



Comportement thermomécanique et évolution microstructurale d'un alliage Ti-6Al-4V forgé $\alpha+\beta$, durant la trempe : expérimentations, analyses et modélisation

Renaud Julien

► To cite this version:

Renaud Julien. Comportement thermomécanique et évolution microstructurale d'un alliage Ti-6Al-4V forgé $\alpha+\beta$, durant la trempe : expérimentations, analyses et modélisation. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2017. Français. NNT : 2017EMAC0001 . tel-01560068

HAL Id: tel-01560068

<https://theses.hal.science/tel-01560068>

Submitted on 11 Jul 2017

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.



THÈSE

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT - École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Renaud JULIEN

le 20 Février 2017

Comportement thermomécanique et évolution microstructurale d'un alliage Ti-6Al-4V forgé $\alpha+\beta$, durant la trempe : expérimentations, analyses et modélisation

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader (ICA)-Albi, UMR CNRS 5312

Directeur de Thèse :

M. Farhad RÉZAÏ-ARIA

Professeur, Mines Albi-Carmaux

Directeur de Thèse

Autres membres du jury :

M. Éric FLEURY

Professeur, Université de Lorraine

M. Laurent BARRALLIER

Professeur, ENSAM Aix-en-Provence

M. Mohammad JHAZI

Professeur, ETS de Montréal

M^{me} Élisabeth MASSONI

Maître de recherche, Mines ParisTech

M. Julien TEIXEIRA

Chercheur, Université de Lorraine

M^{me} Vanessa VIDAL

Maître Assistant, Mines Albi-Carmaux

M. Vincent VELAY

Maître Assistant, Mines Albi-Carmaux

M^{me} Arunvady ROUAUD

Ingénieur, Aubert & Duval

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Encadrant

Encadrant

Invité

*À ma grand-mère qui nous a quitté avant l'aboutissement de ces travaux,
à mes parents, à mon frère et à l'ensemble de ma famille,
vos enseignements m'ont été très précieux dans l'accomplissement de cette thèse.*

Remerciements

Ces travaux de thèse ont été menés dans le groupe de recherche Surface Usinage Matériaux Outillages au sein de l'Institut Clément Ader (Unité Mixte de Recherche CNRS 5312) rattaché à l'École des Mines d'Albi. Je tiens tout d'abord à remercier Thierry Cutard de m'avoir accueilli au sein du laboratoire et de m'avoir permis de terminer ces travaux dans les meilleures conditions possibles.

Je souhaiterais remercier tout particulièrement mes encadrants de thèse, Vanessa Vidal, Vincent Velay et Farhad Rézäi-Aria qui m'ont soutenu durant toutes ces années et dont les conseils m'ont permis d'achever ces travaux. Vanessa, un grand merci pour ton regard critique et ta patience, tout particulièrement quand j'étais perdu dans les méandres des évolutions microstructurales des alliages de titane, au détour des mécanismes de mouvement des dislocations. Vincent, je ne te remercierai jamais assez pour ton aide notamment sur la modélisation en dépit de mes idées de modèles parfois un peu loufoques. Farhad, dont le don est de multiplier les questions mais pas les réponses, je te remercie pour les échanges scientifiques que nous avons eus au cours de ces années et qui m'ont énormément apporté en prise du recul sur ces travaux de thèse.

Je tiens à remercier également l'ensemble des membres du jury d'avoir accepté de rapporter et d'examiner mes travaux de thèse et ceci malgré les vicissitudes, nombreuses, de cette fin de thèse.

Je voudrais également remercier l'ensemble des membres de l'Institut Clément Ader basés à Albi pour tous les échanges scientifiques et techniques qu'ils ont bien voulu m'accorder aux cours de ces années. Un merci tout particulier à Thomas Papaix, de la Brigade d'Intervention Technique, dont le génie a permis de faire émerger un banc d'essais fonctionnel et dont les compétences transverses m'ont apporté beaucoup notamment pour la chasse à la souris dans le laboratoire. Comment ne pas remercier le plus Rock'n'Roll des 'Tech' es Sciences, photographe et préparateur métallographique, Serge Tovar, pour l'ensemble de son expertise. Je voudrais ensuite remercier Sabine Le Roux pour son aide précieuse dans l'étude microstructurale par analyse d'images. Un grand merci également à Mehdi Salem dont les conseils judicieux m'ont permis d'avancer malgré une période de brouillard ambiant, ce qui a été décisif pour la formulation du modèle de comportement non-unifié.

Un merci tout particulier, pour sa rigueur et son sérieux, à Kim Ngan Pham que j'ai eu la joie d'accompagner durant son stage de M1 et dont les résultats d'analyse d'images m'ont été d'une grande aide pour l'étude de l'évolution microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V.

Je tiens également à remercier tous les partenaires et acteurs du projet TiMaS dans lequel s'inscrit cette thèse. Plus spécifiquement, je souhaiterais remercier Yoann Dahan, Romain Forestier et Arunvady Renaud de la société Aubert & Duval pour les échanges scientifiques et techniques menés durant ces années de thèse. Merci également à Pascal Brandy de Figeac Aéro pour l'usinage des éprouvettes qui m'ont permis de mener à bien l'ensemble de ces travaux.

Ensuite, la dernière roue du carrosse, sans laquelle le laboratoire ne tournerait pas rond, les Doctorants ! Pour éviter tout incident diplomatique impliquant l'oubli involontaire de l'un d'entre vous, je ne vous remercierai pas tous un par un. Merci à tous pour tous ces moments partagés, ne changez pas, vous êtes tous géniaux !

Enfin, mes derniers remerciements vont à ma famille pour le soutien inconditionnel dont ils ont fait preuve à mon égard et pour leurs encouragements sans faille. Un immense merci à Marie qui aura su me "supporter" (#ChampSémantique) durant les bons moments et ceux plus difficiles que constituent la thèse. Je sais ce que c'est !

Merci à toi, qui a lu mes remerciements jusqu'au bout. Je te souhaite une bonne lecture du manuscrit.

Table des matières

Table des figures	xiii
Liste des tableaux	xix
Nomenclature	xxiv
Introduction générale	1
Contexte industriel	1
Problématique et objectifs	3
Organisation du manuscrit	4
I État de l'art	5
I.1 Métallurgie du titane et de ses alliages	7
I.1.1 Le titane	7
I.1.1.1 Généralités	7
I.1.1.2 Cristallographie du titane	7
I.1.2 Les alliages de titane	8
I.1.2.1 Éléments d'alliage	8
I.1.2.2 Classification des alliages de titane	9
I.1.3 L'alliage Ti-6Al-4V	10
I.1.3.1 Phases en présence	10
I.1.3.2 Microstructures et morphologies associées	11
I.1.4 Évolutions microstructurales lors du traitement thermique	14
I.1.4.1 Transformations avec et sans diffusion	14
I.1.4.2 Transformations lors du chauffage	15
I.1.4.3 Transformations lors du refroidissement	15
I.2 Comportement mécanique du Ti-6Al-4V et modélisation	19
I.2.1 Comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V	19
I.2.1.1 Mécanismes de déformation	19
I.2.1.2 Comportement mécanique de l'ambiante à 500°C	21
I.2.1.3 Comportement mécanique aux températures supérieures à 500°C	23
I.2.2 Modélisation de la réponse mécanique en traction de l'alliage Ti- 6Al-4V	27

