830 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



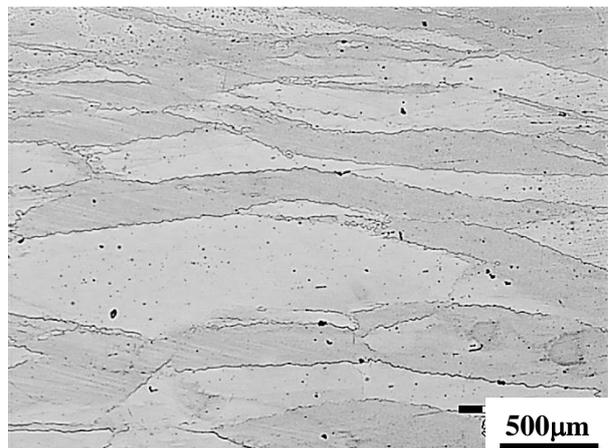
900 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



900 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



990 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



990 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A1.3 : Macrographies et micrographies optiques après déformation dans les domaines  $\alpha + \beta$  et  $\beta$  des cylindres

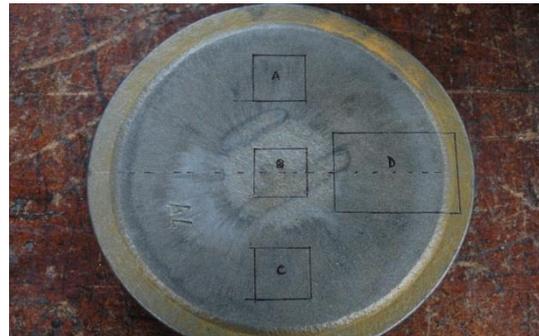
## VIII.2 Annexe 2 : résultats de la simulation des essais industriels

### VIII.2.1 Conditions des essais

La Figure A2.1 montre l'aspect géométrique des éprouvettes bicônes avant et après déformation. Le choix de ces éprouvettes s'explique par un besoin de représentativité statistique, en termes de grains  $\beta$ , qui n'était pas satisfaisante dans les éprouvettes de laboratoire. Ces formes d'échantillons provoquent également un gradient de déformation suivant le rayon de l'éprouvette et favorisent l'étude de la microstructure en fonction de la déformation tout en bénéficiant d'une vitesse de déformation presque homogène. Elles permettent ainsi une confirmation des résultats obtenus sur les éprouvettes cylindriques.



Échantillon avant déformation



Vue de dessus

Échantillon après déformation

Figure A2.1 : Éprouvette à géométrie biconique avant et après déformation

Le programme décrit dans le Tableau A2.1 a été réalisé en vue d'étudier la microstructure sur la billette, puis de comparer avec les résultats obtenus sur les échantillons cylindriques de laboratoire dans les mêmes conditions de déformation dans le domaine  $\alpha + \beta$  à 830 °C et à 810 °C.

Tableau A2.1 : programme d'essais sur les éprouvettes à géométrie biconique

$T$ (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	
	10 <sup>-1</sup>	10 <sup>-2</sup>
830 ( $T_{\beta} - 10$ )	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>
810 ( $T_{\beta} - 30$ )	A <sub>3</sub>	A <sub>4</sub>

Les essais de compression isotherme sont faits avec les tas portés à la température de l'essai, de même que les essais sur éprouvettes bicônes qui sont effectués sous la presse de 1 000 t à Gennevilliers (SNECMA). Le même cycle thermomécanique, qui comprend un recuit de 7 h à la température de déformation suivi de la déformation et d'une trempe à l'eau immédiate, est autant que possible appliqué.

En raison de la taille des éprouvettes bicônes, nous considérons ces recuits comme équivalents à ceux de 6h effectués sur les éprouvettes cylindriques avant déformation. Ainsi nous considérons que l'équilibre thermodynamique à la température de déformation est atteint lors de la déformation.

### VIII.2.2 Présentation des logiciels de simulation utilisés

Nous utilisons deux logiciels basés sur la méthode des éléments finis pour simuler les essais de compression : FORGE®, conçu par Transvalor pour analyser les procédés de traitement thermomécanique, dans le cas des éprouvettes bicônes, et SIMULIA Abaqus®, code plus généraliste développé par SIMULIA, dans le cas des éprouvettes cylindriques. Ils se composent de trois éléments principaux.

- un *préprocesseur* qui interagit graphiquement avec l'utilisateur pour la création, l'assemblage ou la modification des données nécessaires à la simulation, et pour générer les fichiers des données requises qui comprennent une description de l'objet à mailler, les données matériau, les définitions éventuelles d'interfaces (modèles de frottement, etc.) et des contrôles de simulation ;

- un *solveur* qui conduit les calculs numériques de la simulation décrite à l'étape précédente et écrit les résultats dans des fichiers de sortie ;

- un *post-processeur* qui relie les fichiers de résultats pour les afficher sous forme graphique et pour extraire des données numériques. Le post-processeur utilise une interface utilisateur gra-

phique pour afficher la géométrie, la contrainte équivalente, la vitesse de déformation, la température, et les autres résultats de la simulation. Il peut aussi être utilisé pour exporter des données graphiques ou numériques à utiliser dans d'autres applications.

La Figure A2.2 présente l'interface graphique des principales composantes de FORGE®. La fenêtre principale est composée de six onglets dont trois principaux : *preprocess* qui permet d'entrer les données, *calcul* (avec des solveurs en 2D et 3D) qui permet de lancer les calculs et *post-process* qui permet de visualiser les résultats.

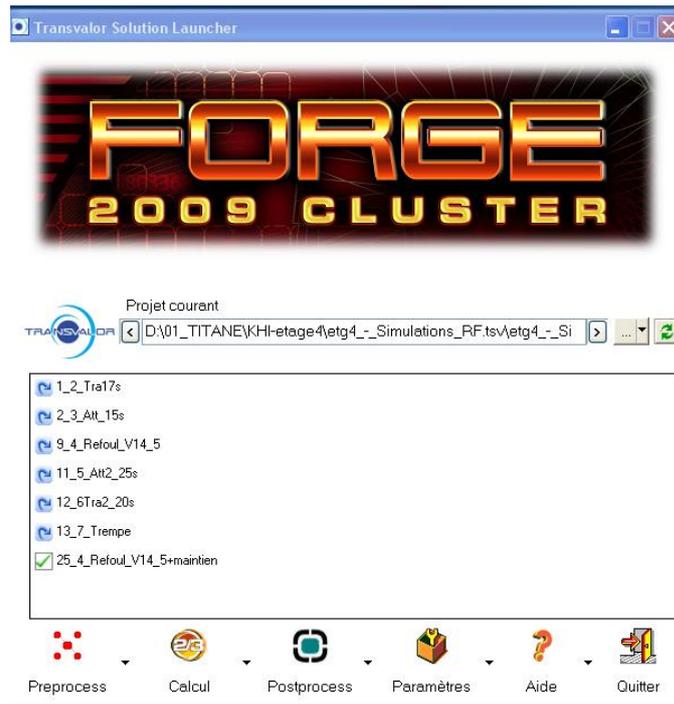


Figure A2.2 : Interface du logiciel FORGE

La simulation des essais de compression permet d'abord de mettre en évidence les localisations intenses des déformations, des vitesses de déformation et de la température au sein du X de forge et d'évaluer l'influence des conditions thermomécaniques de forge sur leur intensité.

Dans ce travail, la loi de comportement et les propriétés thermiques du matériau, la vitesse de déplacement de l'outil pendant la déformation, sont des données d'entrée, ainsi que la géométrie initiale et les températures de l'éprouvette et des outils. En outre, le coefficient de frottement et le coefficient de transfert de la chaleur entre l'éprouvette et les outils ont été ajustés en s'appuyant sur le retour d'expériences de l'industriel en matière de forme finale et de gradient de température dans le lopin pendant la déformation. Les données de sortie comprennent la géométrie, les cartes de température, de contrainte équivalente et de vitesse de déformation équivalente à l'intérieur de l'éprouvette. La déformation équivalente  $\bar{\epsilon}$  est celle de von Mises :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2} \quad (\text{A2.1})$$

où  $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$ , et  $\varepsilon_3$  sont les valeurs des déformations dans les directions principales. La figure A2.3 présente deux exemples de la simulation des essais de compression de cylindre et d'échantillon bicône.

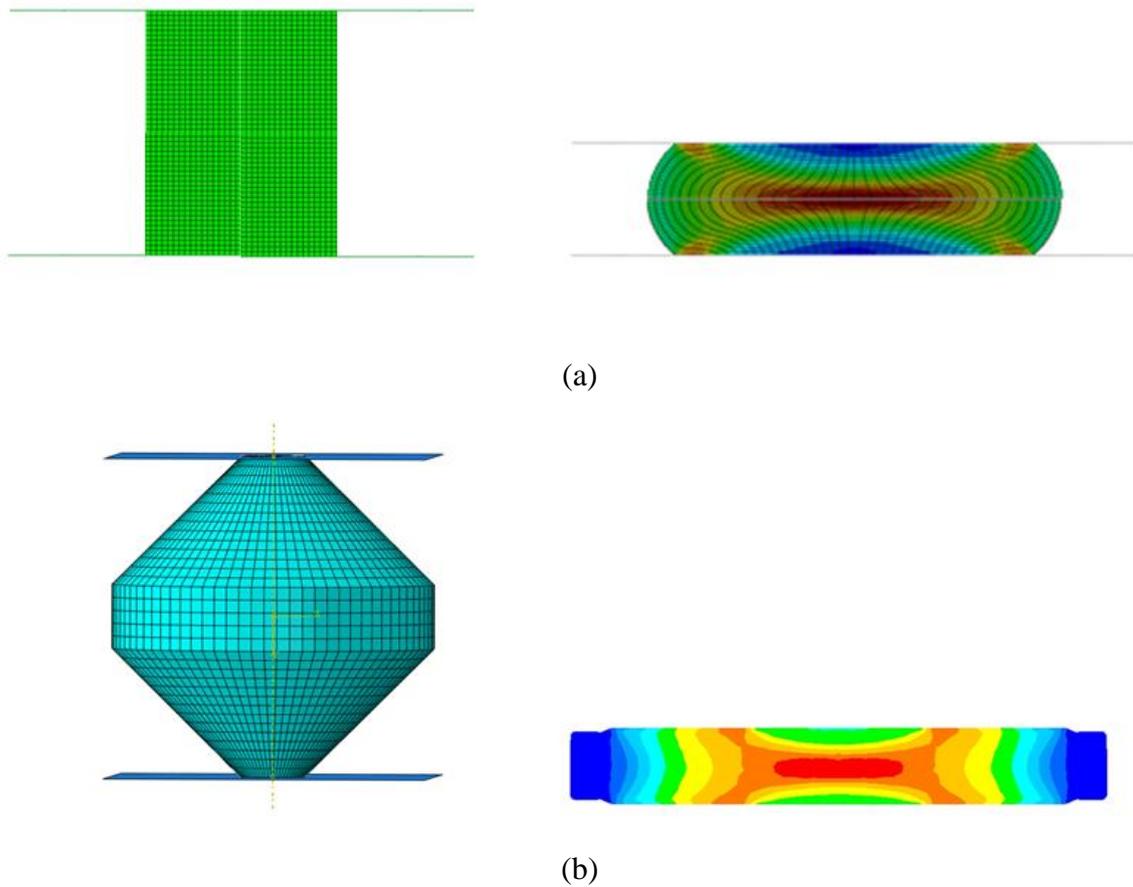


Figure A2.3 : Géométries initiales et déformées avec les cartes des iso-déformations des échantillons cylindriques (a) et bicônes (b)

### VIII.2.3 Résultats des simulations avec les rhéologies du Ti-17 et du Ti-5553

Les résultats des simulations des essais de compression des lopins bicônes avec respectivement la rhéologie du Ti-17 et celle du Ti-5553 sont illustrés par les Figures A2.4, A2.5 et A2.6.

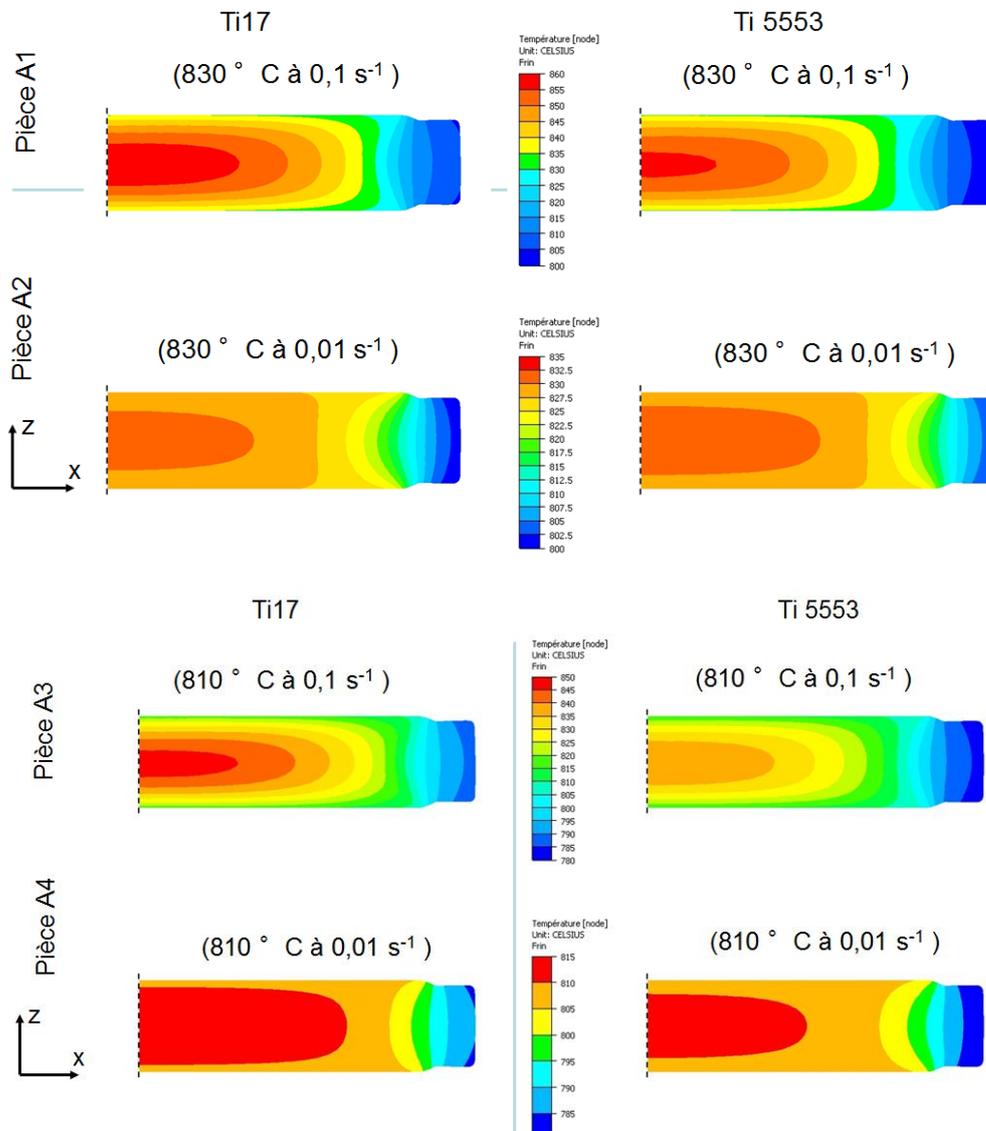


Figure A2.4 : Cartes des températures des pièces simulées avec les rhéologies respectives du Ti-17 et du Ti-5553

L'analyse des cartes de la Figure A2.4, montre que les résultats de la simulation avec la rhéologie de Ti-17 prévoient des températures plus élevées que celles obtenues avec la rhéologie du Ti-5553. C'est ainsi qu'un écart de température sur les pièces de l'ordre de 30 °C est suggéré.

Par ailleurs, on ne note pas de grande différence sur les cartes de déformation et de vitesse de déformation réalisées à l'aide de ces deux rhéologies. Cependant cet écart de température, noté sur pièce, pourrait provenir des propriétés physiques différentes des deux alliages.

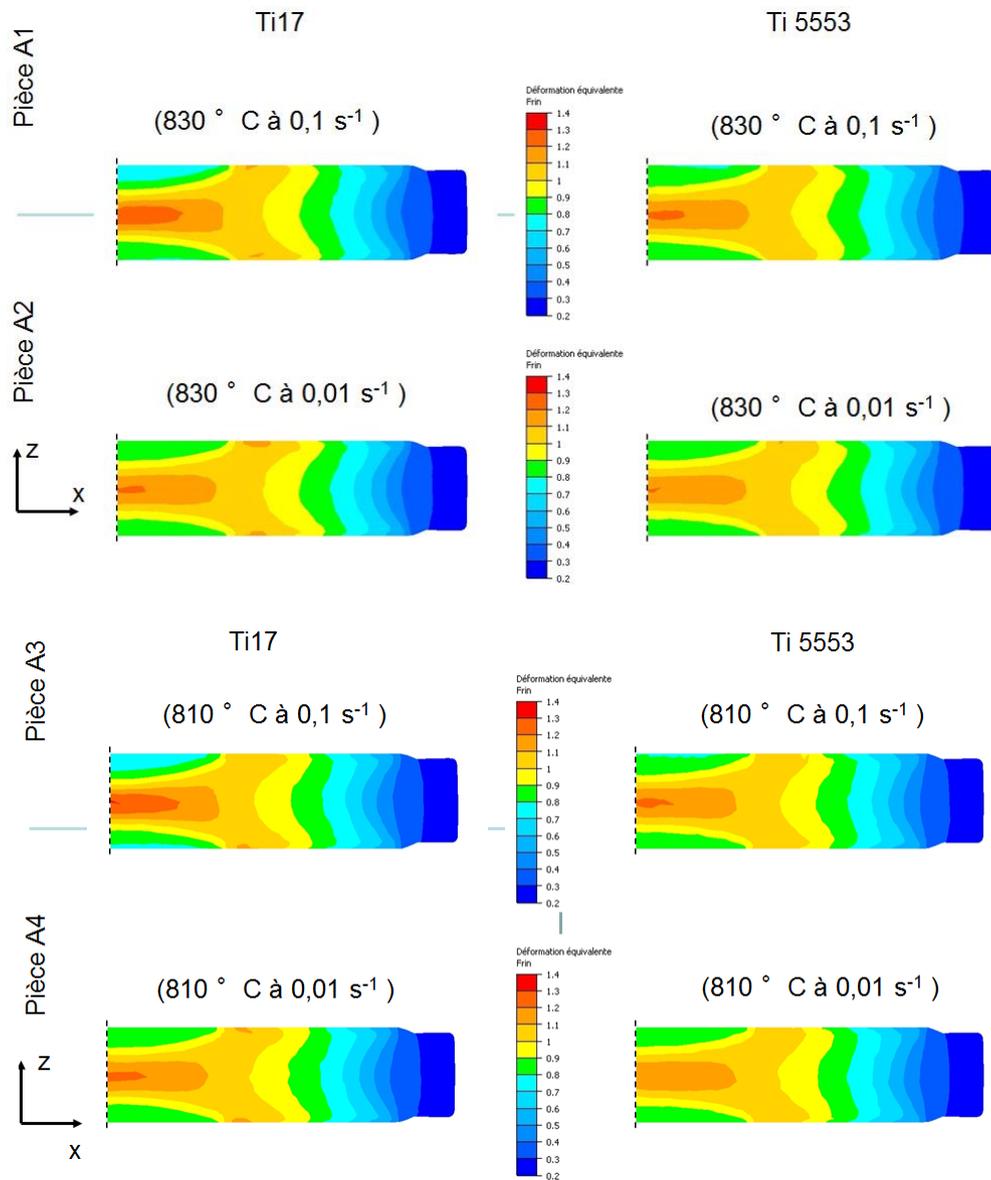


Figure A2.5 : Cartes des déformations des pièces simulées avec les rhéologies respectives du Ti-17 et du Ti-5553

À partir des cartes de déformation (Figure A2.5), la déformation équivalente en fonction du rayon de l'éprouvette a été calculée. On remarque que l'évolution de la déformation en fonction du rayon de l'échantillon suit une loi du type exponentielle décroissante comme indiqué dans le chapitre VI (cf. Figure VI.8).