I.2.2.1	Mouvement des dislocations	27
I.2.2.2	Description phénoménologique du comportement mécanique	28
I.2.2.3	Approche non-unifiée de la modélisation du comportement mécanique	30
I.3	Conclusions partielles	33
II	Matériau, expérimentations et méthodes d'analyses	35
II.1	Matériau de l'étude	37
II.1.1	Traitements thermomécaniques et microstructures associées	37
II.1.1.1	Procédé industriel	37
II.1.1.2	Évolution microstructurale lors du traitement thermique étudié	38
II.1.2	Anisotropie du lopin	39
II.1.2.1	Hétérogénéité microstructurale	40
II.1.2.2	Hétérogénéité de la réponse mécanique	42
II.2	Prélèvement des éprouvettes et essais mécaniques	43
II.2.1	Prélèvement des éprouvettes de caractérisation du comportement mécanique	43
II.2.1.1	Localisation et marquage des éprouvettes prélevées dans le lopin	43
II.2.1.2	Éprouvettes utilisées	44
II.2.2	Essais mécaniques en température	45
II.2.2.1	Matrice d'essais	45
II.2.2.2	Essais mécaniques avec traitement thermique in-situ	46
II.2.2.3	Moyens d'essais utilisés et mis en place	48
II.3	Analyses microstructurales	50
II.3.1	Préparation métallographique et observations	50
II.3.2	Analyse d'images	51
II.3.2.1	Quantification des phases	51
II.3.2.2	Mesure de dimensions caractéristiques des phases	52
II.3.3	Influence d'une analyse post-mortem de la microstructure sur les résultats obtenus	52
II.3.3.1	Influence de la trempe forcée sur les observations post- mortem	53
II.3.3.2	Effet du temps de maintien en température sur la micros- truture observée	54
II.4	Dilatation thermique	56
II.4.1	Dilatométrie	56
II.4.2	Extensométrie	56
II.5	Conclusions partielles	57

III Comportement thermomécanique et métallurgie	59
III.1 Propriétés élastiques	61
III.1.1 Module d'Young	61
III.1.2 Dilatation thermique	62
III.2 Impact de la vitesse de refroidissement	64
III.2.1 Comportement mécanique induit par le refroidissement	64
III.2.1.1 Autour de 900°C	64
III.2.1.2 Autour de 700°C	66
III.2.1.3 500 – 20°C	66
III.2.2 Évolution microstructurale provoquée par le refroidissement	67
III.2.2.1 Épaisseur des lamelles	67
III.2.2.2 Taille des nodules α_I	70
III.2.3 Discussions	70
III.2.3.1 Influence de l'épaisseur des lamelles α_{II} sur le comporte- ment mécanique	70
III.2.3.2 Résistance mécanique à 900°C	73
III.2.3.3 Relaxation aux basses températures	74
III.3 Effet de la température et du temps	75
III.3.1 Comportement mécanique monotone à différentes températures	75
III.3.1.1 950°C – 900°C	75
III.3.1.2 800°C – 500°C	75
III.3.1.3 400°C – 20°C	77
III.3.2 Évolution microstructurale avec la température	77
III.3.2.1 Fraction de phases	77
III.3.2.2 Taille des nodules α_I	79
III.3.3 Discussions	80
III.3.3.1 Phénomène Portevin-Le Chatelier	80
III.3.3.2 Restauration statique	80
III.4 Influence de la vitesse de déformation	81
III.4.1 Réponse mécanique sous différentes vitesses de sollicitation	81
III.4.1.1 $\theta > 500^\circ\text{C}$	81
III.4.1.2 $\theta \leq 500^\circ\text{C}$	83
III.4.2 Discussions	84
III.4.2.1 Phénomène de <i>yield point</i>	84
III.4.2.2 Phénomène de bandes de Lüders	85
III.5 Conclusions partielles	86
IV Modélisation du comportement thermomécanique	89
IV.1 Approche unifiée	92
IV.1.1 Formulation	92
IV.1.1.1 Partition de la déformation	92
IV.1.1.2 Seuil et critère de plasticité	92

IV.1.1.3	Écrouissage et loi d'évolution	93
IV.1.1.4	Loi d'écoulement additive	94
IV.1.1.5	Paramètre microstructural pertinent pour décrire le com- portement sous différentes vitesses de refroidissement . . .	95
IV.1.1.6	Formulation dans un cas uni-axial	95
IV.1.1.7	Résumé	96
IV.1.2	Identification des paramètres	97
IV.1.2.1	Méthodologie d'identification des paramètres	97
IV.1.2.2	Propriétés élastiques	101
IV.1.2.3	Paramètres de viscosité	102
IV.1.2.4	Paramètres d'écrouissage isotrope	103
IV.1.2.5	Paramètres microstructuraux en lien avec la vitesse de re- froidissement	104
IV.1.3	Résultats issus de l'étape d'identification	105
IV.1.3.1	Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	105
IV.1.3.2	Résultats à différentes vitesses de refroidissement	110
IV.1.4	Analyse du processus d'identification	112
IV.1.4.1	Estimation des erreurs commises sur les identifications réa- lisées	113
IV.1.4.2	Validité d'une interpolation linéaire des coefficients	114
IV.2	Approche non-unifiée	116
IV.2.1	Formulation du modèle de comportement	116
IV.2.1.1	Partition de la déformation	116
IV.2.1.2	Seuil et critère de plasticité	117
IV.2.1.3	Écrouissage et loi d'évolution	117
IV.2.1.4	Lois d'écoulement additives	118
IV.2.1.5	Paramètres microstructuraux et métallurgiques permet- tant de décrire la plasticité des différentes phases	120
IV.2.1.6	Formulation dans un cas uni-axial	121
IV.2.1.7	Résumé	122
IV.2.2	Identification des paramètres	123
IV.2.2.1	Modules d'élasticité	123
IV.2.2.2	Paramètres liés à la résistance mécanique	124
IV.2.2.3	Paramètres liés à la plasticité de la phase β	125
IV.2.2.4	Paramètres d'écrouissage isotrope	126
IV.2.3	Résultats de la simulation	126
IV.2.3.1	Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	127
IV.2.3.2	Résultats à différentes vitesses de refroidissement	131
IV.2.4	Analyse du processus d'identification	133
IV.2.4.1	Estimation des erreurs commises sur les identifications . .	133
IV.2.4.2	Validité d'une interpolation linéaire des coefficients	135
IV.2.5	Extension du modèle pour 950°C : effet du temps	136

IV.3 Conclusions partielles	137
Conclusion générale et perspectives	139
Conclusion générale	139
Comportement mécanique et évolution microstructurale	139
Modélisation du comportement mécanique	140
Perspectives	141
Comportement mécanique et évolution microstructurale	141
Modélisation et simulation du comportement mécanique	142
Prédiction du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V traité β	142
Bibliographie	143
Annexes	157
A Annexe confidentielle	157
B Annexe des micrographies	164
B.1 Effet de la vitesse de refroidissement	164
B.2 Effet de la température	166
C Détail des étapes d'identification du modèle unifié	167
D Modélisation du comportement mécanique du Ti-6Al-4V $-\beta$	168
D.1 L'alliage Ti-6Al-4V traité thermiquement Super-Transus β	168
D.1.1 Traitement thermomécanique et microstructures associées	168
D.1.2 Matrice d'essais	169
D.2 Identification des paramètres	170
D.3 Résultats de la simulation	171
D.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	171
D.3.2 Effet de la vitesse de refroidissement	175
D.4 Conclusions	177
Résumé/Abstract	179