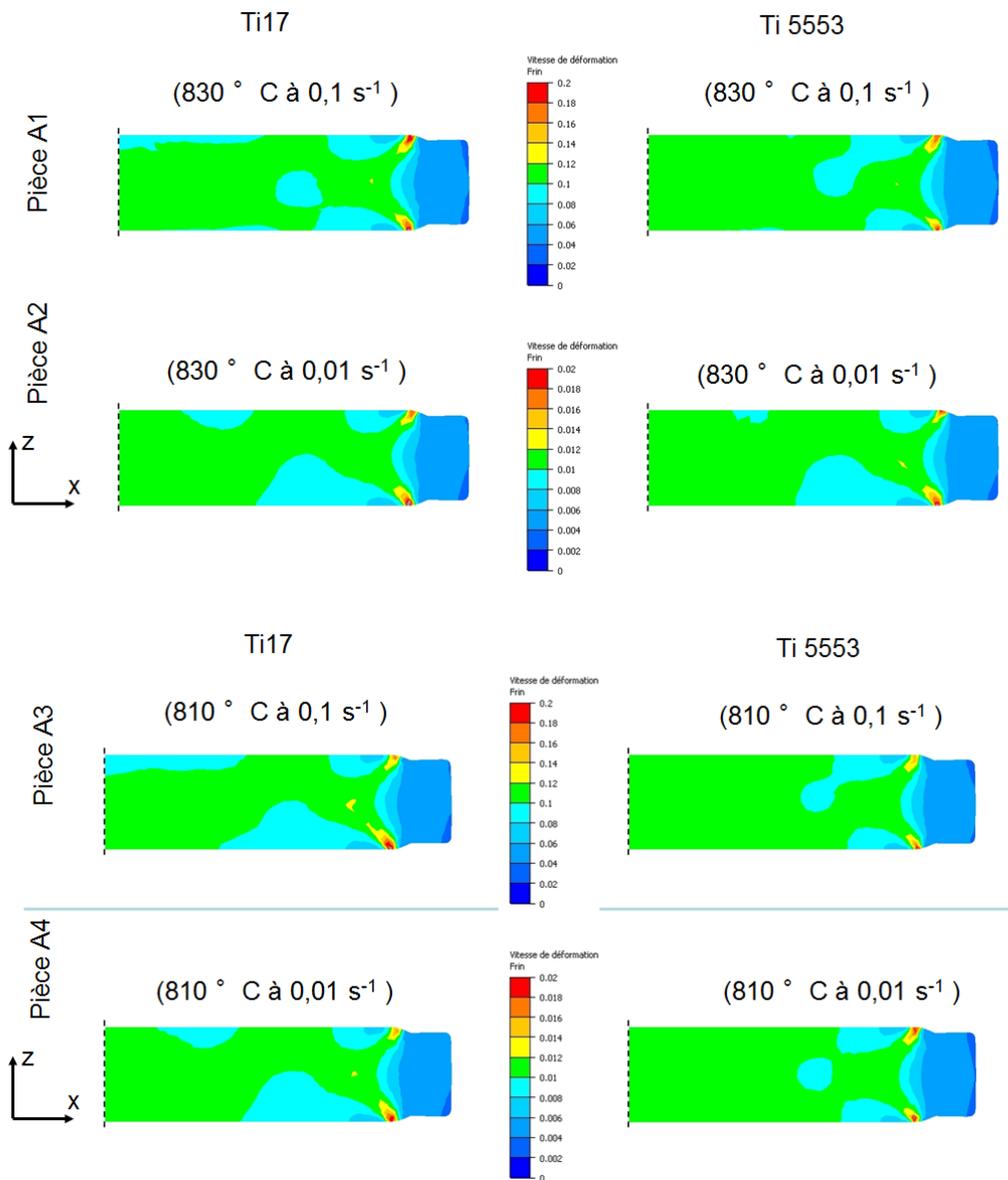


Figure A2.6 : Cartes des vitesses de déformation des pièces simulées avec les rhéologies respectives du Ti-17 et du Ti-5553

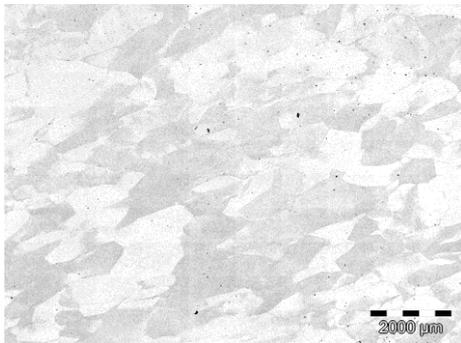
La Figure A2.6 montre une vitesse de déformation quasi-uniforme dans les éprouvettes dans les deux cas de figure.

### VIII.3 Annexe 3 : Micrographies optiques, MEB et EBSD sur la billette

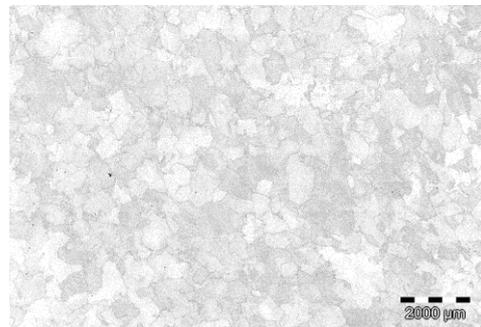
#### VIII.3.1 Micrographies optiques

Des résultats complémentaires concernant l'analyse micrographique des états avant déformation et après déformation, sur les éprouvettes déformées à la machine de compression et à la presse industrielle sont présentés dans cette annexe.

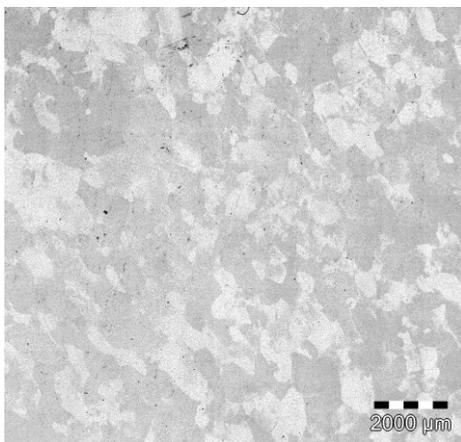
La Figure A3.1 montre les microstructures obtenues sur les éprouvettes bicônes après déformation de  $\varepsilon = 0,65$ .



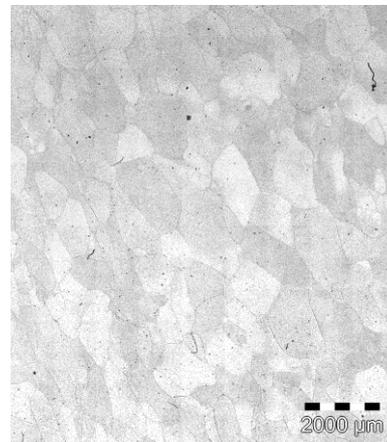
A1 (830 °C), 0,1 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 0,65$



A2 (830 °C) 0,01 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 0,65$



A3 (810 °C), 0,1 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 0,65$



A4 (810 °C), 0,1 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 0,65$

Figure A3.1 : Micrographies optiques sur les éprouvettes bicônes après une déformation de 0,65

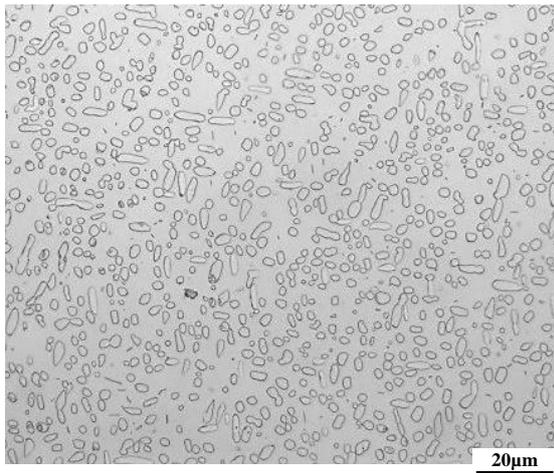
Contrairement au flambage ou « cintrage » des grains noté sur les éprouvettes cylindriques à 810 et 830 °C, les échantillons bicônes présentent des grains  $\beta$  très peu déformés dans l'échantillon comprimé à 830 °C et 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (cf. Figure A3.1). Les grains  $\beta$  présentent après déformation dans le domaine  $\alpha/\beta$  des joints très dentelés avec apparition dans certains endroits de sous-grains qui

proviennent de l'écroissage et du réarrangement des dislocations qui accompagnent la restauration dynamique. De petits grains néanmoins apparaissent notamment par le mécanisme de recristallisation dynamique géométrique. Les échantillons A2 et A3 qui ont été trempés tardivement présentent des grains plus fins car la structure a subi une recristallisation métadynamique. Les tailles de grains mesurées sur ces éprouvettes sont données dans le Tableau A3-1.

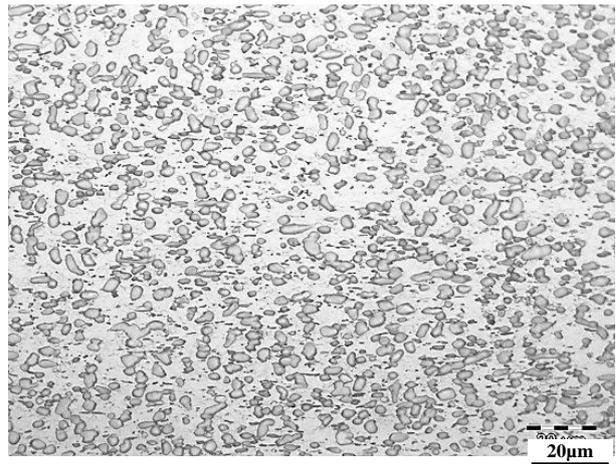
Tableau A3.1 : Taille de grain moyenne sur les éprouvettes bicônes

Température (°C)	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	Taille de grain moyenne ( $\mu m$ )
830 (A1)	0,1	650
830 (A2)	0,01	450
810 (A3)	0,1	500
810 (A4)	0,01	800

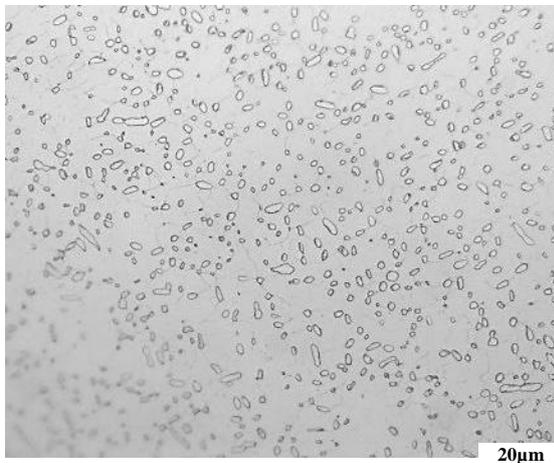
Sur la Figure A3.2, les microstructures avant et après compression uniaxiale à  $\varepsilon = 1$  sont représentées. On peut ainsi remarquer que du point de vue morphologique la formes des nodules est très peu changée. Cependant leur fraction surfacique augmente après déformation. Cette augmentation proviendrait de la précipitation dynamique pendant la déformation qui serait énergétiquement plus favorable que la recristallisation de la phase  $\beta$ .



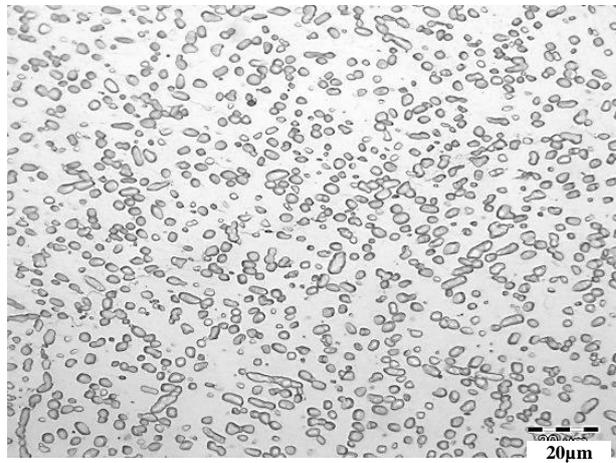
Recuit 6 h à 720 °C



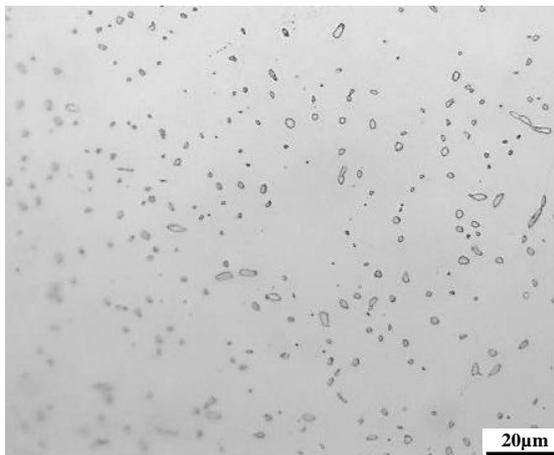
Recuit 6 h 720 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



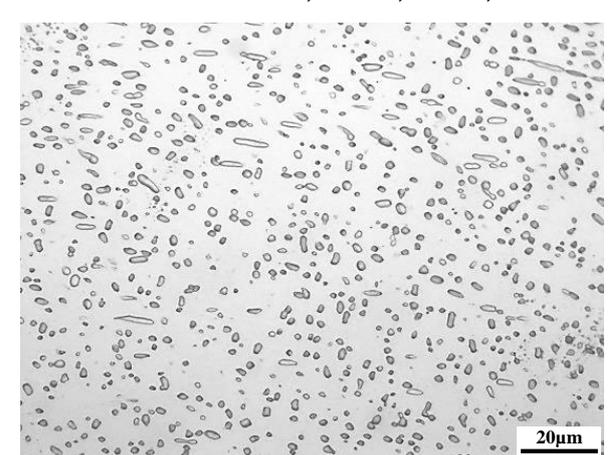
Recuit 6 h à 780 °C



Recuit 6 h 780 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

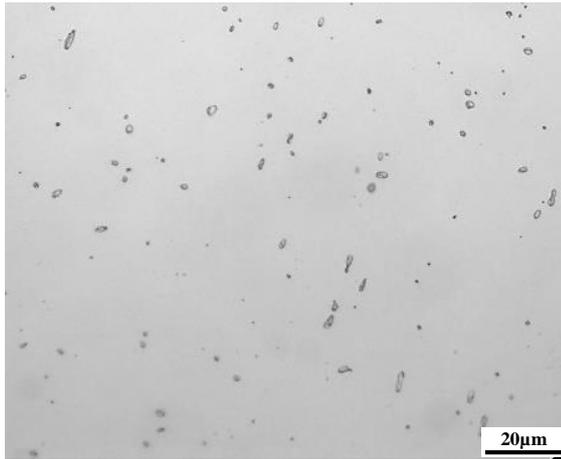


Recuit 6 h à 810 °C



Recuit 6 h à 810 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

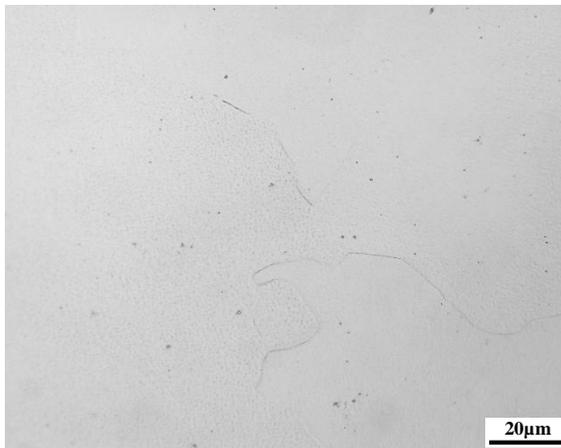
Figure A3.2 a : Micrographies optiques des éprouvettes cylindriques avant et après déformation à 720, 780 et 810 °C



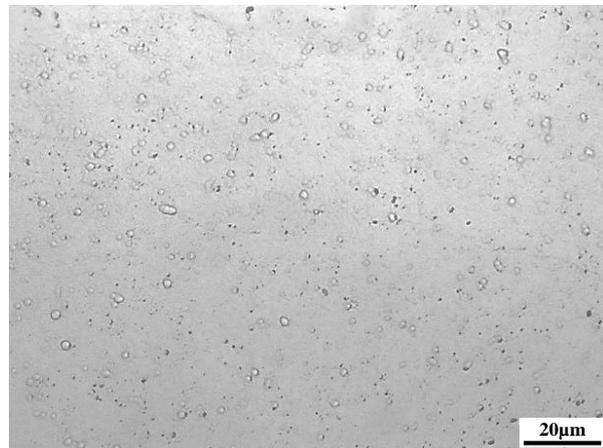
Recuit 6 h à 830 °C



Recuit 6 h 830 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



Recuit 6 h à 850 °C



Recuit 6 h 850 °C;  $\varepsilon = 1$ ;  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.2 b : Micrographies optiques des éprouvettes cylindriques avant et après déformation à 830 et 850 °C

### VIII.3.2 Micrographies EBSD

Les observations par Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) ont également été réalisées après différentes conditions de déformation pour évaluer l'effet de la déformation, de la vitesse de déformation et de la température sur la microstructure, mais également pour mettre en évidence la précipitation dynamique de la phase  $\alpha$ .

Les Figures A3.3-a, b, c, d, e illustrent les cartes d'orientation obtenues par EBSD de la phase  $\beta$  à 990, 900 °C et 850 °C après une compression ( $\varepsilon = 1$ ) à la vitesse de  $0,1 \text{ s}^{-1}$ . De manière identique à la métallographie optique, des grains  $\beta$  très longs sont observés pour les échantillons déformés à 900 °C et 990 °C. De nombreuses dentelures et de nouveaux petits grains apparaissent et prouvent le début d'un phénomène de recristallisation dynamique géométrique.

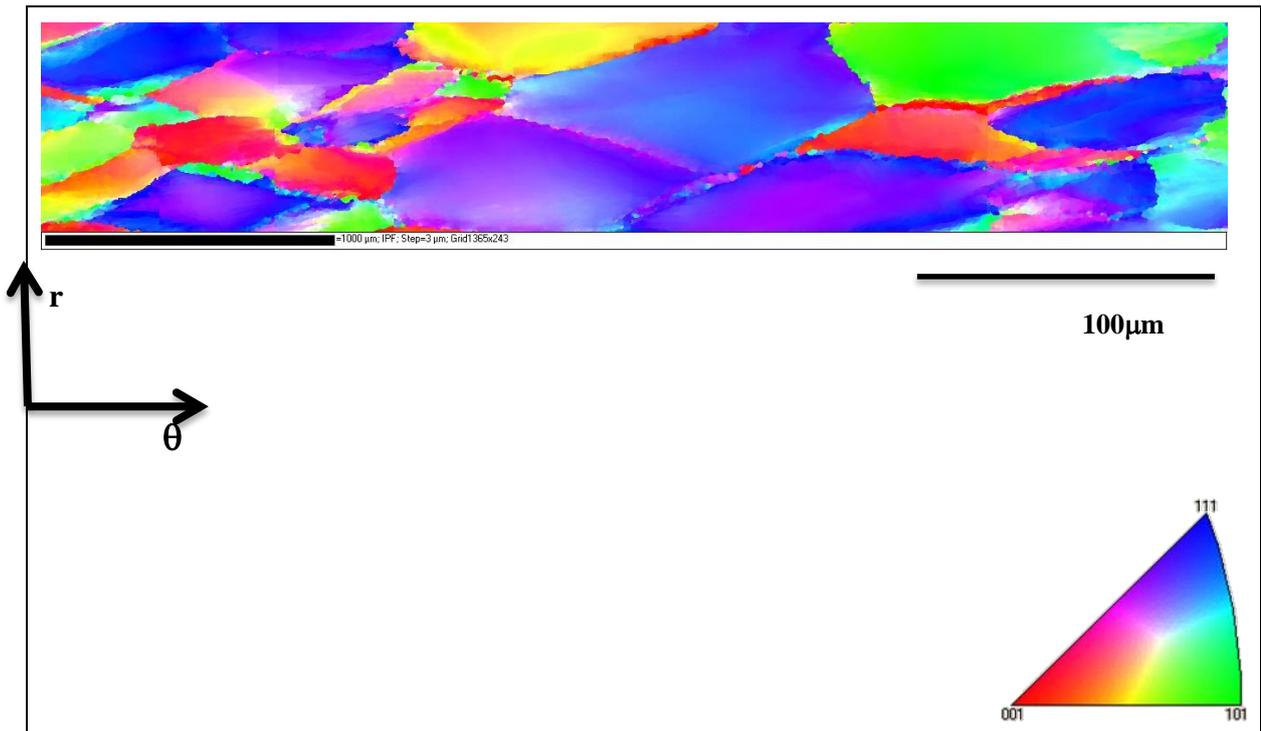
---

À de plus grandes déformations et à des vitesses de déformation relativement élevées, la plupart des auteurs observent une augmentation du nombre de nouveaux grains. Dans le cas présent, on remarque à certains endroits des sous-grains formés à proximité des joints de grain  $\beta$ .

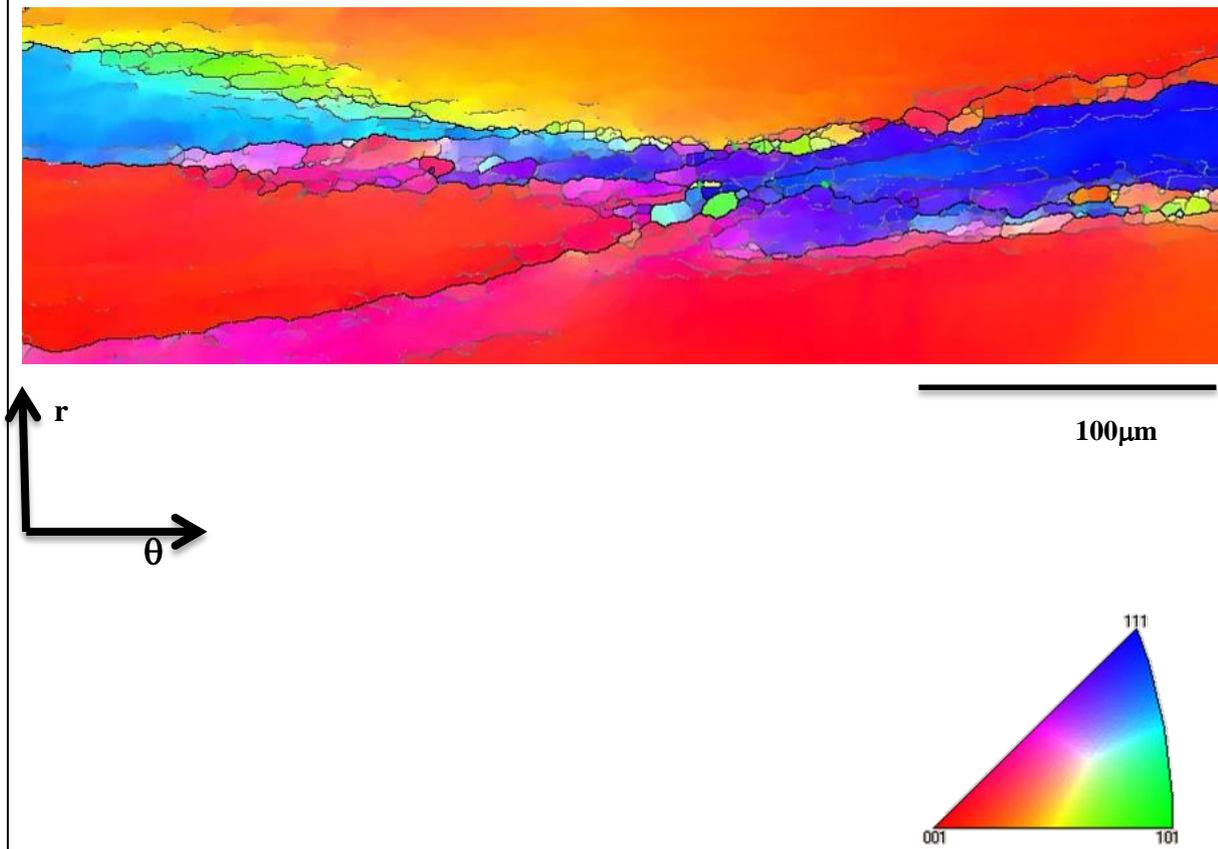
La Figure A3.3-c montre l'apparition de dentelures et des joints de grains qui semblent se rapprocher les uns des autres et créer une sorte de lacet. Il apparaît de très petits "nouveaux grains" aux joints lorsque la vitesse de déformation est faible ( $0,1 \text{ s}^{-1}$ ). Au contraire, aux grandes vitesses ( $> 0,1 \text{ s}^{-1}$ ), les grains sont plus gros, et la structure est moins dentelée mais plus écrouie. Il apparaît également que les grains sont plus plats pour ces vitesses de déformation élevées.

Les Sous-Figures A3.3-f, g, h, i, j, k, l, m, n, o et p montrent à fort grossissement la répartition de la phase  $\alpha$ . Un léger allongement des nodules  $\alpha$  dans le plan perpendiculaire à la direction de compression est remarqué. Cependant, du point de vue morphologique, nous ne notons pas de grande différence par rapport à l'aspect initial avant déformation (cf. Annexe 5).

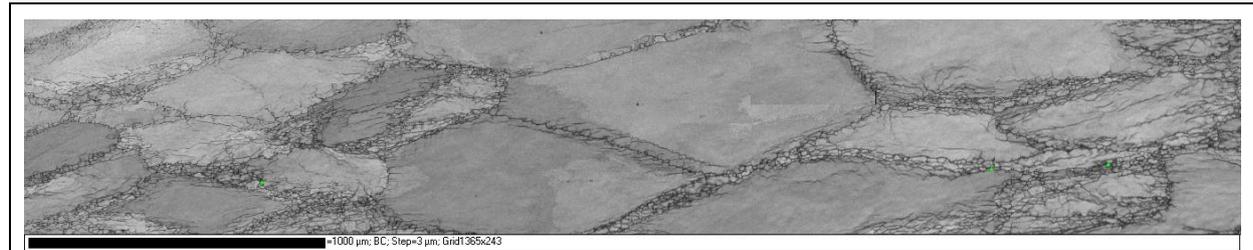
Cependant, il est important de noter que sur les Figures A3.3-e et f ( $850^\circ\text{C}$ ), des nodules avec des orientations différentes de la matrice sont observés. Ceux-ci, qui n'étaient pas visibles avant compression, sont apparus pendant la déformation.



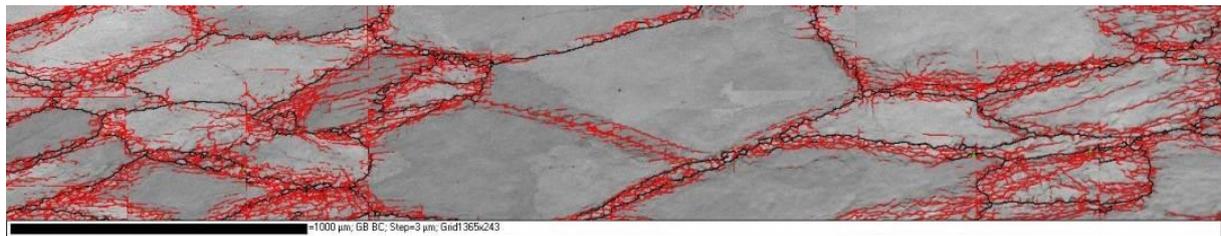
(a) Carte IPF 990 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



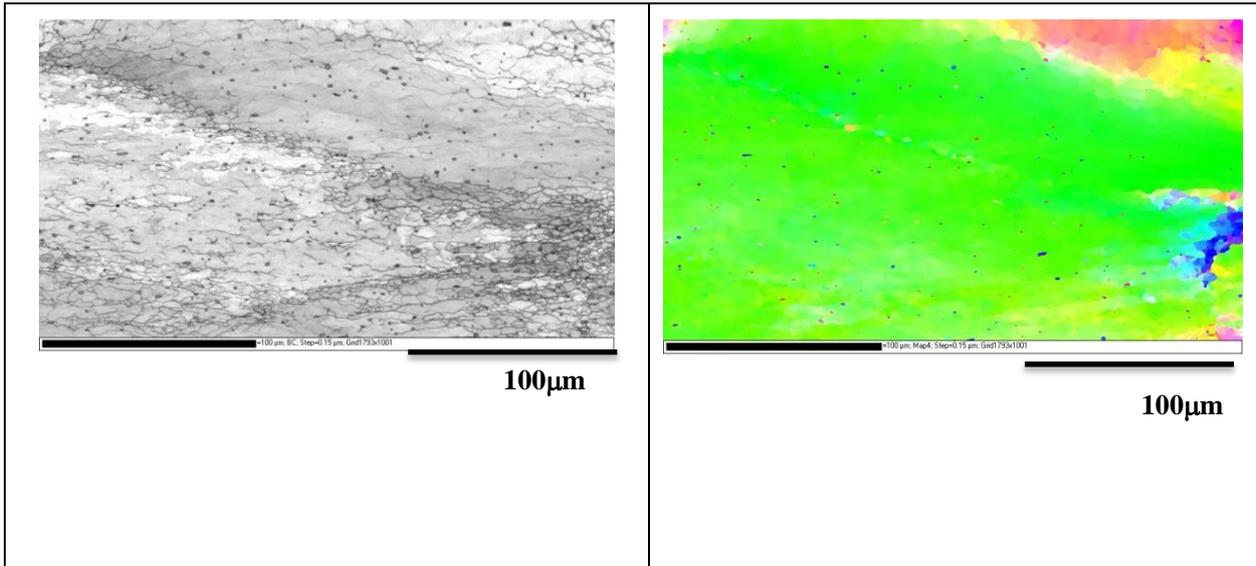
(b) Carte IPF 900 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



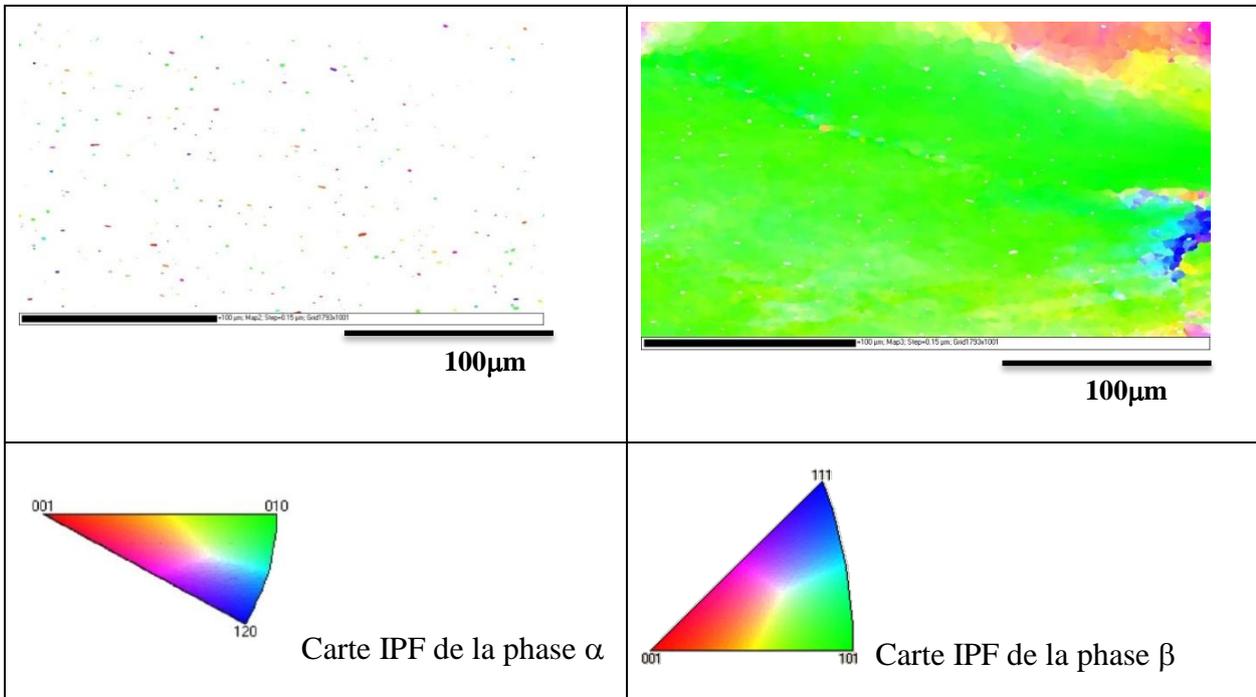
(c) Carte en BC 900 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



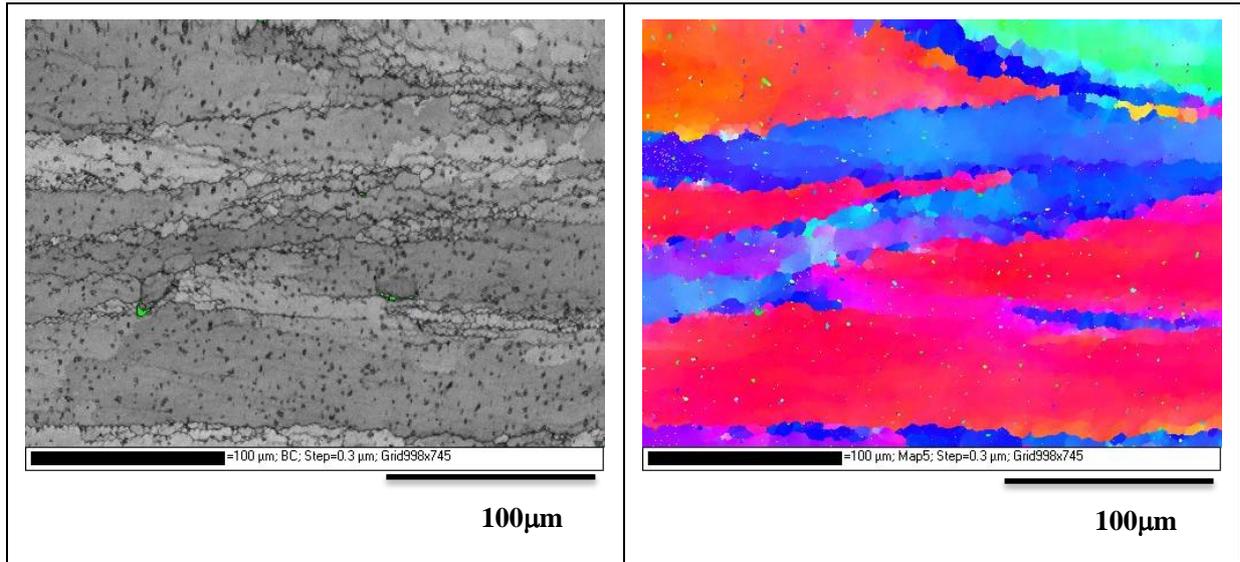
(d) Carte des joints en noir et sous-joints en rouge 900 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



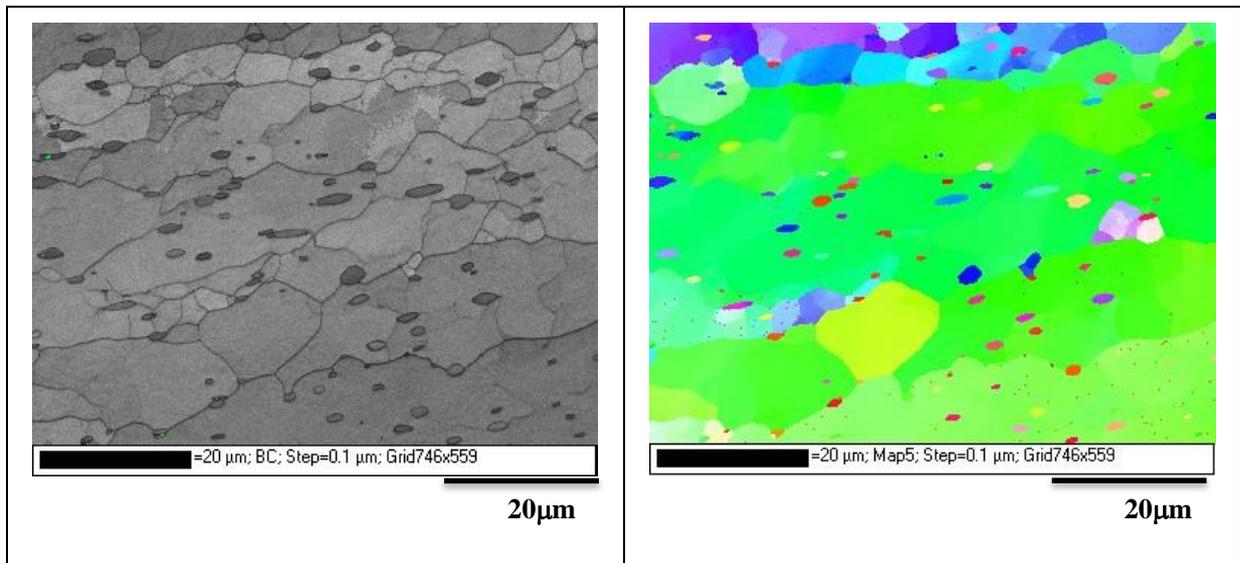
(e) Cartes en BC et en IPF à 830 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$