Table des figures

I.1	Structures cristallines du titane : hexagonale pseudo-compacte (HPC) pour la phase α et cubique centrée (CC) pour la phase β . (Code source LaTeX/TikZ modifié de Vallverdu [Vallverdu 2016])	7
I.2	Mécanisme de transition entre la maille cubique centrée (CC) et la maille hexagonale pseudo-compacte (HPC), d'après Burgers [Burgers 1934]	8
I.3	Classement des alliages de titane en fonction de leur concentration en éléments β -gènes, d'après Zhecheva et al. [Zhecheva 2005]	9
I.4	Micrographies optiques de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) morphologie complètement lamellaire, d'après Semiatin et al [Semiatin 2001]; (b) aiguilles de martensite α' , d'après Dąbrowski [Dąbrowski 2011b]	12
I.5	Micrographie optique de la morphologie équiaxe de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Kim et al. [Kim 2005].	13
I.6	Micrographie MEB de la morphologie duplex de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Zhang et al. [Zhang 2008b]	13
I.7	Diagramme TTT de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Murgau et al. [Murgau 2012]	16
I.8	Effet des éléments d'alliage Al et V sur le diagramme TTT, d'après Malinov et al. [Malinov 2000]	16
I.9	Diagrammes TRC super-transus de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) d'après Dąbrowski [Dąbrowski 2011b], (b) d'après Sha et Malinov [Sha 2009]	17
I.10	Diagramme TRC sub-transus de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Dąbrowski. . . .	18
I.11	Cartographie des mécanismes de déformation en fonction de contraintes et de températures normalisées pour une taille de grains de 100 μm : (a) titane pur d'après Sargent et Ashby [Sargent 1982], (b) alliage Ti-6Al d'après Janghorban et Esmaeili [Janghorban 1991]	20
I.12	Effet de la taille de grains sur la réponse mécanique σ - ε d'un titane pur équiaxe, d'après Salishchev et Mironov [Salishchev 2001]	22
I.13	Réponse mécanique σ - ε d'un alliage Ti-6Al-4V duplex entre -40°C et 482°C pour une vitesse de déformation de $10^{-3} s^{-1}$, d'après Khan et al. [Khan 2007]	22
I.14	Contrainte d'écoulement obtenue sous différentes vitesses de déformation et à différentes températures pour un alliage Ti-6Al-4V lamellaire, d'après Tao et al. [Tao 2015]	23

I.15	Effet de l'épaisseur des lamelles sur la contrainte d'écoulement de l'alliage Ti-6Al-4V de microstructure complètement lamellaire à 900°C, d'après Semiati et Bieler [Semiati 2001]	24
I.16	Réponse mécanique σ - ε en compression de l'alliage Ti-6Al-4V de morphologie lamellaire entre 750°C et 1000°C pour une vitesse de déformation de $10^{-3} s^{-1}$, d'après Roy et Suwas [Roy 2013]	25
I.17	Effet de la vitesse de déformation sur (a) la réponse mécanique à 700°C de l'alliage Ti-6Al-4V lamellaire, d'après Zhang et al. [Zhang 2012]; (b) la contrainte d'écoulement proche du transus β de l'alliage Ti-6Al-4V duplex, d'après Fan et Yang [Fan 2011]	25
I.18	Phénomène de <i>yield point</i> en fonction de la vitesse de déformation pour un alliage Ti-6V-6Mo-6Fe-3Al à 780°C, d'après Abbasi et al. [Abbasi 2015].	26
II.1	Traitement thermomécanique industriel.	37
II.2	Microstructures de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) après forgeage, (b) après traitement thermique équivalent en temps et en température au matriçage et refroidissement à 60°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	38
II.3	Évolution de la microstructure lors du traitement thermique de l'étape de matriçage	39
II.4	Étude de l'hétérogénéité microstructurale du lopin : (a) Échantillons prélevés dans le disque supérieur N dans les directions (b & d) transverse (E1, E5) et (c) longitudinale (D5) [attaque Kroll Microscope Optique $\times 100$]	40
II.5	Étude de l'hétérogénéité microstructurale du lopin : (a) Échantillons prélevés dans le disque supérieur N dans les directions (b & d) transverse (E1, E5) et (c) longitudinale (D5) [attaque Kroll MEB $\times 1000$]	41
II.6	Module d'élasticité à température ambiante après forgeage pour chaque éprouvette prélevée dans la partie centrale du lopin	42
II.7	Localisation, marquage et prélèvement des éprouvettes dans le lopin	43
II.8	Géométrie d'éprouvette de traction/relaxation/traction en température.	44
II.9	Représentation des conditions de temps/Température et temps/Déformation étudiés lors du refroidissement suivant le matriçage	45
II.10	Essai global, (a) traitement thermique in-situ et (b) essai mécanique à l'isotherme	47
II.11	Dispositif expérimental de l'essai de traction/relaxation en température. (a) Vue globale : ① machine hydraulique, ② générateur et ③ régulateur de chauffage par induction, ④ PC d'acquisition de données. (b) Vue rapprochée : ⑤ mors hydrauliques refroidis, ⑥ spire de chauffage par induction, ⑦ thermocouple, ⑧ extensomètre haute température, ⑨ spire de refroidissement forcé	49

II.12	Détermination de la proportion de phases présentes à la température d'essai et à la vitesse de refroidissement choisies : (a) image initiale ; détection de (b) la phase α de morphologie nodulaire, (c) la phase β [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	51
II.13	Effet de la trempe rapide sur la microstructure : (a) 950°C, (b) 700°C [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	53
II.14	Effet du temps de maintien sur l'évolution microstructurale à 900°C : (a) 8 s, (b) 609 s [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	55
III.1	Évolution du module d'élasticité avec la température : (a) essais mécaniques réalisés, (b) données issues de la littérature obtenues mécaniquement et par ultrason (US)	61
III.2	Dilatation thermique durant le refroidissement de l'alliage Ti-6Al-4V mesurée par dilatométrie et extensométrie	63
III.3	Influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C, (d) 300°C et (e) 20°C. (f) Évolution de la contrainte interne en fin de relaxation.	65
III.4	Évolution de la microstruture avec la vitesse de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	68
III.5	Épaisseurs des lamelles α_{II} et des nodules α (pour 5°C/min) en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement	69
III.6	Évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} avec la vitesse de refroidissement	71
III.7	Épaisseur des lamelles α_{II} en fonction de la vitesse de refroidissement : (a) données de la littérature ; variables matériau liées à la vitesse de refroidissement (b) B et (c) n_R , données issu de Gil et al. [Gil 2001]	72
III.8	Effet de la température sur le comportement mécanique aux (a) hautes, (b) moyennes et (c) basses températures	76
III.9	Évolution de la microstructure avec la température : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C, (d) 20°C [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	78
III.10	Évolution de la fraction de phase β avec la température : (a) mesures surfaciques réalisées, (b) données d'Elmer et al. [Elmer 2005]	79
III.11	Taille des nodules α_I sous l'effet de la température durant le refroidissement	79
III.12	Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique pour les températures de : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C, (d) 700°C, (e) 600°C	82
III.13	Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique pour les températures de : (a) 500°C, (b) 400°C, (c) 300°C, (d) 20°C	83
IV.1	Identification des paramètres de viscosité à l'aide des courbes de relaxation	98
IV.2	Résultat de l'identification des paramètres du modèle unifié à 700°C pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min (étape 3) sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite).	99
IV.3	Simulation de la relaxation grâce au modèle unifié et comparaison avec l'expérimental	99

IV.4	Variation du paramètre de résistance K en fonction de l'épaisseur de lamelles L à différentes températures	100
IV.5	Simulation des paramètres du modèle unifié à 700°C pour différentes vitesses de refroidissement (étape 4) sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite)	101
IV.6	Évolution (a) du module d'Young et (b) de la limite d'élasticité avec la température	102
IV.7	Évolution (a) du paramètre K et du niveau de contraintes relaxées et (b) du paramètre n avec la température.	103
IV.8	Évolution des paramètres de l'écrouissage isotrope (a) Q , (b) b et (c) a avec la température.	104
IV.9	Évolution du paramètre K_2 en fonction de la température	105
IV.10	Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	107
IV.11	Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 700°C, (b) 600°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	108
IV.12	Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 400°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	109
IV.13	Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	111
IV.14	Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 300°C, (b) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	112
IV.15	Simulation du comportement pour des températures intermédiaires (tirets) fournies par interpolation linéaire des coefficients obtenus aux températures d'identification (traits pleins). Réponses $\sigma - \varepsilon$ (gauche) et $\sigma - t$ pour les relaxations (droite)	115
IV.16	Évolution des modules d'élasticité des phases α et β avec la température : (a) données de la littérature, (b) modules utilisés	123
IV.17	Évolution des paramètres K_1 , K_2 et D avec la température	124
IV.18	Évolution de la fraction asymptotique des dislocation mobiles f_{ma} avec la température	126
IV.19	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	128
IV.20	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 700°C, (b) 600°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	129

IV.21	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 400°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	130
IV.22	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite) . .	132
IV.23	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 300°C, (b) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	133
IV.24	Simulation des températures intermédiaires par interpolation linéaire des coefficients du modèle non-unifié . Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	135
IV.25	Prédiction du comportement à 950°C après ajout d'un terme de restauration statique. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	136
B.1	Micrographies à 900°C à différentes vitesses de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	164
B.2	Micrographies à 700°C à différentes vitesses de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	164
B.3	Micrographies à 500°C à différentes vitesses de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	165
B.4	Micrographies à 300°C à différentes vitesses de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	165
B.5	Micrographies à 20°C à différentes vitesses de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll MEB $\times 2000$]	165
B.6	Micrographies à différentes températures : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C, (d) 700°C, (e) 600°C, (f) 500°C, (g) 400°C, (h) 300°C, (i) 20°C [attaque Kroll MEB $\times 2000$].	166
C.1	Simulation des paramètres du modèle unifié (a) étape 1, (b) étape 2, (c) étape 3 ; sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite).	167
D.1	Traitement thermomécanique industriel β	168
D.2	Microstructure obtenue à 20°C après un refroidissement de 60°C/min depuis une température super-transus (1030°C) [attaque Kroll MEB $\times 2000$] . .	169
D.3	Récapitulatif des essais de traction/relaxation/traction réalisés après un traitement thermique β	169
D.4	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 1030°C, (b) 950°C, (c) 900°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	172
D.5	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 800°C, (b) 700°C, (c) 600°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	173

D.6	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 500°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	.174
D.7	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	.175
D.8	Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 500°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)	.176

Liste des tableaux

I.1	Composition chimique admissible en pourcentage massique de l'alliage Ti-6Al-4V [AFNOR 2013]	10
II.1	Composition chimique de l'alliage Ti-6Al-4V mesurée par spectroscopie d'émission optique à source étincelle	37
II.2	Récapitulatif des essais de traction/relaxation/traction réalisés	46
IV.1	Tableau récapitulatif de la formulation du modèle unifié	96
IV.2	Estimations des erreurs commises [%] par le modèle unifié pour chaque température et chaque vitesse de déformation étudiées, obtenues par le critère $\ \cdot \ _2$	113
IV.3	Estimations des erreurs commises [%] par le modèle unifié pour chaque température et chaque vitesse de refroidissement étudiées, obtenues par le critère $\ \cdot \ _2$	114
IV.4	Tableau récapitulatif de la formulation du modèle non-unifié	122
IV.5	Estimations des erreurs commises [%] par le modèle non-unifié pour chaque température et chaque vitesse de déformation, obtenues par le critère $\ \cdot \ _2$	134
IV.6	Estimations des erreurs commises [%] par le modèle non-unifié pour chaque température et chaque vitesse de refroidissement, obtenues par le critère $\ \cdot \ _2$	134

Nomenclature

Abréviations

Symbole	Signification
CC	Cubique Centré
HPC	Hexagonal Pseudo-Compact
MEB	Microscope Électronique à Balayage
PLC	Portevin-Le Chatelier
TRC	Transformations en Refroidissement Continu
TTT	Temps-Température-Transformation

Alphabet latin

Symbole	Signification
a	Paramètre de restauration statique
a_ρ	Exposant des dislocations associé à la déformation plastique cumulée
A	Coefficient de fraction surfacique de phase α
b	Paramètre de l'écrouissage isotrope
b_ρ	Vecteur de Burgers
B	Variable du matériau liée à la vitesse de refroidissement
C	Tenseur d'élasticité/des rigidités
C_ρ	Constante matériau associée aux dislocations
d	Taille de grain
D	Paramètre de viscosité de la phase β
D_τ	Contrainte du réseau cristallin
E	Module d'élasticité (module d'Young)

f	Critère de charge
f_m	Fraction de densité des dislocations mobiles
f_{m0}	Fraction de densité initiale des dislocations mobiles
f_{ma}	Fraction de densité asymptotique des dislocations mobiles
J_2	Second invariant du tenseur déviateur des contraintes
K	Paramètre de viscosité
K_1	Variable matériau associée à la taille des nodules α_I
K_2	Variable du matériau associée à l'épaisseur des lamelles α_{II}
K_S	Variable du matériau associée à la distance inter-lamellaire
L	Épaisseur des lamelles α_{II}
m	Exposant de la distance inter-lamellaire
M	Facteur de Taylor
n	Paramètre de viscosité
N	Nombre de points des fichiers expérimentaux et calculés
n_d	Variable du matériau liée à la taille des nodules α_I
n_L	Variable du matériau liée à l'épaisseur des lamelles α_{II}
n_R	Variable du matériau liée à la vitesse de refroidissement
n_v	Exposant de la vitesse des dislocations
p	Déformation plastique cumulée
$\dot{p}$	Vitesse de déformation plastique cumulée
Q	Paramètre de l'écrouissage isotrope
r	Variable interne associée à l'écrouissage isotrope
R	Variable de l'écrouissage isotrope
S	Déviateur des contraintes
S_i	Distance inter-lamellaire
t	Temps
T_β	Température de transus bêta
T_f	Température de fusion de l'alliage
v	Vitesse de propagation des dislocations
Z_ϕ	Fraction de la phase ϕ

Alphabet grec

Symbole	Signification
α	Coefficient de dilatation thermique
α_I	Phase alpha primaire
α_{II}	Phase alpha secondaire
β	Phase bêta
β_{HT}	Phase bêta à haute température
β_t	Notation bêta transformée
$\dot{\gamma}^p$	Vitesse de déformation plastique de cisaillement
δ	Exposant lié à la restauration statique des dislocations mobiles
ε	Déformation
ε^e	Déformation élastique
ε^p	Déformation plastique
ε^t	Déformation totale
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation
$\dot{\varepsilon}^p$	Vitesse de déformation plastique
θ	Température
$\dot{\theta}$	Vitesse de refroidissement
κ	Exposant de déformation plastique cumulée associé à la variation de la fraction des dislocations mobiles
λ	Paramètre de la fraction des dislocations mobiles associé à la vitesse de plastique cumulée
μ	Paramètre lié à la restauration statique des dislocations mobiles
ν	Coefficient de Poisson
ϱ	Masse volumique
ρ_0	Densité des dislocations initiales
ρ_m	Densité des dislocations mobiles
ρ_t	Densité totale des dislocations
σ	Contrainte
σ_0	Limite élastique
$\sigma_{1\%}$	Contrainte à 1% de déformation totale avant relaxation

σ_{cal}	Contrainte calculée par le modèle
σ_{eq}	Contrainte équivalente de von Mises
σ_{exp}	Contrainte expérimentale
σ_i	Contrainte interne
$\sigma_{p\ 0,02\%}$	Limite élastique conventionnelle
σ_r	Contrainte du réseau cristallin
σ_v	Contrainte visqueuse
τ	Contrainte de cisaillement
τ_c	Contrainte de cission critique
ϕ	Phase ϕ
ψ	Potentiel d'énergie libre
ψ^e	Potentiel d'énergie libre élastique
ψ^{in}	Potentiel d'énergie libre inélastique
Ω	Potentiel d'écoulement visco-plastique
Ω^e	Potentiel d'écoulement avec écrouissage
Ω^r	Potentiel de restauration