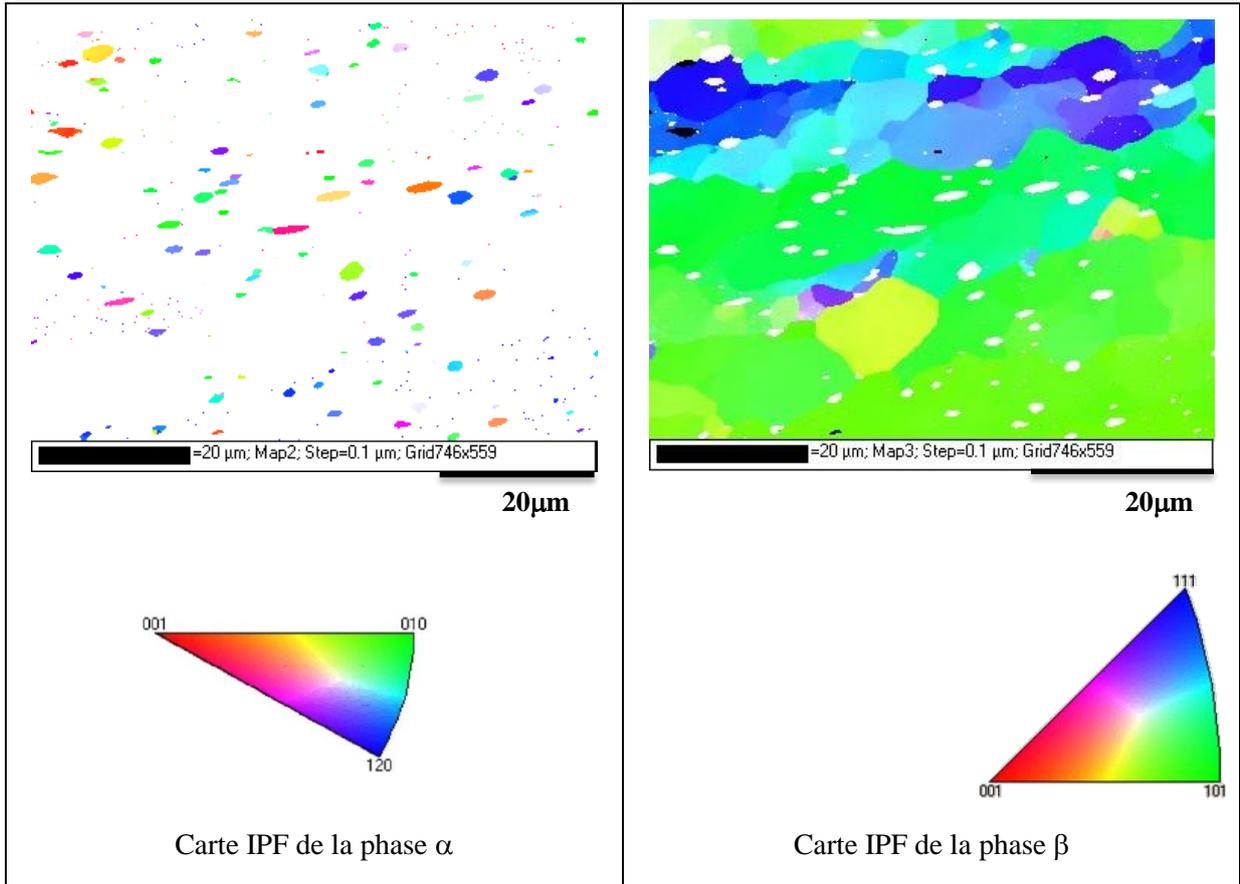
(f) Cartes IPF des phases  $\alpha$  et  $\beta$  à 850 °C



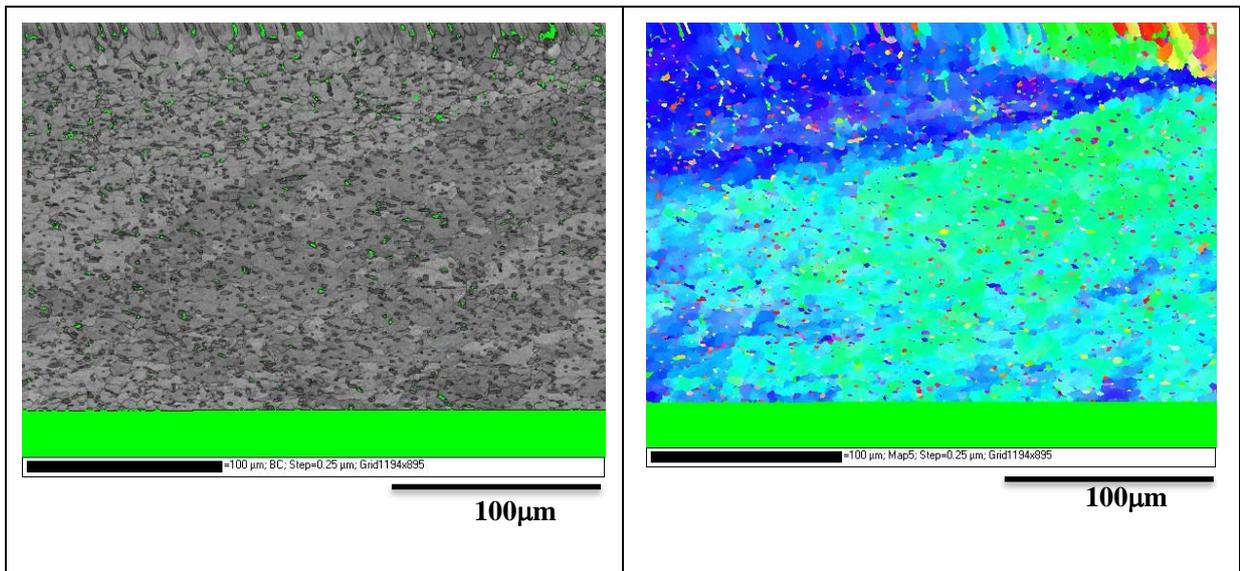
(g) Cartes en BC et en IPF à 830 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



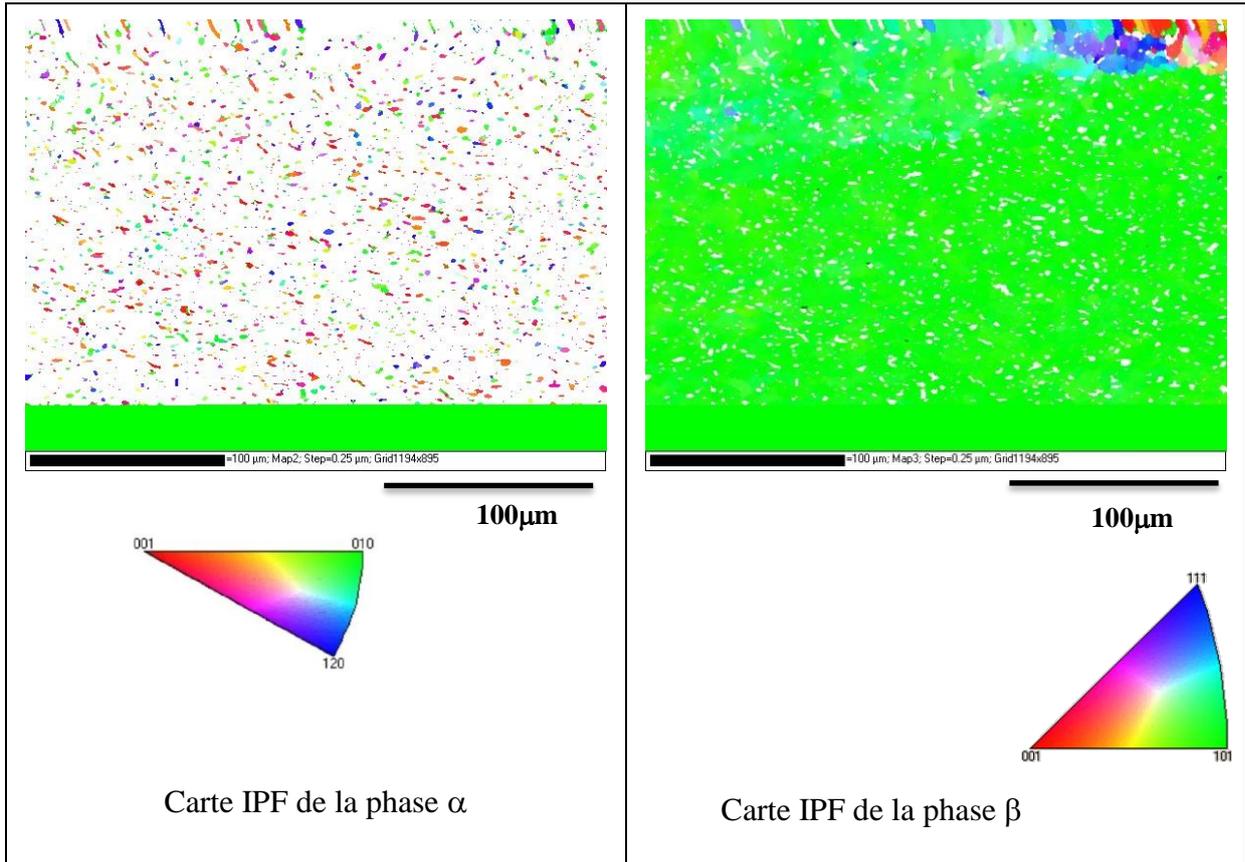
(h) Cartes en BC et en IPF à 830 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



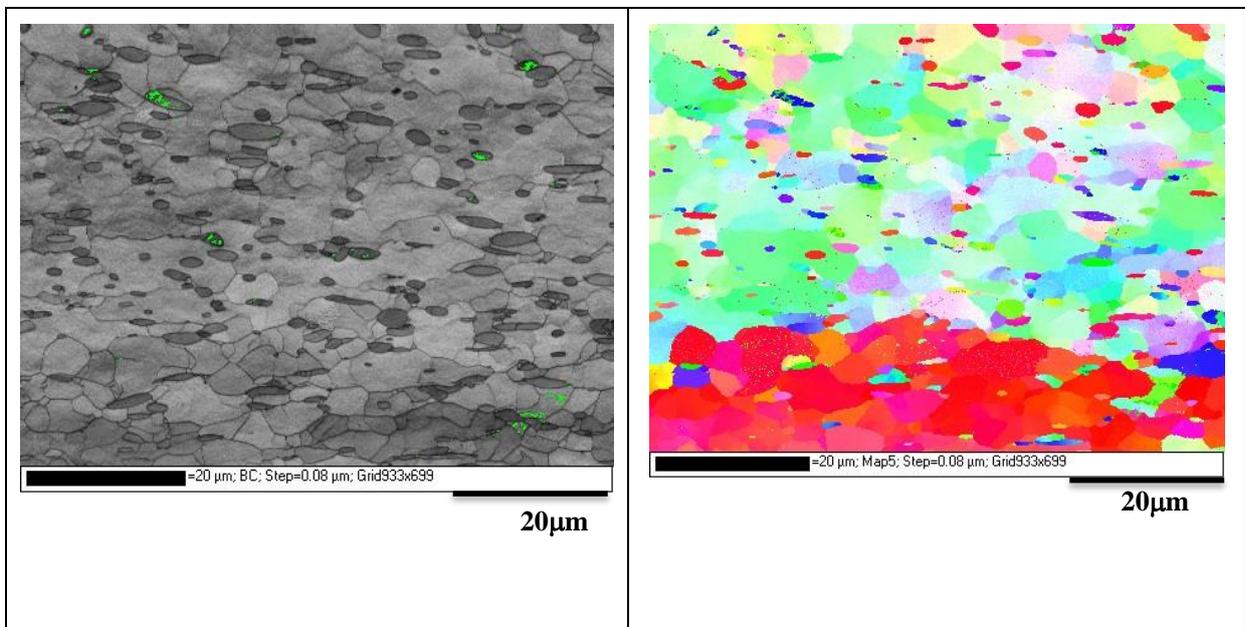
(i) Cartes IPF des phases  $\alpha$  et  $\beta$  à 830°C



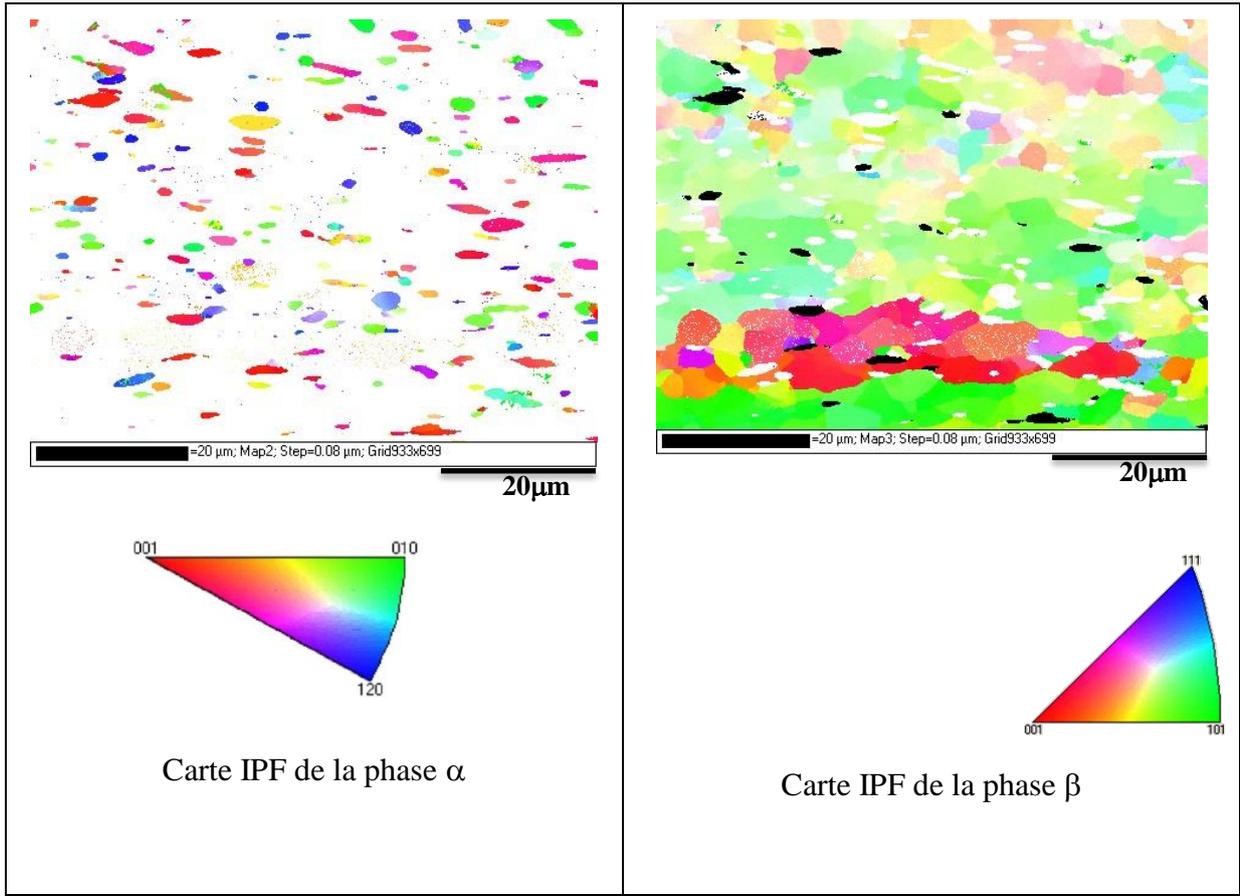
(j) Cartes en BC et en IPF à 810 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$



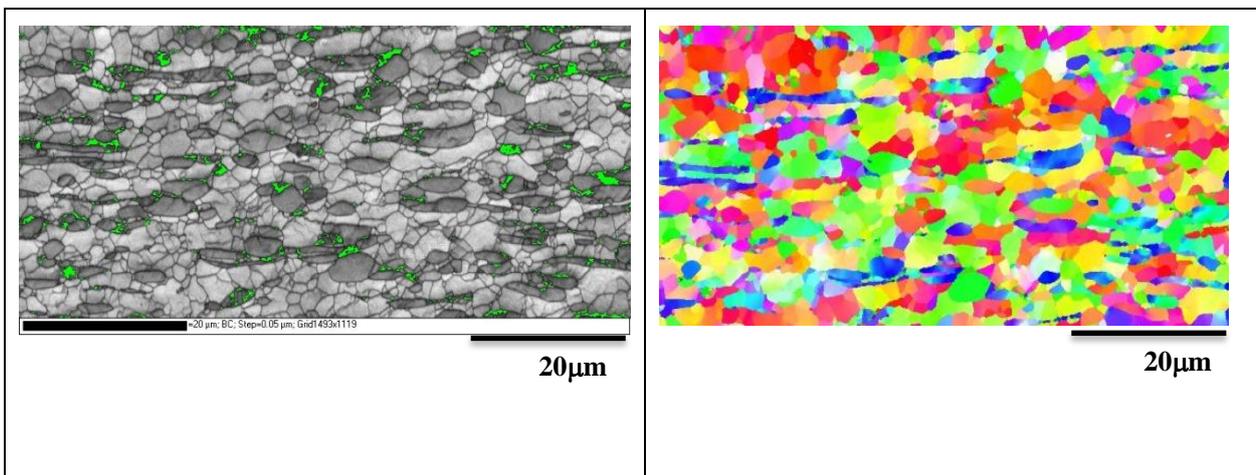
(k) Cartes IPF des phases  $\alpha$  et  $\beta$  à 810 °C



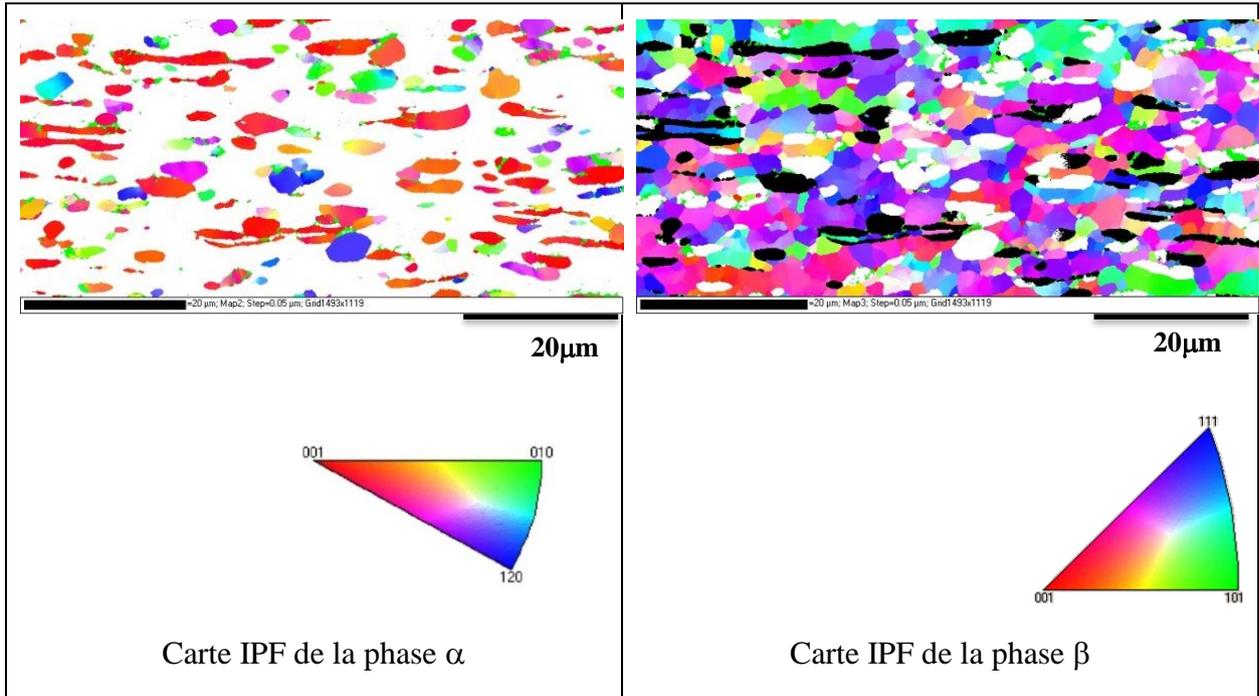
(l) Cartes en BC et en IPF à 780 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$