Notations

Symbole	Signification
x	Scalaire (ordre 0)
$\underline{x}$	Tenseur d'ordre 2
$\underline{\underline{x}}$	Tenseur d'ordre 4
x_ϕ	Paramètre associé à la phase ϕ
$\dot{x}$	Dérivée temporelle de x $\left(= \frac{dx}{dt} \right)$

Introduction générale

Sommaire

Contexte industriel	1
Problématique et objectifs	3
Organisation du manuscrit	4

Contexte industriel

Le contexte économique mondial actuel, ainsi que les besoins environnementaux et de diminution énergétique, requièrent des entreprises aéronautiques de réduire la masse des avions (cellules et moteurs), afin de rester compétitives. L'arrivée sur le marché de nouveaux producteurs "low cost", notamment dans les pays émergents, incite les acteurs de l'industrie aéronautique et aérospatiale à innover pour réduire les problèmes de fabrication et les coûts de production ; pérenniser l'emploi et le savoir-faire. L'émergence des avions commerciaux de dernière génération a permis l'avènement des pièces en composite. Celles-ci nécessitent un recours, de plus en plus important, à des alliages de titane comme pièces de structure et de liaison entre les différents ensembles composites. De plus, le remplacement de certaines pièces en acier, par un alliage de titane, favorise l'allègement local de la structure de l'avion et diminue ainsi, l'empreinte écologique sur l'environnement.

Une filière titane au niveau régional et/ou national est primordiale et apportera une valeur ajoutée aux entreprises actrices de l'industrie aéronautique. Un regroupement de partenaires académiques (Institut Clément Ader, Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux, Laboratoire de Génie de Production de Tarbes) et industriels (Airbus, Aubert & Duval, Aurock, EADS IW, Figeac Aéro, Impetus AFEA) suit cette orientation. Ce consortium est regroupé au sein de l'Aerospace Valley [[Aerospace Valley 2005](#)] dans le cadre du projet FUI TiMaS (Titanium Machining and Simulation) [[Gaudillère 2011](#), [Les pôles de compétitivité 2016](#)]. Il permettra à moyen terme d'avoir un niveau d'expertise élevé dans l'élaboration, l'usinage, le comportement et la simulation thermomécanique de l'alliage Ti-6Al-4V (aussi connu sous le nom de TA6V) [[Duvelleroy 2011](#)].

Le principal objectif du projet est la mise en place d'un outil permettant l'analyse et l'optimisation du procédé global de production et visant à maîtriser et à prédire la création des contraintes résiduelles pour les pièces de structure en alliage de titane. L'histoire thermomécanique complète de l'alliage sera aussi mieux contrôlée entraînant une

amélioration continue des procédés. Beaucoup d'études menées jusqu'à présent se sont focalisées uniquement sur un seul procédé de la chaîne de fabrication et non sur l'influence du séquençement des procédés dans la chaîne de production (mise en forme, usinage et détensionnement).

Dans des matériaux polycristallins et polyphasés, les phases sont généralement de compositions différentes. Les phases de l'alliage Ti-6Al-4V ont chacune des caractéristiques thermomécaniques qui leur sont propres. Cela conduit à des hétérogénéités, des incompatibilités de déformations d'où naissent les contraintes résiduelles [Lodini 2000, Lu 2002]. La création des contraintes résiduelles nécessite une intervention extérieure qui peut-être de nature mécanique, thermique ou encore structurale (issue de la transformation de phases et des interactions entre les grains voisins) [Withers 2001].

Dans le cadre du projet TiMaS, les contraintes résiduelles apparaissent durant la trempe qui suit les étapes de mise en forme de la pièce (forgeage et matriçage). Lors de l'usinage, les déformations élastiques, présentes dans la pièce et à l'origine des contraintes résiduelles, sont relâchées sous l'effet de l'enlèvement de matière. Cela a pour effet une distorsion importante de la pièce (jusqu'à 8 mm de flèche) qu'il est nécessaire de corriger par un traitement thermique de détensionnement à basse température très long et coûteux [Gaudillère 2011]. La compréhension des mécanismes physiques influençant le niveau de contraintes résiduelles est nécessaire afin d'optimiser les procédés de mise en forme et les opérations d'usinage. Cela permettra aussi de diminuer l'impact néfaste que les contraintes résiduelles peuvent induire sur la pièce usinée.

Aujourd'hui, l'optimisation et l'amélioration des processus de production de l'alliage Ti-6Al-4V passent par une meilleure compréhension de l'influence des contraintes résiduelles sur le comportement mécanique des pièces. Ainsi plusieurs études ont été lancées au sein du projet TiMaS [Gaudillère 2011] afin de mieux anticiper et prendre en compte les contraintes résiduelles. Il s'agit de :

1. **l'étude du comportement thermomécanique et de l'évolution microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V lors du refroidissement à l'issue du procédé de mise en forme ;**
2. la simulation du procédé de trempe et de la validation industrielle ;
3. la définition des paramètres de coupe, des stratégies d'usinage et de bridage optimaux ;
4. l'étude du comportement sous chargement dynamique pour modéliser et simuler le procédé d'enlèvement de matière ;
5. l'intégration de l'ensemble des résultats sous la forme d'une solution d'optimisation globale en vue de prendre en compte les contraintes résiduelles lors d'applications industrielles.

Ces travaux de thèse correspondent à la première étude du projet TiMaS.

Problématique et objectifs

À l'issue d'une étape de mise en forme, le refroidissement de l'alliage Ti-6Al-4V depuis de hautes températures entraîne une évolution des fractions de phases et de leurs morphologies. Les pièces mises en forme étant souvent massives, les gradients thermiques alors générés lors d'un refroidissement peuvent également influencer la morphologie des phases en présence. Ainsi, **l'étude de la transformation microstructurale lors du refroidissement, sous différentes conditions thermiques, constitue le premier enjeu de cette étude.** Pour cela des observations par microscopie électronique à balayage sont menées afin de déterminer l'état microstructural de l'alliage à différents instants du refroidissement. La détermination des fractions de phases et des dimensions caractéristiques de leurs morphologies par analyse d'images permet de quantifier cette évolution microstructurale.

Le comportement mécanique évolue également sous l'effet de la température et de la transformation de phases. D'un comportement très visqueux à haute température permettant la mise en forme, la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V durant le refroidissement évolue vers un comportement plastique avec écrouissage. Ce changement progressif des mécanismes de déformation mis en œuvre lors du refroidissement participe également à la création de contraintes résiduelles. La compréhension de ces mécanismes est primordiale pour ensuite prédire les contraintes résiduelles. **Le second enjeu est donc la détermination du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors du refroidissement.** Pour cela des essais mécaniques en températures sont réalisés dans des conditions similaires au refroidissement clôturant l'étape de mise en forme afin de caractériser les différents mécanismes activés au cours de la trempe.

La simulation numérique du formage est une étape essentielle pour prédire la formation et l'évolution de champs de contraintes résiduelles dans une pièce industrielle. Ces simulations du procédé de mise en forme sont réalisées par Aubert & Duval, partenaire du projet TiMaS. La simulation numérique nécessite la détermination et l'identification d'un modèle de comportement fiable, adapté à l'alliage étudié, et permettant de prédire le comportement mécanique sur une gamme de sollicitations thermiques et mécaniques équivalentes au refroidissement d'une pièce. La transformation de phase étant un paramètre important dans la création de contraintes résiduelles, **le modèle de comportement mécanique proposé doit prendre en compte l'évolution microstructurale.** Ceci constitue le dernier enjeu de ces travaux.

Organisation du manuscrit

Afin de répondre aux objectifs décrits précédemment, ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres.

Le chapitre I présente une synthèse de l'état de l'art sur la métallurgie des alliages de titane et leurs transformations microstructurales. Il permet également de discuter des différents mécanismes à l'origine du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V. Ce chapitre se poursuit ensuite avec une synthèse des modèles et paramètres permettant de prédire la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V.

Ensuite, le chapitre II est consacré à la présentation du matériau étudié et aux différents moyens expérimentaux et d'analyses mis en place durant ces travaux afin de satisfaire les objectifs scientifiques évoqués.

Puis, le chapitre III s'attache à analyser les résultats des essais mécaniques afin de déterminer les différentes conditions thermiques et mécaniques influençant la réponse thermomécanique de l'alliage durant le refroidissement. Les évolutions microstructurales induites par le refroidissement sont également étudiées et quantifiées. L'influence des morphologies de phase sur le comportement mécanique est ensuite discutée.

Dans le chapitre IV, deux modèles de comportement mécanique sont proposés. Dans un premier temps, une approche unifiée prenant en compte des paramètres microstructuraux est suggérée afin de décrire la réponse mécanique macroscopique globale de l'alliage Ti-6Al-4V. Dans un second temps, une approche non-unifiée permettant de définir plusieurs mécanismes de déformations en lien avec les évolutions microstructurales est proposée dans le but de prédire plus fidèlement le comportement mécanique du matériau.

Enfin, une conclusion générale résumant les faits majeurs de ces travaux clôture le manuscrit. Des perspectives scientifiques et industrielles sont également dégagées.

Chapitre I

État de l'art

Sommaire

I.1	Métallurgie du titane et de ses alliages	7
I.1.1	Le titane	7
I.1.1.1	Généralités	7
I.1.1.2	Cristallographie du titane	7
I.1.2	Les alliages de titane	8
I.1.2.1	Éléments d'alliage	8
I.1.2.2	Classification des alliages de titane	9
I.1.3	L'alliage Ti-6Al-4V	10
I.1.3.1	Phases en présence	10
I.1.3.2	Microstructures et morphologies associées	11
I.1.4	Évolutions microstructurales lors du traitement thermique	14
I.1.4.1	Transformations avec et sans diffusion	14
I.1.4.2	Transformations lors du chauffage	15
I.1.4.3	Transformations lors du refroidissement	15
I.2	Comportement mécanique du Ti-6Al-4V et modélisation	19
I.2.1	Comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V	19
I.2.1.1	Mécanismes de déformation	19
I.2.1.2	Comportement mécanique de l'ambiante à 500°C	21
I.2.1.3	Comportement mécanique aux températures supérieures à 500°C	23
I.2.2	Modélisation de la réponse mécanique en traction de l'alliage Ti-6Al-4V	27
I.2.2.1	Mouvement des dislocations	27
I.2.2.2	Description phénoménologique du comportement mécanique	28
I.2.2.3	Approche non-unifiée de la modélisation du comportement mécanique	30
I.3	Conclusions partielles	33

L'analyse du comportement thermomécanique d'un alliage de titane et des évolutions microstructurales associées est complexe. Elle nécessite une bonne connaissance du trajet de chargement thermique et mécanique. Beaucoup d'études s'attachent notamment à relier le procédé d'élaboration du matériau avec la microstructure [Bieler 2002, Semiatin 2003, Deleuze 2011, Swarnakar 2011, Vrancken 2012, Zhu 2012, Roy 2013]. D'autres s'intéressent aux relations entre la microstructure/métallurgie et les propriétés mécaniques [Paton 1979, Cope 1986, Semiatin 1999, Seshacharyulu 2000, Majorell 2002, Doraiswamy 2003, Jia 2011]. Leur finalité vise à obtenir le meilleur compromis procédé/microstructure/propriétés [Lütjering 1998, Prasad 1998, Weiss 1999, Sauer 2001, Chumachenko 2005, Duan 2007]. Il est également intéressant de prédire le comportement du matériau au cours du procédé [Cheong 2001, Nemat-Nasser 2001, Chandra 2002, Picu 2002, Chumachenko 2005, Lin 2005, Kar 2006, Li 2009, Fan 2011, Qu 2012, Zhang 2012]. Tous ces sujets permettent une meilleure appréhension de la présente étude.

Cette synthèse bibliographique est donc essentiellement axée sur l'évolution microstructurale et le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V en lien avec le traitement thermomécanique en vue de sa modélisation. Dans un premier temps, un état de l'art sur la métallurgie du titane, de ses alliages et de l'alliage Ti-6Al-4V est présenté. Les évolutions microstructurales de l'alliage Ti-6Al-4V sont ensuite exposées en fonction du trajet de chargement thermomécanique considéré. Puis le comportement mécanique en température, tel qu'il est décrit dans la littérature, est présenté. Enfin la modélisation du comportement thermomécanique des alliages de titane et des matériaux métalliques, en lien avec l'évolution microstructurale, est discuté.

I.1 Métallurgie du titane et de ses alliages

Dans cette section, la métallurgie du titane, des alliages de titane et plus particulièrement celle de l'alliage Ti-6Al-4V est présentée.

I.1.1 Le titane

I.1.1.1 Généralités

L'élément titane (Ti) a été découvert en 1791, c'est le quatrième élément métallique le plus abondant de la croûte terrestre [Lütjering 2007]. Il est utilisé depuis 1940 grâce aux progrès réalisés dans les domaines de l'extraction et de l'élaboration du titane [Boyer 2007]. Il a été développé dans un premier temps pour les industries aéronautique et aérospatiale en raison d'un bon rapport résistance/masse volumique, de bonnes résistances en fatigue, en fluage et à l'oxydation ainsi que d'une grande facilité de mise en forme [Moiseyev 2005, Campbell 2006, Banerjee 2013]. La grande résistance à la corrosion est un atout pour son utilisation dans les industries chimiques ainsi que pour la marine [Joshi 2006, Polmear 2006]. Enfin, la biocompatibilité du titane avec le corps humain en fait un élément largement utilisé par exemple pour les implants dentaires, les prothèses ou encore les instruments de chirurgie, etc. [Donachie 2000, Veiga 2012].

I.1.1.2 Cristallographie du titane

Le titane pur est constitué d'une phase solide, nommée α , de structure Hexagonale Pseudo-Compacte (HPC). Elle est présente aux températures inférieures à la température dite de transus bêta T_β (FIG. I.1). Au-dessus de ce transus, le titane est composé exclusivement d'une phase solide β de structure cristalline Cubique Centrée (CC). Le titane pur est donc le siège d'une transformation allotropique solide/solide $\alpha \rightleftharpoons \beta$ à une température $T_\beta = 882^\circ\text{C}$.

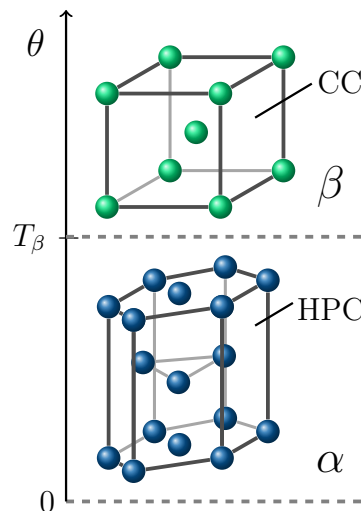


FIG. I.1 – Structures cristallines du titane : hexagonale pseudo-compacte (HPC) pour la phase α et cubique centrée (CC) pour la phase β . (Code source LaTeX/TikZ modifié de Vallverdu [Vallverdu 2016])

Cette modification de structure cristallographique provient, selon le mécanisme proposé par Burgers [Burgers 1934], d'un déplacement d'atomes inférieur à une distance interatomique [Combres 1991, Bieler 2002] provoqué par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique [Deleuze 2010, Surand 2013]. Ce mécanisme de transition entre le réseau cubique centré et le réseau hexagonal est présenté sur la figure I.2.