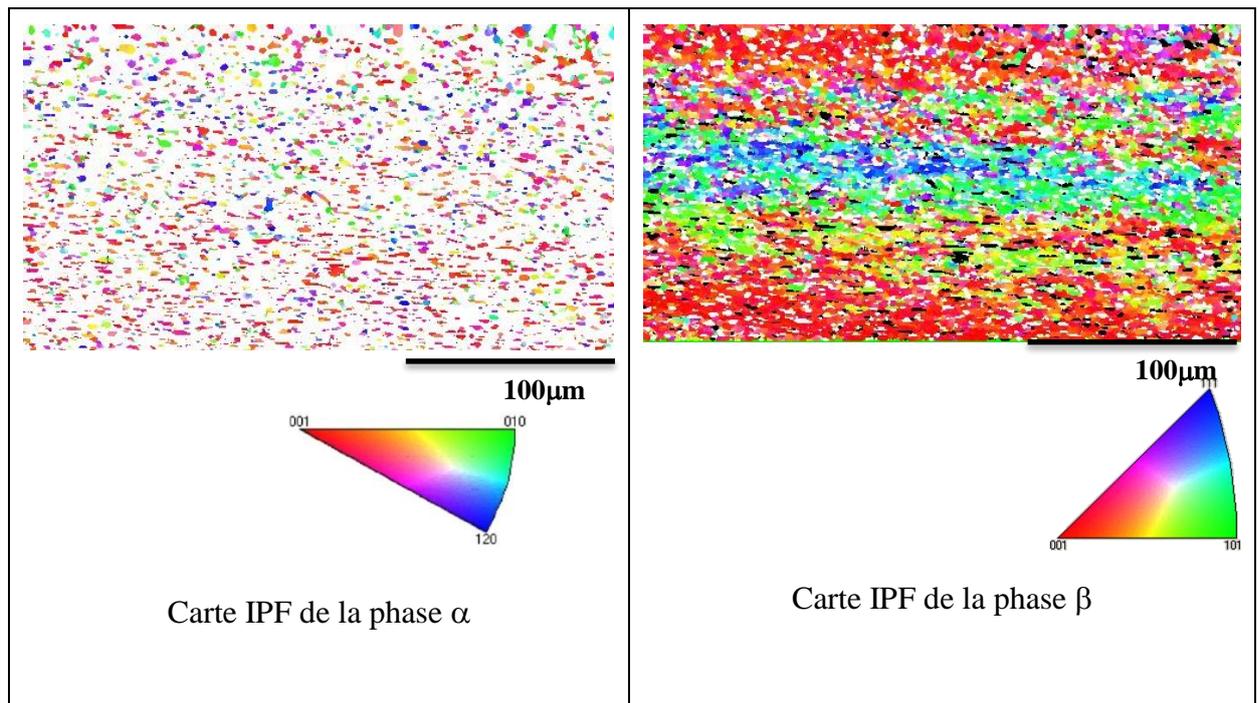
(m) Cartes IPF de la phase  $\alpha$  et  $\beta$  à 780 °C



(n) Cartes en BC et en IPF à 720 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$



(o) Cartes IPF de la phase  $\alpha$  et  $\beta$  à 720 °C

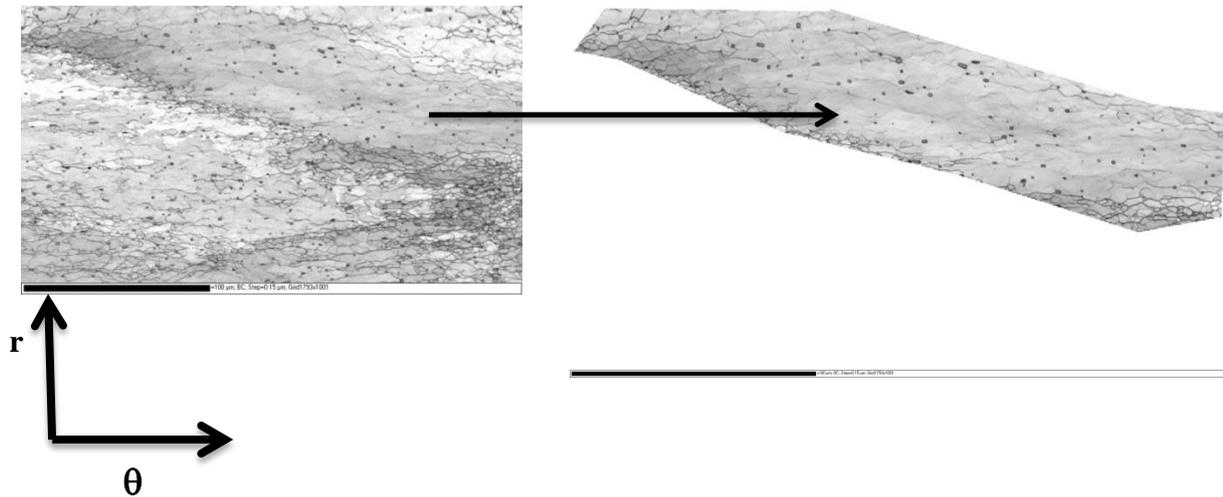


(p) Cartes IPF de la phase  $\alpha$  et  $\beta$  à 720 °C

Figure A3.3 : Cartes EBSD réalisées sur les éprouvettes après compression uniaxiale à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

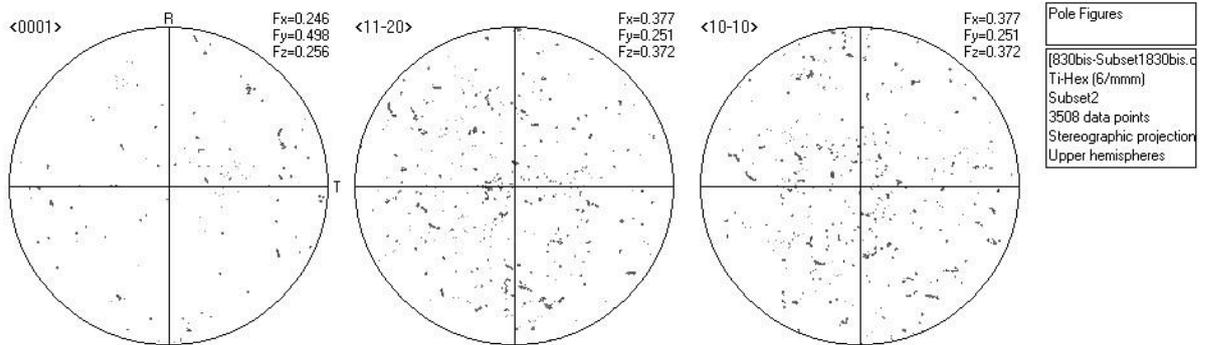
### VIII.3.3 Figures de pôles sur quelques états déformés

Pour tenter d'identifier les orientations des variants  $\alpha$  dans un grain  $\beta$  isolé et de vérifier si les relations d'orientation (Burgers) entre la matrice  $\beta$  et les grains  $\alpha$  étaient respectées sur des états déformés, des analyses ont été effectuées à l'aide du logiciel HKL. Pour ce faire, nous avons isolé un grain  $\beta$ , comme indiqué sur les Figures A3.4, A3.6, A3.8 et A3.10, et à l'intérieur de ces grains, avons tracé les figures de pôles de la phase  $\alpha$  du variant majoritairement représenté dans ce grain et celles de la matrice  $\beta$  (Figures A3.5, A3.7, A3.9 et A3.11). On peut ainsi remarquer des variants  $\alpha$  avec des orientations particulières telles que dans certains cas les relations de Burgers entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$  ne sont pas vérifiées.

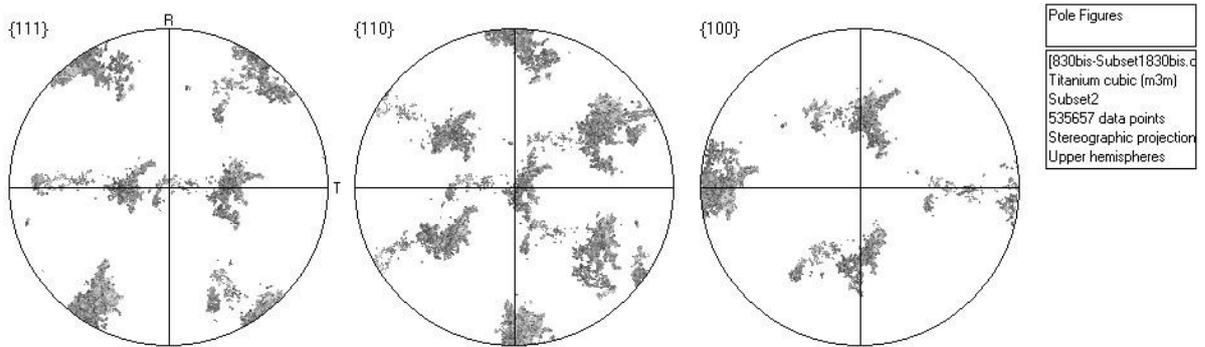


Carte en BC 850 °C  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.4 :Vérification de la relation d'orientation entre la phase  $\alpha$  et la matrice  $\beta$  à l'intérieur d'un grain isolé après compression à 850 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

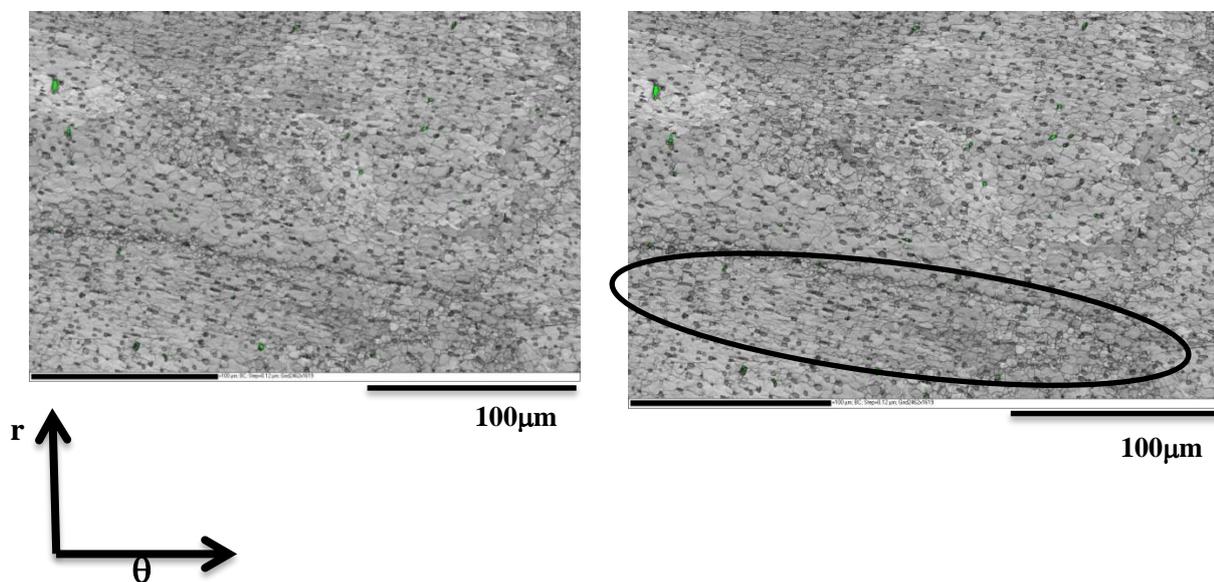


a) Figures de pôles de la phase  $\alpha$



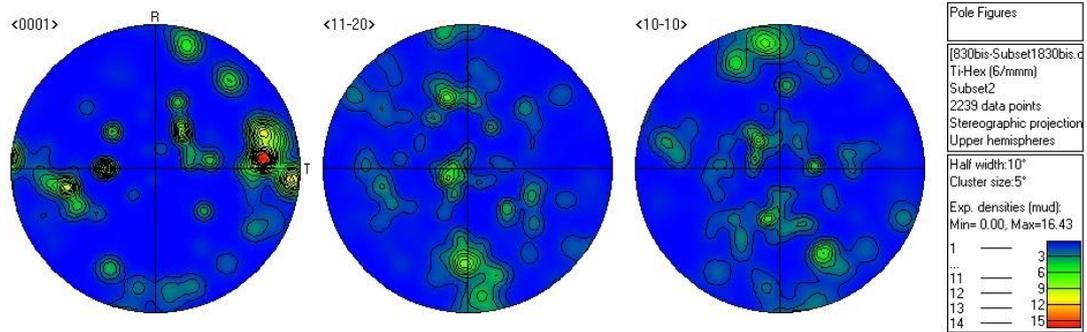
b) Figures de pôles de la phase  $\beta$

Figure A3.5 : Figures de pôles de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$  dans le grain isolé après compression à 850 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

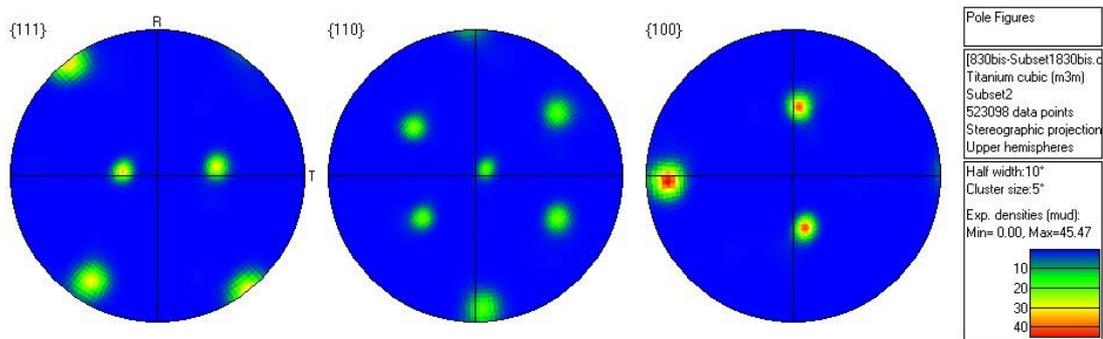


Carte en BC 830 °C,  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.6 : Vérification de la relation d'orientation entre la phase  $\alpha$  et la matrice  $\beta$  à l'intérieur d'un grain isolé après compression à 830 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

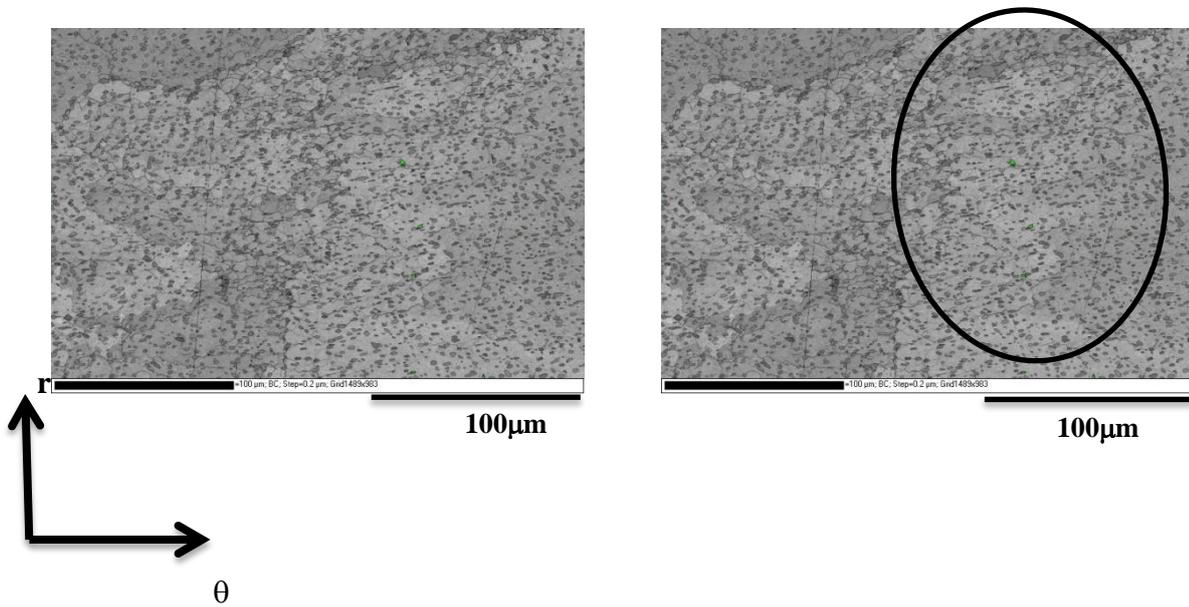


a) Figures de pôles de la phase  $\alpha$



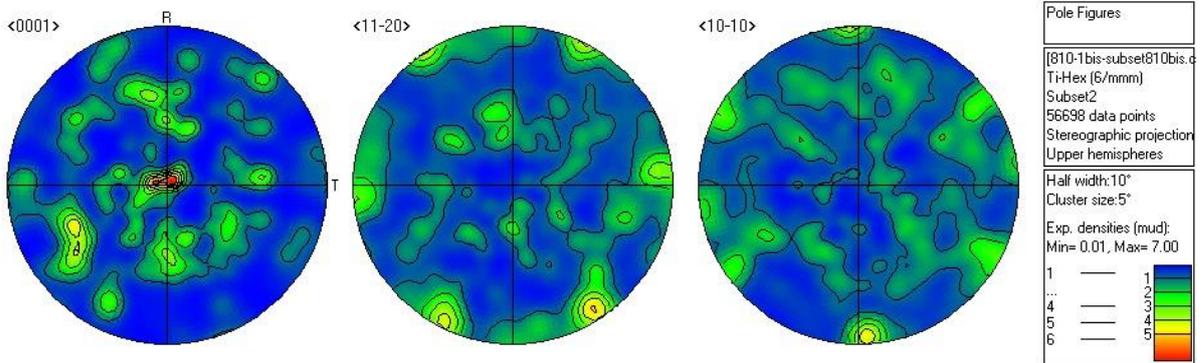
b) Figures de pôles de la phase  $\beta$

Figure A3.7 : Figures de pôles de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$  dans le grain isolé après compression à 830 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

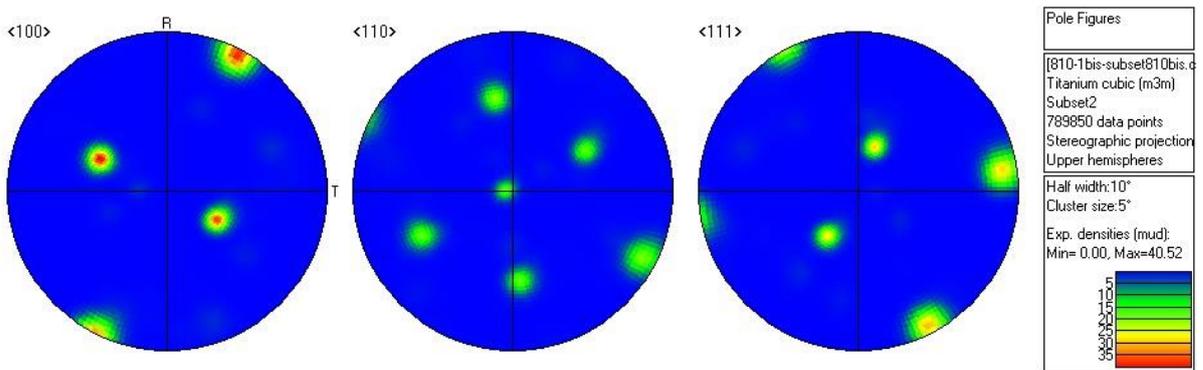


Carte en BC 810 °C  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.8 : Vérification de la relation d'orientation entre la phase  $\alpha$  et la matrice  $\beta$  à l'intérieur d'un grain isolé après compression à 810 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