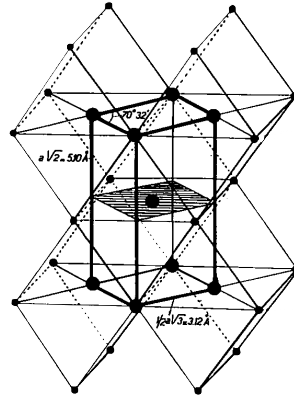


FIG. I.2 – Mécanisme de transition entre la maille cubique centrée (CC) et la maille hexagonale pseudo-compacte (HPC), d'après Burgers [Burgers 1934]

I.1.2 Les alliages de titane

Le titane pur est généralement associé à des éléments d'alliage pour améliorer ses propriétés. Chaque élément apporte certaines caractéristiques conditionnant les applications pour lesquelles l'alliage, ainsi formé, peut être utilisé. En particulier, les éléments d'alliage peuvent stabiliser soit la phase α soit la phase β . Les différents alliages peuvent alors être classés en plusieurs catégories.

I.1.2.1 Éléments d'alliage

Les éléments d'alliage de titane peuvent être regroupés en trois catégories différentes [Banerjee 2007, Combres 2012] :

- les éléments α -gènes (ou α -stabilisant) qui favorisent l'apparition de la phase α , tel que l'aluminium (Al), l'azote (N), le carbone (C) et l'oxygène (O) ;
- les éléments β -gènes (ou β -stabilisant) qui favorisent la présence de la phase β , comme le chrome (Cr), le fer (Fe), le molybdène (Mo), le silicium (Si) et le vanadium (V) ;
- les éléments neutres qui n'ont pas d'influence sur la création et la stabilisation de phases, tel que l'étain (Sn), le zirconium (Zr) et l'hafnium (Hf).

Les éléments d'alliage utilisés peuvent être d'insertion ou de substitution. Les éléments d'insertion sont localisés au cœur de la maille cristalline tandis que les éléments de substitution remplacent un élément de la maille.

Dans l'alliage Ti-6Al-4V étudié, l'aluminium (Al) et le vanadium (V) nous intéressent plus particulièrement. Ce sont des éléments de substitution. L'aluminium durcit la phase α , augmente la résistance mécanique ainsi que la tenue au fluage et diminue la ductilité. Il est limité à une teneur de 7% en masse afin d'éviter la précipitation du composé intermétallique fragilisant Ti_3Al . Le vanadium favorise la ductilité et diminue la tenue à l'oxydation. Son utilisation en présence d'aluminium permet de réduire la tendance à la fragilisation de l'alliage.

Les éléments d'insertion (azote, carbone, oxygène et hydrogène) sont généralement à proscrire car ils entraînent une baisse de la ductilité des alliages de titane [Baur 1980, Donachie 2000, Robert 2007, Surand 2013].

I.1.2.2 Classification des alliages de titane

Les alliages de titane sont classés en différentes catégories en fonction de la quantité de phase α (HPC) et de phase β (CC) à température ambiante [Donachie 2000]. La figure I.3 est un diagramme pseudo-binaire représentant les quatre classes d'alliages en fonction de la concentration en éléments β -gènes dans le matériau. Les propriétés thermomécaniques de chaque type d'alliage sont différentes et un compromis est à trouver en fonction de l'utilisation [Combres 1991]. Ceux-ci sont décrits dans cette sous-section.

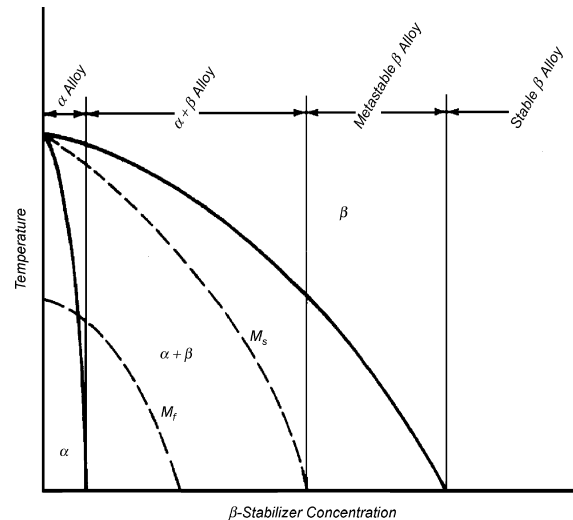


FIG. I.3 – Classement des alliages de titane en fonction de leur concentration en éléments β -gènes, d'après Zhecheva et al. [Zhecheva 2005]

Alliages α et quasi- α : Ils sont constitués en majorité de phase α , les éléments β -stabilisant (Mo, Si, V ...) sont présents en faible quantité ($\% \beta$ -gènes $\leq 2\%$). Généralement utilisés à l'état de recuit, ils sont soudables et ont de bonnes caractéristiques mécaniques depuis les températures cryogéniques jusqu'à 500°C . Ils ont également une résistance exceptionnelle à la corrosion et une bonne tenue au fluage. Ils sont néanmoins difficiles à former à froid. Le titane pur et les alliages Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, Ti-5Al-2Sn sont des exemples d'alliages α et quasi- α .

Alliages $\alpha+\beta$: Ce sont les alliages qui présentent souvent le meilleur compromis entre les différentes caractéristiques mécaniques. Ils sont composés entre 4% et 6% d'éléments β -gènes et possèdent entre 5% et 20% de phase β à température ambiante. Ils répondent bien aux traitements thermiques et sont faciles à former. Cependant, ils ont une résistance au fluage limitée et sont souvent difficiles à usiner et à souder. Les alliages Ti-6Al-4V, Ti-6Al-6V-2Sn, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo sont des exemples d'alliages $\alpha+\beta$.

Alliages β -métastable : Ils sont généralement composés entre 10% et 15% d'éléments β -stabilisants et possèdent entre 20% et 35% de phase β à température ambiante. Ils sont utilisés à l'état recuit ou traité et il est possible de souder ces alliages quand ils sont à l'état trempé. Les alliages Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr, Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr, Ti-10V-2Fe-3Al, Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn sont des exemples d'alliages β -métastable.

Alliages β : Ils sont constitués en majorité de phase β . Ils sont généralement résistants à la corrosion. Les alliages Ti-35V-15Cr, Ti-40Mo, Ti-30Mo sont des exemples d'alliages β .

I.1.3 L'alliage Ti-6Al-4V

L'alliage Ti-6Al-4V (ou TA6V) a été développé à la fin des années 1940. C'est l'alliage de titane le plus utilisé actuellement en raison de la polyvalence de ses propriétés [Leyens 2003]. De plus, sa faible masse volumique (4420 kg/m³ à 20°C) et sa grande résistance mécanique offrent un bon compromis en comparaison des aciers et des alliages d'aluminium [Boyer 2007]. Sa composition chimique est normalisée [AFNOR 2013]. Elle est présentée dans le tableau I.1.

Ti	Al	V	0+2N	N	H	Fe	C	Y	Autres	
									Chaque	Total
Base	5,5–6,75	3,5–4,5	<0,25	<0,03	<0,008	<0,3	<0,8	<0,005	<0,10	<0,40

TAB. I.1 – Composition chimique admissible en pourcentage massique de l'alliage Ti-6Al-4V [AFNOR 2013]

I.1.3.1 Phases en présence

Plusieurs types de phases peuvent apparaître et coexister dans l'alliage Ti-6Al-4V [Combres 1991, Robert 2007, Deleuze 2010] :

- la phase α de morphologie nodulaire et/ou lamellaire,
- la phase β ,
- la phase martensitique sous forme d'aiguilles (α' et α''),

Ces phases vont être décrites plus en détail. Soulignons l'existence de la notation bêta transformée β_t , généralement utilisée pour désigner une structure $\alpha+\beta$ lamellaire.

Phase alpha primaire α_I (HPC) : Elle est présente en dessous du transus β avant ou après un traitement thermique et/ou thermomécanique dans le domaine bi-phasé ($\alpha+\beta$). Elle est de morphologie nodulaire.