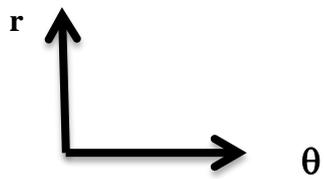
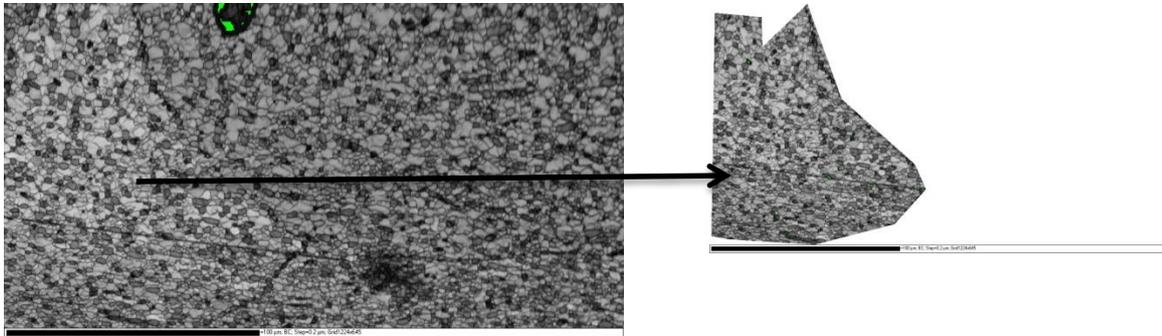


a) Figures de pôles de la phase  $\alpha$



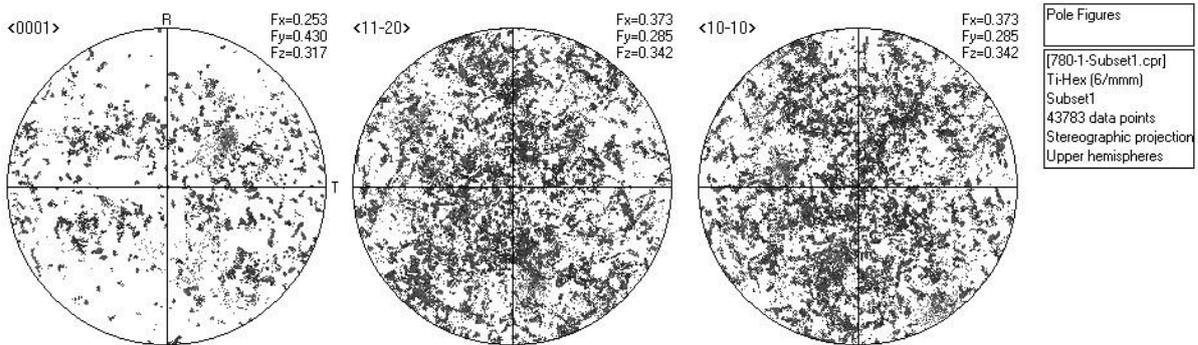
b) Figures de pôles de la phase  $\beta$

Figure A3.9 : Figures de pôles de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$  dans le grain isolé après compression à 810 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

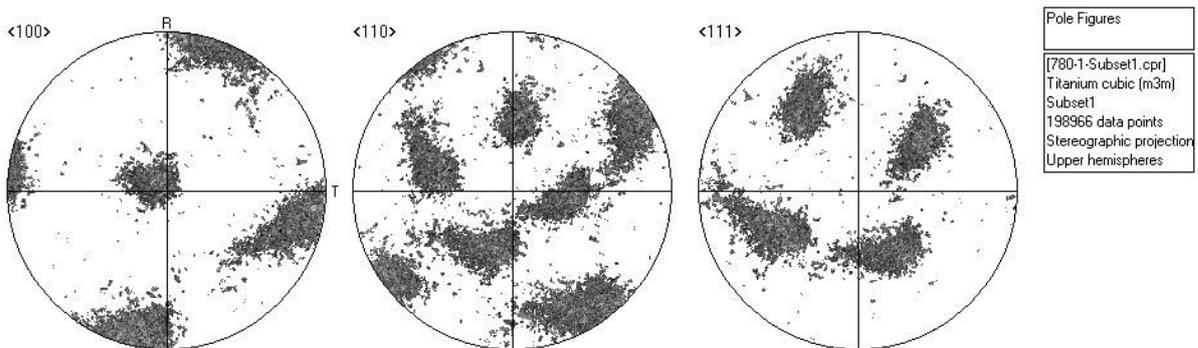


Carte en BC 780 °C  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.10 : Vérification de la relation d'orientation entre la phase  $\alpha$  et la matrice  $\beta$  à l'intérieur d'un grain isolé après compression à 780 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$



a) Figures de pôles de la phase  $\alpha$



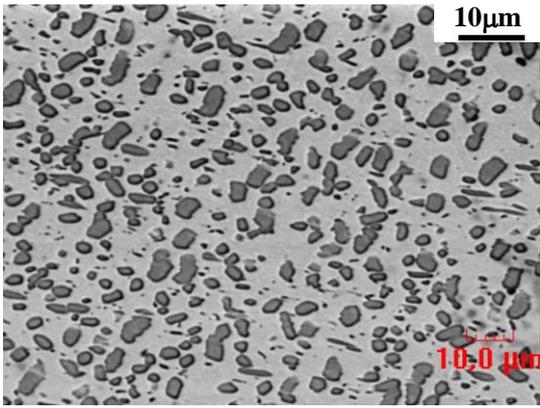
b) Figures de pôles de la phase  $\beta$

Figure A3.11 : Figures de pôles de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$  dans le grain isolé après compression à 780 °C à  $\varepsilon = 1$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

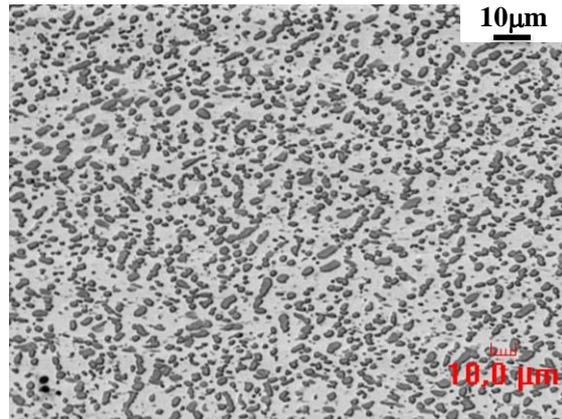
### VIII.3.4 Micrographie MEB

Les micrographies MEB réalisées sur les éprouvettes de compression sont présentées sur la Figure A3.12. Elles montrent, comme sur les micrographies optiques, des structures écrouies à faible grossissement. À fort grossissement, on remarque un allongement des nodules  $\alpha$  qui semble être majoritairement suivant la direction perpendiculaire à l'axe de compression pour les températures respectives de 780, 810 et 830 °C.

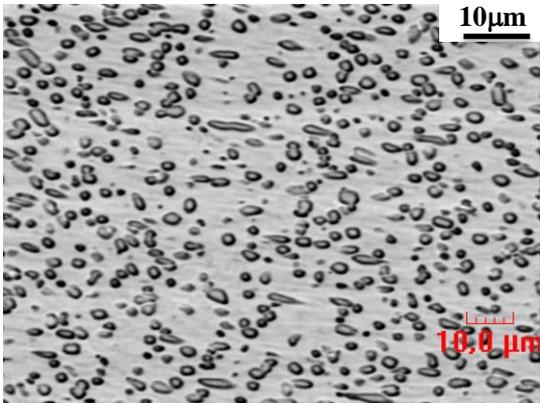
Cependant, on remarque également pour ces mêmes températures l'apparition de nodules plus fins avec une forme sphérique. Ceci nous permet d'affirmer que ces petits nodules sont issus de la déformation.



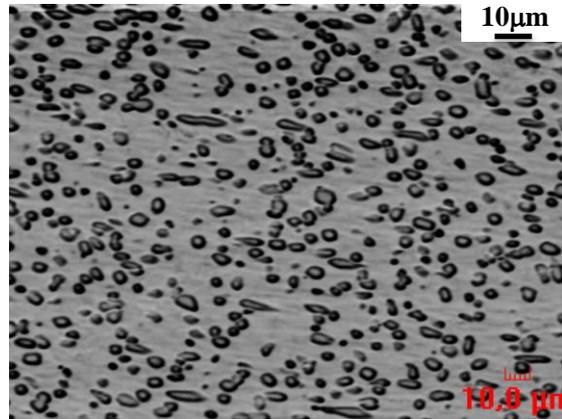
Recuit 6 h à 720 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



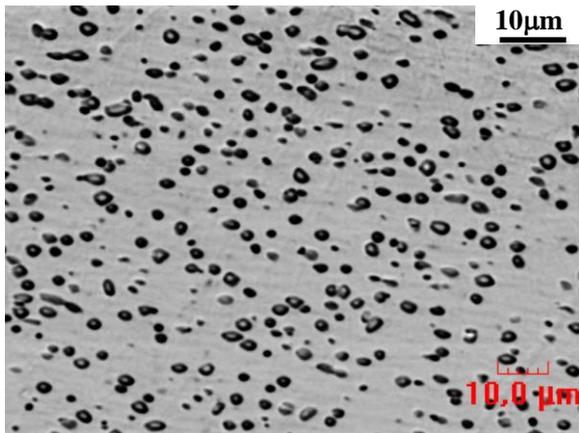
Recuit 6 h à 720 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



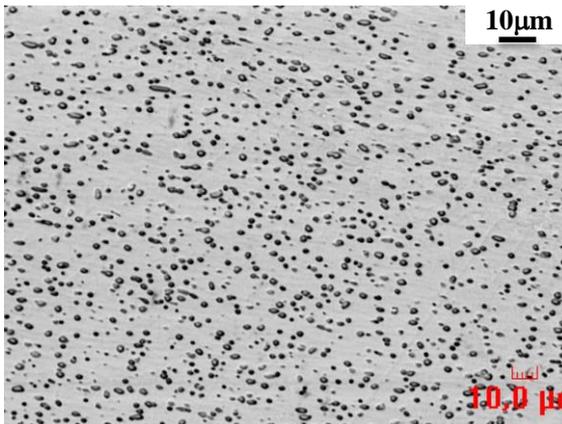
Recuit 6 h à 780 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



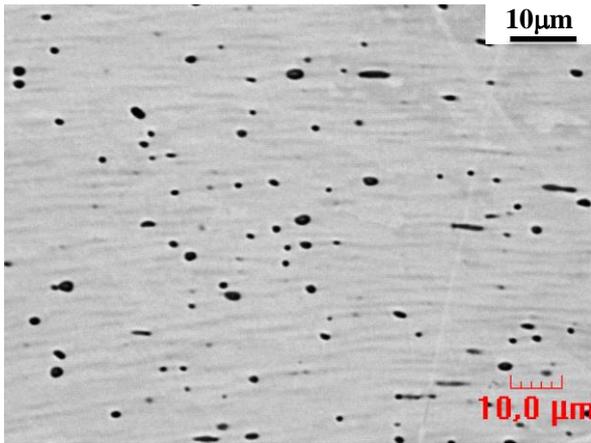
Recuit 6 h à 720 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



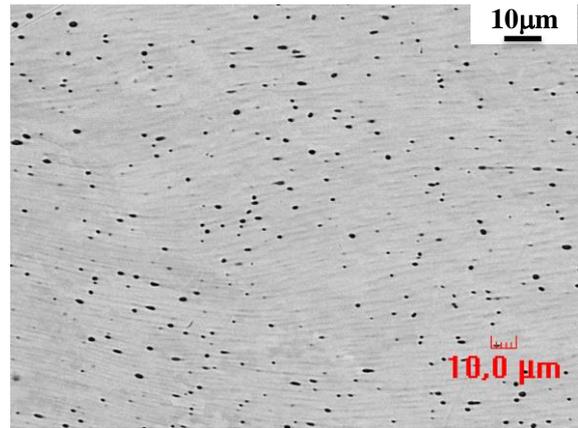
Recuit 6 h à 810 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



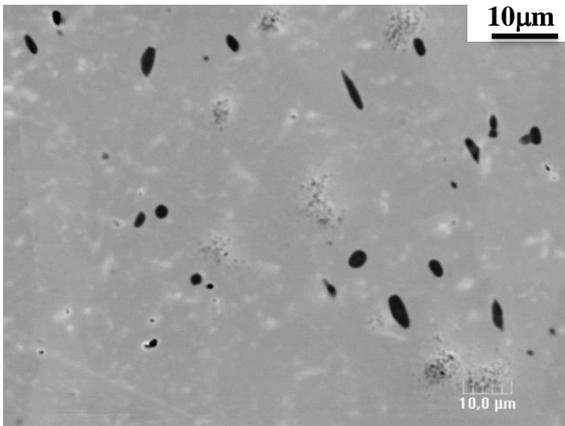
Recuit 6 h à 810 °C;  $\epsilon=1$ ;  $\dot{\epsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



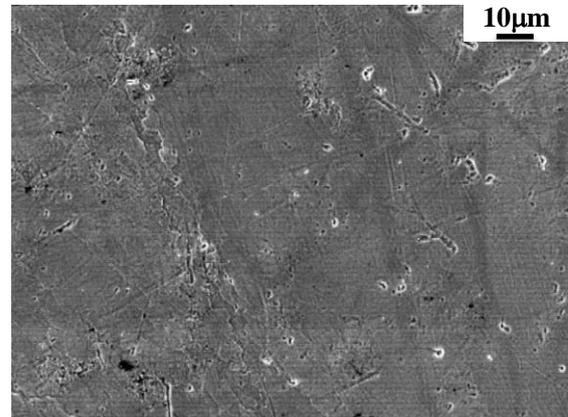
Recuit 6 h à 830 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



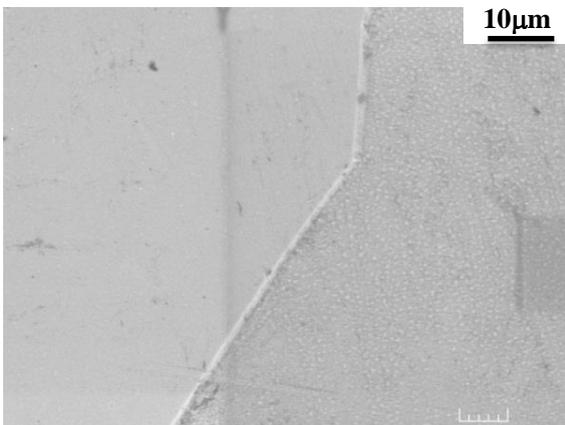
Recuit 6 h à 830 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



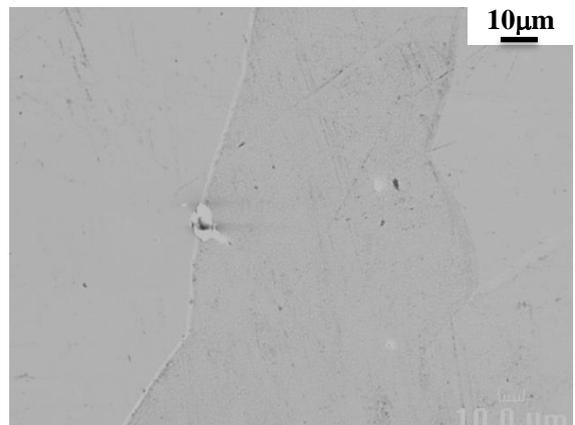
Recuit 6 h à 850 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



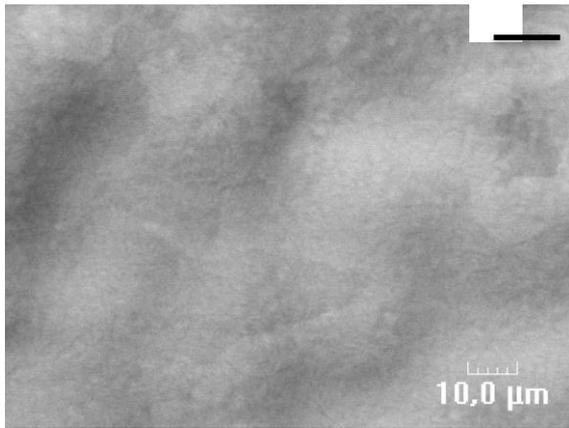
Recuit 6 h à 850 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



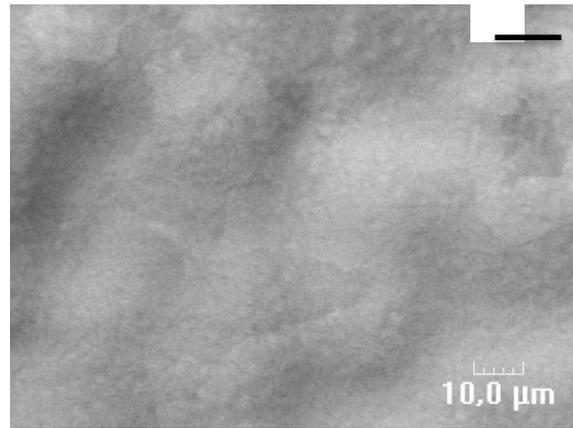
Recuit 6 h à 900 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



Recuit 6 h à 900 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



Recuit 6 h à 990 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$



Recuit 6 h à 990 °C;  $\varepsilon=1$ ;  $\dot{\varepsilon}=0,1 \text{ s}^{-1}$

Figure A3.12 : Micrographies MEB sur le matériau « billeterie » après déformation de  $\varepsilon = 1$  à  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

Les microstructures de l'alliage Ti-5553 après compression montrent des écarts en termes de tailles de grains à certains endroits, c'est à dire une apparition de petits grains issus de la recristallisation observée sur les échantillons déformés à des vitesses inférieures à  $0,1 \text{ s}^{-1}$  dans le domaine monophasé  $\beta$ .

La métallographie optique a également révélé sur les échantillons bicônes comme sur les éprouvettes de compression une augmentation de la fraction de nodules après la déformation. L'étude a également montré qu'une précipitation dynamique de nodules avait lieu dans les échantillons déformés à  $850 \text{ °C}$ , où l'on ne trouvait pas de phase  $\alpha$  avant déformation. L'identification de ces derniers par RX et EBSD révèle que les nodules sont constitués de la phase  $\alpha$ .

## VIII.4 Annexe 4 : Modélisation des courbes contrainte-déformation dans le domaine biphasé

### VIII.4.1 Influence du pic de la phase $\beta$ sur le comportement dans le domaine biphasé

Les courbes contrainte-déformation présentées dans la section V.2 font apparaître un pic au chargement, que ce soit dans le domaine monophasé  $\beta$  ou le domaine biphasé  $\alpha + \beta$ . Il semble toutefois que ce pic est en général moins prononcé dans le domaine biphasé. On peut donc faire l'hypothèse que la phase  $\beta$  est seule à l'origine de ce phénomène, déjà observé dans d'autres alliages de titane et habituellement attribué à l'épinglage des dislocations mobiles par des solutés tels que l'oxygène. Les lois de mélange présentées en section V.3 permettent d'estimer simplement l'effet de ce comportement de la phase  $\beta$  sur celui du mélange. Pour cela, nous avons supposé pour la phase  $\beta$  une loi de comportement de la forme :

$$\sigma_{\beta} = \left[ k_{\beta}^s + (k_{\beta}^e - k_{\beta}^s) \exp\left(-\frac{\varepsilon_{\beta}}{\varepsilon_{\beta}^*}\right) \right] \left( \frac{\dot{\varepsilon}_{\beta}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \quad (\text{A4.1})$$

où  $k_{\beta}^e$  et  $k_{\beta}^s$  désignent les consistances de la phase à la limite d'élasticité et au palier stationnaire, respectivement,  $\varepsilon_{\beta}$  et  $\dot{\varepsilon}_{\beta}$  les déformation et vitesse de déformation,  $\varepsilon_{\beta}^*$  une constante qui fixe la largeur du pic et  $\dot{\varepsilon}_0 = 1 \text{ s}^{-1}$ . Le comportement de la phase  $\alpha$  est considéré comme indépendant de la déformation :

$$\sigma_{\alpha} = k_{\alpha} \left( \frac{\dot{\varepsilon}_{\alpha}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \quad (\text{A4.2})$$

À noter que l'exposant de sensibilité à la vitesse  $m$  est supposé identique dans les deux phases. Les calculs ont été effectués à l'aide des quatre lois de mélange de Taylor, statique, Iso-W12, Iso-W13 et Iso-W23. Une résolution numérique est nécessaire pour déterminer la déformation  $\varepsilon_{\beta}$  en fonction de  $\varepsilon$  (sauf bien sûr avec l'hypothèse de Taylor).

Les valeurs numériques ont été tirées des résultats obtenus à 810 °C à partir d'extrapolations du comportement de la phase  $\beta$  et de l'usage « réciproque » des lois de mélange (section V.3). Plus précisément, on a choisi pour les calculs :  $k_{\alpha} = 400 \text{ MPa}$ ,  $k_{\beta}^e = 300 \text{ MPa}$ ,  $k_{\beta}^s = 250 \text{ MPa}$ ,  $\varepsilon_{\beta}^* = 0,01$ ,  $f_{\alpha} = 0,12$  et  $m = 0,23$ . La figure A4.1 montre l'évolution de la consistance  $k$  du mélange avec la déformation.

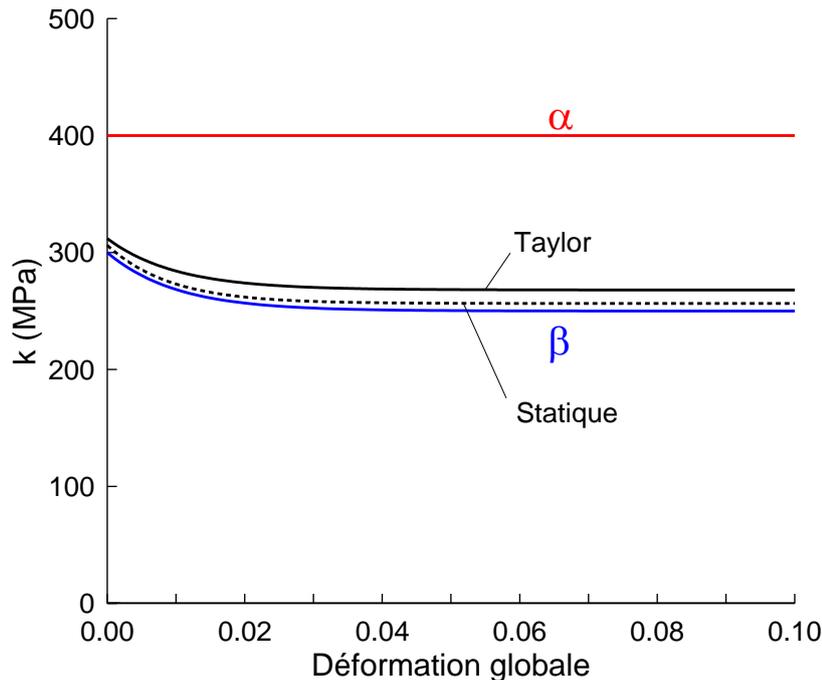


Figure A4.1 : Évolution avec la déformation de la consistance  $k$  du matériau à 810 °C, suivant les modèles de Taylor et statique. Les courbes relatives aux deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont également indiquées.

Les résultats donnés par les deux hypothèses de Taylor et statique sont très voisins et proches de la courbe relative à la phase  $\beta$  pure, ce qui est dû à la faible fraction de phase  $\alpha$  à cette température. Les prévisions des modèles Iso-W n'ont pas été indiquées car elles sont toutes trois très proches du modèle de Taylor, quoique un peu inférieures à celles-ci. En conclusion, il paraît tout à fait plausible que le pic de la phase  $\beta$  demeure apparent dans le comportement du mélange à une température telle que 810 °C.

#### VIII.4.2 Effet de la précipitation dynamique de phase $\alpha$ dans le domaine $\beta$

Comme on l'a indiqué dans la section VI.4, tout porte à croire que la déformation induit une augmentation de la fraction de phase  $\alpha$  dans le domaine biphasé et une précipitation de celle-ci dans le domaine monophasé  $\beta$ . Les lois de mélange permettent d'estimer si ce phénomène a un effet significatif sur le comportement du matériau. En utilisant les mêmes hypothèses et les mêmes valeurs des paramètres que ci-dessus, nous avons supposé une croissance linéaire de la fraction de phase  $\alpha$  entre 0 pour  $\varepsilon = 0$  et 0,2 pour  $\varepsilon = 0,1$ . La figure A4.2 montre l'évolution correspondante de la consistance  $k$  du mélange.

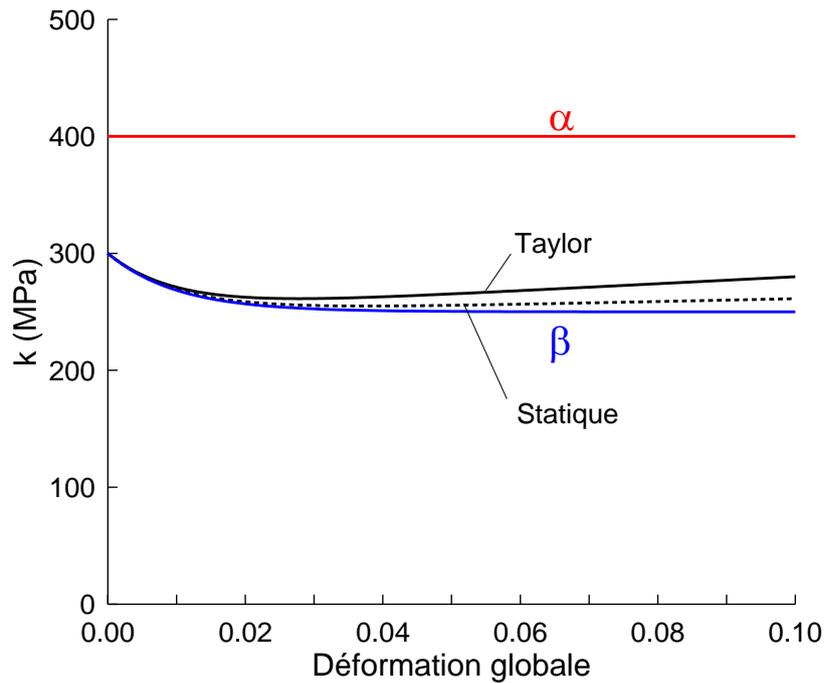


Figure A4.2 : Évolution avec la déformation de la consistance  $k$  du matériau au cours d'une déformation dans le domaine  $\beta$  donnant lieu à une précipitation dynamique de phase  $\alpha$

Les prévisions des modèles Iso-W sont comprises entre les bornes statique et de Taylor et n'ont pas été indiquées pour plus de clarté. La précipitation de phase  $\alpha$  provoque, comme on pouvait s'y attendre, un léger durcissement du mélange. Toutefois, il n'est pas certain que la consistance de la phase  $\alpha$  soit supérieure à celle de la phase  $\beta$  au-dessus du *transus*, comme nous l'avons supposé. En tout état de cause, il apparaît difficile de déceler une telle précipitation dynamique de phase  $\alpha$  à partir des seules données rhéologiques.

## VIII.5 Annexe 5 : Modélisation de la croissance dynamique des nodules $\alpha$ dans le domaine $\beta$

Il peut paraître au premier abord surprenant que les nodules de phase  $\alpha$  observés après déformation au-dessus du *transus*  $\beta$ , attribués à un phénomène de précipitation dynamique (hors équilibre), soient relativement globulaires au lieu d'être aplatis sous l'effet de la déformation : on mesure en effet un rapport de forme moyen  $\lambda = a/b \approx 0,76$  après une déformation  $\varepsilon = 0,5$  à  $850\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $a$  et  $b$  désignant respectivement les axes du nodule parallèle et perpendiculaire à la direction de compression uniaxiale. Pour interpréter cette observation, trois hypothèses non exclusives l'une de l'autre peuvent être proposées :

(i) les nodules ne se forment pas au début de l'essai, ils ont donc subi une déformation plus faible que la déformation nominale ;

(ii) la contrainte d'écoulement de la phase  $\alpha$  est réputée supérieure à celle de la phase  $\beta$  (du moins pour ces phases considérées à l'équilibre), ce qui a également pour effet de réduire la déformation des nodules ;

(iii) même si les nodules commencent à croître dès le début de la déformation, tout le matériau qui les constitue n'a pas subi la même quantité de déformation. Pour étudier cet effet, il convient de combiner la cinétique de croissance du nodule, c'est-à-dire la migration de l'interface séparant les deux phases, à la convection de cette interface résultant de la déformation du matériau. Le modèle très simple présenté ci-dessous constitue une première approche du problème.

La vitesse de migration est en principe représentée par un vecteur  $\dot{\mathbf{v}}_m$  normal à l'interface, ce qui conduit à des calculs complexes. Nous supposons donc ici pour simplifier que le vecteur  $\dot{\mathbf{v}}_m$  demeure radial à tout instant (figure A5.1). Il est clair que cette hypothèse est d'autant mieux justifiée que la forme du nodule est voisine d'une sphère, ce qui est vrai dans le cas présent. Par ailleurs, le champ de vitesse  $\dot{\mathbf{v}}_c$  associé à la compression uniaxiale (convection de la matière) a pour expression en coordonnées cartésiennes :

$$\dot{\mathbf{v}}_c \begin{cases} (\dot{\varepsilon}/2)x \\ -\dot{\varepsilon}z \end{cases} \quad (\text{A5.1})$$

où  $\dot{\varepsilon}$  désigne la vitesse de déformation du nodule supposée ici égale à la vitesse de déformation globale imposée au matériau. En exprimant ces composantes en coordonnées polaires et en ajoutant la vitesse de migration radiale, on obtient les composantes radiale  $\dot{u}_r = dr/dt$  et tangentielle  $\dot{u}_\theta = r d\theta/dt$  de la vitesse en tout point de l'interface, d'où le système d'équations différentielles :

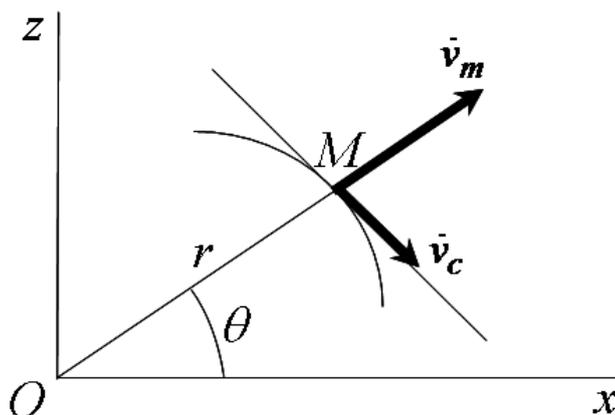


Figure A5.1 : Schéma définissant les deux composantes  $\dot{v}_m$  (migration) et  $\dot{v}_c$  (convection) de la vitesse au point  $M$  de l'interface

$$\begin{cases} \frac{dr}{dt} = \dot{\varepsilon} r \left( \frac{\cos^2 \theta}{2} - \sin^2 \theta \right) + \dot{v}_m \\ \frac{d\theta}{dt} = -\frac{3}{2} \dot{\varepsilon} \sin \theta \cos \theta \end{cases} \quad (\text{A5.2})$$

La deuxième ne porte que sur  $\theta$  et s'intègre directement pour donner :

$$\tan \theta = \tan \theta_0 \exp\left(-\frac{3}{2} \varepsilon\right) \quad (\text{A5.3})$$

où  $\theta_0$  désigne la valeur initiale de  $\theta$  (pour  $\varepsilon = 0$ ).

En reportant dans la première équation, on obtient :

$$\frac{dr}{d\varepsilon} = \frac{r}{2} \frac{1 - 2 \tan^2 \theta_0 \exp(-3\varepsilon)}{1 + \tan^2 \theta_0 \exp(-3\varepsilon)} + \frac{\dot{v}_m}{\dot{\varepsilon}} \quad (\text{A5.4})$$

Cette équation différentielle en  $r$  n'est pas intégrable analytiquement pour  $\theta_0$  quelconque, mais c'est cependant le cas pour  $\theta_0 = 0$  (axe radial) et  $\theta_0 = \pi/2$  (direction de compression), c'est-à-dire pour les deux axes  $b$  et  $a$  du nodule. Dans ces deux cas particuliers,  $\theta$  demeure constant et égal à sa valeur initiale. On obtient alors respectivement :

$$\begin{cases} b = r(\theta_0 = 0) = r_0 \exp\left(\frac{\varepsilon}{2}\right) + 2 \frac{\dot{v}_m}{\dot{\varepsilon}} \left[ \exp\left(\frac{\varepsilon}{2}\right) - 1 \right] \\ a = r(\theta_0 = \pi/2) = r_0 \exp(-\varepsilon) + \frac{\dot{v}_m}{\dot{\varepsilon}} [1 - \exp(-\varepsilon)] \end{cases} \quad (\text{A5.5})$$

où  $r_0$  désigne la valeur initiale de  $r$ . Il faut bien noter que pour les deux axes  $a$  et  $b$ , l'hypothèse de croissance radiale n'intervient pas, car celle-ci est également normale. Cette hypothèse ne peut donc affecter que la forme spécifique du nodule et non l'évolution de ses axes. D'autre part, pour un nodule qui commence à croître à l'instant initial il est naturel de choisir  $r_0 = 0$ . Dans ce cas les expressions des axes se simplifient pour donner :

$$\begin{cases} b = 2 \frac{\dot{v}_m}{\dot{\varepsilon}} \left[ \exp\left(\frac{\varepsilon}{2}\right) - 1 \right] \\ a = \frac{\dot{v}_m}{\dot{\varepsilon}} [1 - \exp(-\varepsilon)] \end{cases} \quad (\text{A5.6})$$

Il est remarquable de constater que dans le dernier cas, le rapport de forme  $\lambda$  est indépendant des deux vitesses de déformation  $\dot{\varepsilon}$  et de migration  $\dot{v}_m$ . Il ne dépend plus que de la déformation  $\varepsilon$  ! De plus, il est possible de montrer que la fonction  $r(\varepsilon)$  solution de l'équation (A5.4) pour un angle  $\theta_0$  quelconque est également proportionnelle au rapport  $\dot{v}_m/\dot{\varepsilon}$  dès que  $r_0$  est nul.

La figure A5.2 montre les évolutions des rayons  $a$  et  $b$  du nodule, ainsi que celle du rapport de forme  $\lambda = a/b$ . À titre de comparaison, la courbe en traits interrompus montre l'évolution du rapport de forme d'un nodule initialement sphérique soumis au seul mouvement de convection de la matière mais de rayon initial non nul (faute de quoi il ne pourrait pas croître au cours de la déformation).

Pour obtenir l'évolution de  $r$  pour tous les points de l'interface, l'équation (A5.4) a été intégrée numériquement, ce qui conduit avec la relation (A5.3) à une représentation paramétrique de l'interface sous la forme  $r(\varepsilon), \theta(\varepsilon)$ . La figure A5.3 montre l'évolution d'un nodule au cours de la déformation. La figure A5.4 donne une représentation plus visuelle de l'évolution du nodule dans les mêmes conditions. Ces résultats montrent bien, même si ce n'est que de manière qualitative, que pour des déformations modérées ( $\varepsilon < 0,6$ ), la forme du nodule s'éloigne peu d'une sphère, malgré la déformation qu'il subit au cours de sa croissance.

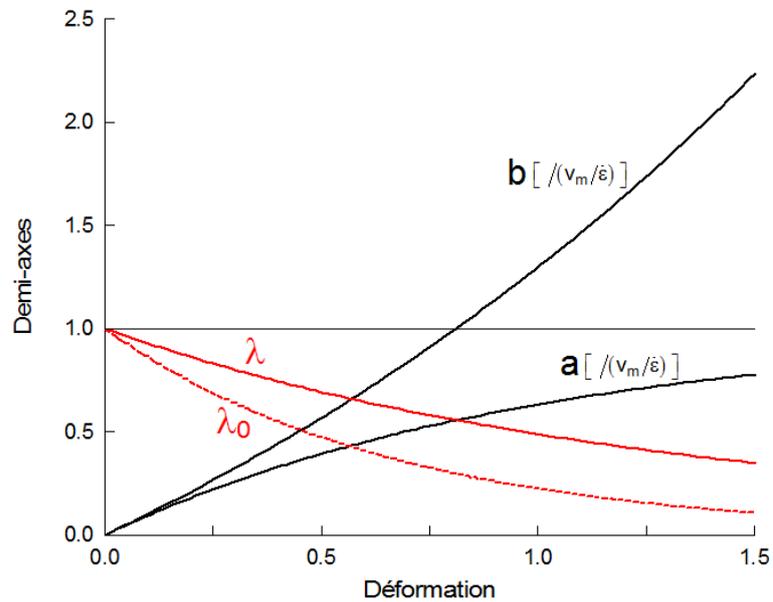


Figure A5.2 : Évolution des axes  $a$  et  $b$  et du rapport de forme  $\lambda$  d'un nodule au cours de sa croissance dynamique. Comparaison avec l'évolution du rapport de forme  $\lambda_0$  d'un nodule initialement présent ne subissant que la convection de la matière.

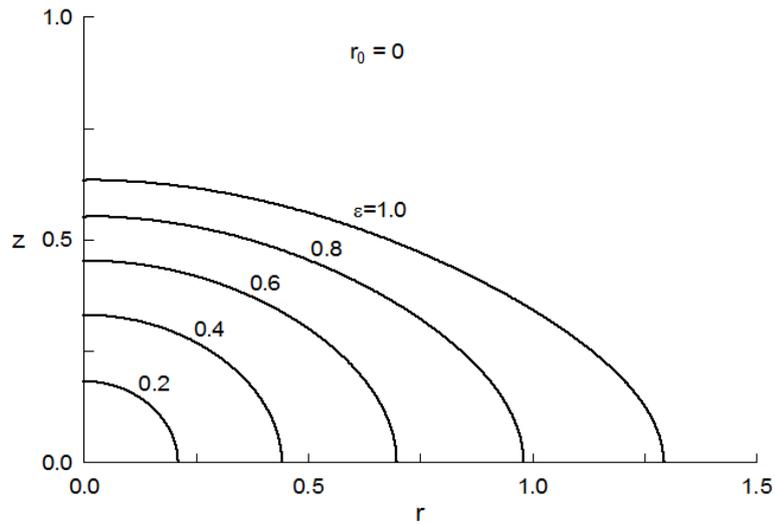


Figure A5.3 : Évolution d'un nodule croissant au cours de la déformation (sections par l'axe de révolution  $z$  ; seul un quart de la section est représenté). L'unité de longueur sur les axes est  $v_m/\dot{\varepsilon}$ .

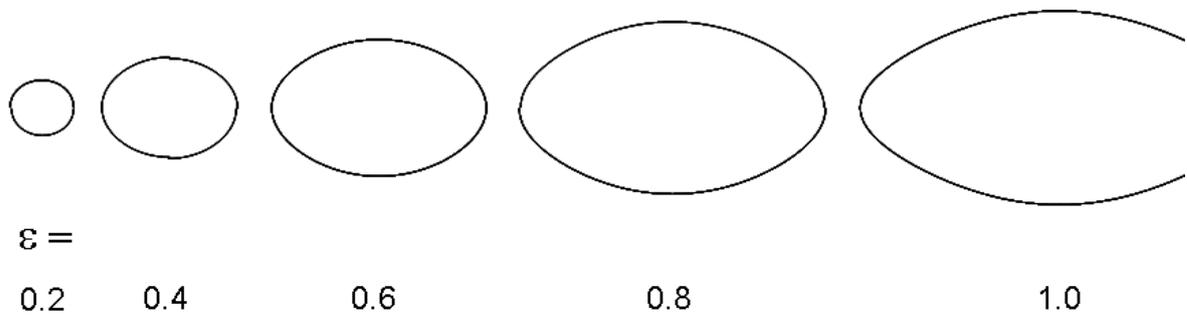


Figure A5.4 : Autre représentation de l'évolution du nodule de la figure A5.3. L'axe de révolution est vertical.

# RÉFÉRENCES



## REFERENCES

- Aeby-Gautier, E., Settefrati, A., Bruneseaux, F., Appolaire, B., Denand, B., Dehmas, M., Geandier, G., Boulet, P., (2012). *Isothermal  $\alpha''$  formation in  $\beta$  metastable titanium alloys*. J. Alloys Compd. 577, S439–S443. doi:10.1016/j.jallcom.2012.02.046
- Ammar, K., (2010). *Modélisation et simulation du couplage changement de phases-mécanique par la méthode des champs de phases*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris.
- Angelier, C., Bein, S., Béchet, J., (1997). *Building a continuous cooling transformation diagram of  $\beta$ -Cez alloy by metallography and electrical resistivity measurements*. Metall. Mater. Trans. A 28, 2467–2475. doi:10.1007/s11661-997-0004-y
- Audrerie, P., (1993). *Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliage de titane*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris.
- Avrami, M., (1939). *Kinetic of phase change I*. J. Chem. Phys. 7, 1103–1112.
- Azimzadeh, S., Rack, H.J., (1998). *Phase transformations in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al*. Metall. Mater. Trans. A 29, 2455–2467. doi:10.1007/s11661-998-0217-8
- Banerjee, S., Mukhopadhyay, P., (2007). *Phase Transformations examples from titanium to zirconium alloy*, Materials & Mechanical. Elsevier Science Ltd. 12, 557–657.
- Barrett, C.S., Meyer, L., Wasserman, J., (1966). *Crystal Structure of Solid Hydrogen and Deuterium, and of Neon—Hydrogen and Neon—Deuterium Mixtures*. J. Chem. Phys. 45, 834–837. doi:10.1063/1.1727691
- Baudin, T., (2010). *Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations*. Traité Étude et propriétés des métaux, Techniques de l'Ingénieur numéro M 4138.
- Bein, S., Béchet, J., (1996). *Transformation kinetics and Mechanisms in titanium alloys*. J. Phys. IV, 99–108.
- Bertrand, E., Castany, P., Péron, I., Gloriant, T., (2011). *Twinning system selection in a metastable  $\beta$ -titanium alloy by Schmid factor analysis*. Scr. Mater. 64, 1110–1113. doi:10.1016/j.scriptamat.2011.02.033

- Bieler, T.R., Semiatin, S.L., (2002). *The origins of heterogeneous deformation during primary hot working of Ti-6Al-4V*. Int. J. Plast. 18, 1165–1189.  
doi:10.1016/S0749-6419(01)00057-2
- Bouaziz, O., Buessler, P., (2002). *Mechanical behaviour of multiphase materials: an intermediate mixture law without fitting parameter*. Metall. Res. Technol. 99, 71–77.  
doi:10.1051/metal:2002182
- Boyer, R.R., (1996). *An overview on the use of titanium in the aerospace industry*. Mater. Sci. Eng. A, International Symposium on Metallurgy and Technology of Titanium Alloys 213, 103–114. doi:10.1016/0921-5093(96)10233-1
- Boyer, R.R., (2010). *Titanium and Its Alloys: Metallurgy, Heat Treatment and Alloy Characteristics*, in: Encyclopedia of Aerospace Engineering. John Wiley & Sons, Ltd.
- Boyer, R.R., Briggs, R.D., (2005). *The use of  $\beta$  titanium alloys in the aerospace industry*. J. Mater. Eng. Perform. 14, 681–685. doi:10.1361/105994905X75448
- Bruneseaux, F., Aeby-Gautier, E., Geandier, G., Da Costa Teixeira, J., Appolaire, B., Weisbecker, P., Mauro, A., (2008). *In situ characterizations of phase transformations kinetics in the Ti17 titanium alloy by electrical resistivity and high temperature synchrotron X-ray diffraction*. Mater. Sci. Eng. A 476, 60–68. doi:10.1016/j.msea.2007.04.072
- Burgers, W.G., (1934). *On the process of transition cubic body centered modification into the hexagonal close packed modification of zirconium*. Physica I, 561–586.  
doi:10.1016/S0031-8914(34)80244-3
- Castro, R., Seraphin, L., (1966). *Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V*. Mém. Sci. Rev. Métall. 63, 1025–1058.
- Combres, Y., (1997). *Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages*. Traité Métallurgie extractive et recyclage des métaux de transition, Techniques de l'Ingénieur numéro M2355.
- Combres, Y., (2010). *Propriétés du titane et de ses alliages*. Traité Études et propriétés des métaux, Techniques de l'Ingénieur numéro M557.
- Contrepois, Q., Carton, M., Lecomte-Beckers, J., (2011). *Characterization of the  $\beta$  Phase Decomposition in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr at Slow Heating Rates*. Open J. Met.I, 1-11.  
doi:10.4236/ojmetal.2011.11001

- Da Costa Teixeira, J., Appolaire, B., Aeby-Gautier, E., Denis, S., Hélicher, L., (2008). *Modeling of the phase transformations in near- $\beta$  titanium alloys during the cooling after forging*. Comput. Mater. Sci. 42, 266–280. doi:10.1016/j.commatsci.2007.07.056
- Dajno, D., (1991). *Rhéologie globale et structurale des alliages de titane TA6V et BETACEZ dans les domaines  $\alpha+\beta$  et  $\beta$* . Thèse de doctorat, INP Grenoble.
- De Gélas, B., Champin, B., (1983). *Traitements thermiques des alliages de titane*. Traité Matériaux métalliques, Techniques de l'Ingénieur numéro M1335.
- Dehghan-Manshadi, A., Dippenaar, R.J., (2011). *Development of  $\alpha$ -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr alloy*. Mater. Sci. Eng. A 528, 1833–1839. doi:10.1016/j.msea.2010.09.061
- Delfosse, J., (2005). *Forgeage  $\beta$  du Ti-17 Propriétés en fatigue*. Thèse de doctorat École Centrale de Paris.
- Donachie, M.J., (2000). *Titanium: A Technical Guide*. ASM International, 381 p.
- Duerig, T.W., Pelton, A.R., (1994). *Ti-Ni shape memory alloys*, in: *Materials Properties Handbook; Titanium Alloys*, 1035–1048.
- Duval, T., (2013). *Analyse multi-échelles des relations microstructure / propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane bêta-métastable*. Thèse de doctorat ENSMA, Poitiers.
- Esling, C., (1992). *Texture et anisotropie des matériaux polycristallins - Définitions et techniques expérimentales*. Traité Matériaux métalliques, Techniques de l'Ingénieur numéro M605.
- Flower, H.M., Henry, S.D., West, D.R.F., (1974). *The  $\beta \rightleftharpoons \alpha$  transformation in dilute Ti-Mo alloys*. J. Mater. Sci. 9, 57–64. doi:10.1007/BF00554755
- Ghosh, C., Basabe, V.V., Jonas, J.J., (2014). *Thermodynamics of dynamic transformation of hot deformed austenite in four steels of increasing carbon contents*. Mater. Sci. Eng. A 591, 173–182. doi:10.1016/j.msea.2013.10.077
- Gourdet, S., Konopleva, E.V., McQueen, H.J., Montheillet, F., (1996). *Recrystallization during Hot Deformation of Aluminium*. Mater. Sci. Forum 217-222, 441–446. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.217-222.441

- Gourdet, S., Montheillet, F., (2003). *A model of continuous dynamic recrystallization*. Acta Mater. 51, 2685–2699. doi:10.1016/S1359-6454(03)00078-8
- Hanada, S., Izumi, O., (1986). *Transmission electron microscopic observations of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys*. Metall. Trans. A 17, 1409–1420. doi:10.1007/BF02650122
- Héricher, L., (2004). *Contribution à la modélisation des transformations de phases dans les alliages de titane : application à l'alliage  $\beta$ -Cez.* Thèse de doctorat INPL, Nancy.
- Hinton, J., (2006). *Laboratory Simulation of Microstructural Evolution in AISI 430 Ferritic Stainless Steel during the Steckel Mill Process*. Ph.D thesis, University of Sheffield, Department of Engineering Materials.
- Hor, A., Morel, F., Lebrun, J.-L., Germain, G., (2013). *Modelling, identification and application of phenomenological constitutive laws over a large strain rate and temperature range*. Mech. Mater. 64, 91–110. doi:10.1016/j.mechmat.2013.05.002
- Huang, Y., Humphreys, F.J., (1999). *Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase aluminium alloy*. Acta Mater. 47, 2259–2268. doi:10.1016/S1359-6454(99)00062-2
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., (2004). *Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys, in: Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (Second Edition). Elsevier, Oxford, p. 215.
- Jackson, M., Dring, K., (2006). *A review of advances in processing and metallurgy of titanium alloys*. Mater. Sci. Technol. 22, 881–887. doi:10.1179/174328406X111147
- Jonas, J.J., Basabe, V.V., Ghosh, C., (2012). *Transformation of Deformed Austenite at Temperatures above the  $A_{e3}$* . Mater. Sci. Forum 706-709, 49–54. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.49
- Jones, N.G., Dashwood, R.J., Dye, D., Jackson, M., (2008). *Thermomechanical processing of Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr*. Mater. Sci. Eng. A 490, 369–377. doi:10.1016/j.msea.2008.01.055
- Jones, N.G., Dashwood, R.J., Jackson, M., Dye, D., (2009).  *$\beta$  Phase decomposition in Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr*. Acta Mater. 57, 3830–3839. doi:10.1016/j.actamat.2009.04.031

- Jouffrey, B., Karlík, M., (2008). *Études des métaux par microscopie électronique en transmission (MET)- Formation des images*. Traité Essais métallographiques des métaux et alliages, Techniques de l'Ingénieur numéro M4135.
- Laasraoui, A., Jonas, J.J., (1991). *Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates*. Metall. Trans. A 22, 1545–1558. doi:10.1007/BF02667368
- Laude, E., (1997). *Étude expérimentale et calcul des cinétiques de transformation de phase d'alliage de titane bêta-métastable en fonction des traitements thermomécaniques* Thèse de doctorat, INPL, Nancy.
- Li, C., Zhang, X., Zhou, K., Peng, C., (2012). *Relationship between lamellar  $\alpha$  evolution and flow behavior during isothermal deformation of Ti–5Al–5Mo–5V–1Cr–1Fe near  $\beta$  titanium alloy*. Mater. Sci. Eng. A 558, 668–674. doi:10.1016/j.msea.2012.08.074
- Li, S.J., Cui, T.C., Hao, Y.L., Yang, R., (2008). *Fatigue properties of a metastable  $\beta$ -type titanium alloy with reversible phase transformation*. Acta Biomater. 4, 305–317. doi:10.1016/j.actbio.2007.09.009
- Louvigné, P.F., (2013). *Marché mondial : analyse et perspectives*. Journées Technologiques titane, Nantes
- Lurdos, O., Montheillet, F., Damamme, G., (2008). *Empirical and physically based flow rules relevant to high speed processing of 304L steel*. Int. J. Mater. Form. 1, 1431–1434. doi:10.1007/s12289-008-0105-1
- Lütjering, G., Williams, J.C., (2007). *Titanium*. Springer.
- Malinov, S., Sha, W., Guo, Z., (2000). *Application of artificial neural network for prediction of time–temperature–transformation diagrams in titanium alloys*. Mater. Sci. Eng. A 283, 1–10. doi:10.1016/S0921-5093(00)00746-2
- Malinov, S., Sha, W., Markovsky, P., (2003). *Experimental study and computer modelling of the  $\beta \Rightarrow \alpha + \beta$  phase transformation in  $\beta 21s$  alloy at isothermal conditions*. J. Alloys Compd. 348, 110–118. doi:10.1016/S0925-8388(02)00804-6
- Martin, G., Nazé, L., Cailletaud, G., (2011). *Numerical multi-scale simulations of the mechanical behavior of  $\beta$ -metastable titanium alloys Ti5553 and Ti17*. Procedia Eng. 10, 1803–1808. doi:10.1016/j.proeng.2011.04.300

- Martínez, H.V., Coupard, D., Girod, F., (2006). *Constitutive model of the alloy 2117-T4 at low strain rates and temperatures*. J. Mater. Process. Technol. 173, 252–259.  
doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.05.056
- Mecking, H., Kocks, U.F., (1981). *Kinetics of flow and strain-hardening*. Acta Metall. 29, 1865–1875. doi:10.1016/0001-6160(81)90112-7
- Miller, J.D., Semiatin, S.L., (2005). *Effect of the size distribution of alpha particles on microstructure evolution during heat treatment of an alpha/beta titanium alloy*. Metall. Mater. Trans. A 36, 259–262. doi:10.1007/s11661-005-0158-4
- Mitchell, A., (1998). *Melting, casting and forging problems in titanium alloys*. Mater. Sci. Eng. A 243, 257–262. doi:10.1016/S0921-5093(97)00810-1
- Mondon, M., (2008). *Rhéologie et évolutions microstructurales de l'alliage Zircaloy-4 en mise à forme en chaud*. Mémoire, Conservatoire National des Arts et Métiers, Saint-Étienne.
- Montheillet, F., (1986). *Mise en œuvre des alliages de titane par déformation plastique*. Matériaux et techniques Spéc. Titane.
- Montheillet, F., (2008). *Métallurgie en mise en forme à chaud*. Traité Mise en forme des métaux. Techniques de l'Ingénieur numéro M3030.
- Montheillet, F., Desrayaud, C., (2009). *Essais rhéologiques à chaud*. Traité Mise en forme des métaux. Techniques de l'Ingénieur numéro M3009.
- Montheillet, F., Pallot L., Piot D, (2012). *Hot Deformation and Dynamic Recrystallization of the Beta Phase in Titanium Alloys*, Mater. Sci. Forum 706–709, 127–134.  
doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.127
- Montheillet, F., Thomas, J.-P., (2004). *Dynamic Recrystallization of Low Stacking Fault Energy Metals*, in: Senkov, O.N., Miracle, D.B., Firstov, S.A. (Eds.), *Metallic Materials with High Structural Efficiency*, NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry. Springer Netherlands, 357–368.
- Mraizika-Chaussy, F., (1996). *Évolutions microstructurales en compression à chaud des alliages de titane bêta-Cez et 6246 et influence du forgeage sur la transformation bêta vers alpha*. Thèse de doctorat, INP Grenoble.

- Nakajima, H., Koiwa, M., 1991. Diffusion in Titanium. *ISIJ Int.* 31, 757–766.  
doi:10.2355/isijinternational.31.757
- Okura, Y., (1996). *Titanium Sponge Production*, in P. A. Blenkinshop, W.J. Evans, H. M. Flower Eds., *Titanium '95 : Sci & Technol.*, The Institute of Materials, London, 1427–1437.
- Pallot, L., (2012). *Traitements thermomécaniques de l'alliage Ti-17 : Études et modélisation de la recristallisation dans le domaine beta*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne.
- Park, N., Khamsuk, S., Shibata, A., Tsuji, N., (2013). *Occurrence of dynamic ferrite transformation in low-carbon steel above  $Ae_3$* . *Scr. Mater.* 68, 538–541.  
doi:10.1016/j.scriptamat.2012.12.010
- Parnière, P., (1983). *Métallographie par diffraction des rayons X, des électrons et des neutrons*. *Traité Études et Propriétés des Métaux*. Techniques de l'Ingénieur numéro M100.
- Pearson, W.B., (1958). *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys*. in *International Series of Monographs on Metal Physics and Physical Metallurgy*, Elsevier Ltd, 4, 19–54.
- Peters, J.O., Lütjering, G., (1998). *Microstructure and fatigue properties of the  $\beta$ -titanium alloy  $\beta$ -Cez*. *Z. für Met.* 89, 464–473.
- Philippe, M.J., (1998). *Texture formation during thermomechanical treatments in hexagonal materials*. *Rev. Métallurgie*, 95(12), 1491.
- Prima, F., (2000). *Étude métallurgique d'un nouvel alliage de titane bêta-métastable*. Thèse de doctorat, Institut national des Sciences appliquées de Rennes.
- Raghunathan, S.L., Dashwood, R.J., Jackson, M., Vogel, S.C., Dye, D., (2008). *The evolution of microtexture and macrotexture during subtransus forging of Ti-10V-2Fe-3Al*. *Mater. Sci. Eng. A* 488, 8–15. doi:10.1016/j.msea.2007.10.059
- Riallant, F., (2010). *Hot working and microstructure evolution in the Ti-5553 alloy*. Mémoire de Master, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne.
- Richardson, M., (2012). *Microstructural and Mechanical Property Development in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr*. Ph.D thesis, University of Sheffield.

- Roblin, G., 1998. *Microscopie*. Traité Études et Propriétés des Métaux. Techniques de l'Ingénieur numéro R6710
- Sakai, T., Jonas, J.J., (2001). *Plastic Deformation: Role of Recovery and Recrystallization*, in: Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition). Elsevier, Oxford, 7079–7084.
- Semblanet, M., (2014). Traitement thermomécanique de l'alliage Ti17 : Forgeage en alpha + bêta et maintien post-forgeage en bêta. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne.
- Schmid, D.E., Boas, D.-I.W., (1935). *Plastizität und Festigkeit von Metallkristallen*, in: *Kristallplastizität, Struktur und Eigenschaften der Materie*. Springer Berlin Heidelberg, 81–237.
- Semiatin, S.L., Bieler, T.R., (2001). *The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of Ti–6Al–4V with a transformed microstructure*. Acta Mater. 49, 3565–3573. doi:10.1016/S1359-6454(01)00236-1
- Semiatin, S.L., Kirby, B.C., Salishchev, G.A., (2004). *Coarsening behavior of an alpha-beta titanium alloy*. Metall. Mater. Trans. A 35, 2809–2819. doi:10.1007/s11661-004-0228-z
- Semiatin, S.L., Seetharaman, V., Weiss, I., (1998). *Hot workability of titanium and titanium aluminide alloys—an overview*. Mater. Sci. Eng. A 243, 1–24. doi:10.1016/S0921-5093(97)00776-4
- Semiatin, S.L., Seetharaman, V., Weiss, I., (1999). *Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti–6Al–4V with a colony alpha microstructure*. Mater. Sci. Eng. A 263, 257–271. doi:10.1016/S0921-5093(98)01156-3
- Settefrati, A., (2012). *Étude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de alpha dans les alliages de titane bêta-métastables*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Nancy.
- Shackelford, J.F., Alexander, W., (2010). *CRC materials science and engineering handbook*, CRC materials science and engineering. ed. CRC press.
- Shi, R., Wang, Y., (2013). *Variant selection during  $\alpha$  precipitation in Ti-6Al-4V under the influence of local stress -A simulation study*. Act. Mat.,61, 6006-6024. doi: 10.1016/j.actamat.2013.06.042

- 
- Stefansson, N., Semiatin, S.L., (2003). *Mechanisms of globularization of Ti-6Al-4V during static heat treatment*. Metall. Mater. Trans. A 34, 691–698. doi:10.1007/s11661-003-0103-3
- Veeck, S., Lee, D., Boyer, R., Briggs, R., (2005). *The castability of Ti-5553 alloy: Its microstructure and properties*. J. of adv. mat., 37, 40-45.
- Wang, K., Zeng, W., Zhao, Y., Shao, Y., Zhou, Y., (2010). *Prediction of dynamic globularization of Ti-17 titanium alloy with initial lamellar microstructure during hot compression*. Mater. Sci. Eng. A 527, 6193–6199. doi:10.1016/j.msea.2010.06.059
- Warchomicka, F., Poletti, C., Stockinger, M., (2011). *Study of the hot deformation behaviour in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr*. Mater. Sci. Eng. A 528, 8277–8285. doi:10.1016/j.msea.2011.07.068
- Wegmann, G., Albrecht, J., Lütjering, G., Folkers, K.-D., Liesner, C., (1997). *Microstructure and mechanical properties of titanium castings*. Z. für Met. 88, 764–773.
- Weiss, I., Semiatin, S.L., (1998). *Thermomechanical processing of beta titanium alloys—an overview*. Mater. Sci. Eng. A 243, 46–65. doi:10.1016/S0921-5093(97)00783-1
- Welsch, G., Boyer, R., Collings, E.W., (1993). *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International.
- Williams, D.B., Carter, C.B., (1996). *The Transmission Electron Microscope*, in: Transmission Electron Microscopy. Springer US, 3–17.
- Xing, H., Sun, J., (2008). *Mechanical twinning and omega transition by {111} <112> shear in a metastable  $\beta$  titanium alloy*. Appl. Phys. Lett. 93, 031908–031908–3. doi:10.1063/1.2959183