Phase alpha secondaire α_{II} (HPC) : Elle est généralement de morphologie lamellaire. Elle se forme lors du refroidissement dans les grains β après un traitement thermique et/ou thermomécanique proche du transus β dans le domaine de transformation $\alpha+\beta$. On utilise la notation " α_{II} " pour différencier cette nouvelle phase α de la phase α déjà présente avant le traitement (α_I). Notons que les proportions des éléments d'alliage sont légèrement différentes entre α_I et α_{II} [Jaffee 1958, Malinov 2002, Sha 2009].

Phase bêta β (CC) : Elle est présente pour des températures supérieures à la température de transus β ainsi qu'aux températures inférieures quand les éléments d'alliage le permettent (FIG. I.3). C'est le cas de l'alliage Ti-6Al-4V qui est composé de 18% de phase β à l'équilibre à température ambiante.

Phase (martensitique) alpha prime α' (HPC) : Elle est formée hors équilibre thermodynamique et sans diffusion (mouvement dislocatif) à partir de la température M_S (FIG. I.3), lors du refroidissement de la phase β depuis des températures proches ou au delà du transus β . Elle est de structure hexagonale comme les phases α mais elle conserve néanmoins la composition chimique de la phase β dont elle provient car il n'y a pas eu de diffusion. Elle se constitue en colonies d'aiguilles parallèles. Certains auteurs [Pederson 2002, Polmear 2006] parlent également d'une phase α'' de structure orthorhombique qui apparaît à plus basse température que la phase α' , dans une phase β plus riche en éléments β -gènes.

Bêta transformé β_t (HPC & CC) : Structure bi-phasée, elle est issue de la transformation de la phase β à haute température (HT) lors de refroidissement lent. Elle est composée des phases α_{II} et β tel que : $\beta_{HT} \rightarrow \beta_t = \alpha_{II} + \beta$.

I.1.3.2 Microstructures et morphologies associées

Les phases décrites précédemment peuvent apparaître sous différentes formes (équiaxe, lamellaire, duplex) en fonction de l'histoire thermique et/ou mécanique subie. Elles vont être décrites dans les paragraphes suivants.

Morphologie lamellaire : La morphologie complètement lamellaire est composée d'une phase α et d'une phase β (FIG. I.4 – (a)). Elle est issue d'un refroidissement à une allure moyenne depuis une température supérieure au transus β . Les grains β , seuls présents au-dessus du transus, sont ensuite transformés par germination et croissance de lamelles α durant le passage par le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. La colonisation d'un grain β par la phase α s'effectue depuis les frontières du grain β vers le centre [Katzarov 2002]. La vitesse du refroidissement pilote la taille et le nombre des lamelles α [Gil 2001]. Un refroidissement rapide fera germer et croître une grande quantité de fines lamelles alors qu'un refroidissement lent produira des lamelles plus épaisses et en plus petit nombre.

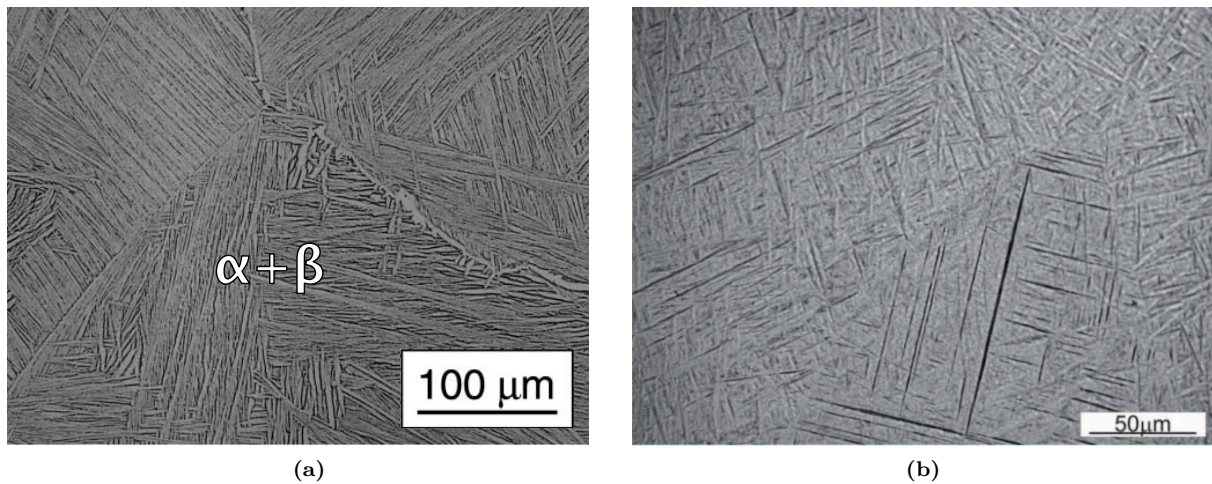


FIG. I.4 – Micrographies optiques de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) morphologie complètement lamellaire, d'après Semiatin et al [Semiatin 2001] ; (b) aiguilles de martensite α' , d'après Dąbrowski [Dąbrowski 2011b]

La morphologie complètement lamellaire (appelée aussi Widmanstätten) peut également être obtenue par trempe rapide. Des aiguilles de martensite α' (FIG. I.4 – (b)) apparaissent à partir de la température de début de transformation martensitique M_S comme illustré sur la figure I.3. Les vitesses de refroidissement élevées empêchent la germination et la croissance à l'équilibre de la phase α . Ces aiguilles de martensite α' sont formées sans diffusion dans la matrice β . Le passage de la température M_F signifie que la transformation martensitique est complète. Si celle-ci n'est pas atteinte, la transformation est partielle.

Morphologie équiaxe : La morphologie équiaxe est généralement obtenue après un refroidissement lent depuis les domaines $\alpha + \beta$ ou β ou par corroyage (FIG. I.5). Un corroyage dans le domaine $\alpha + \beta$ fragmente la structure lamellaire et la transforme en nodules par restauration et/ou recristallisation. Le temps long passé aux hautes températures, lors du refroidissement, permet de préserver la phase α présente à haute température sous forme de nodules équiaxes et de faire germer et grossir de nouveaux nodules α et ceci au détriment de la phase β dont les grains se retrouvent aux joints des nodules de phase α .

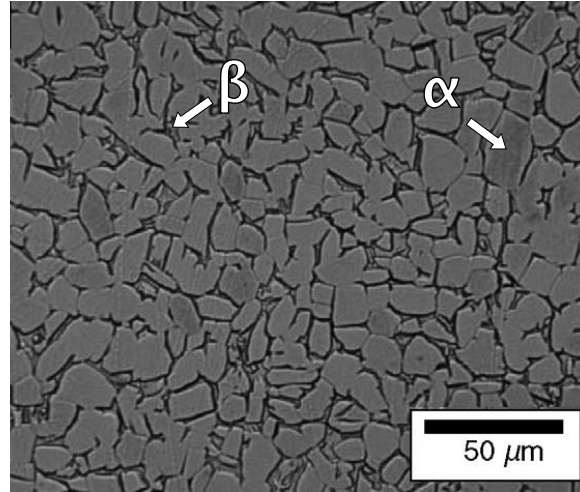


FIG. I.5 – Micrographie optique de la morphologie équiaxe de l’alliage Ti-6Al-4V, d’après Kim et al. [Kim 2005]

Morphologie duplex : La morphologie de type duplex est une combinaison des deux morphologies précédentes (lamellaire et équiaxe). Elle est issue d’un refroidissement à allure moyenne depuis le domaine $\alpha+\beta$. Avant refroidissement, l’alliage est composé d’une microstructure bi-phasée comportant des nodules α_I et des grains β . Le temps passé à hautes températures, dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, durant le refroidissement permet de faire germer et croître des lamelles α_{II} dans la matrice β (FIG. I.6). La structure formée est appelée bêta transformée β_t .

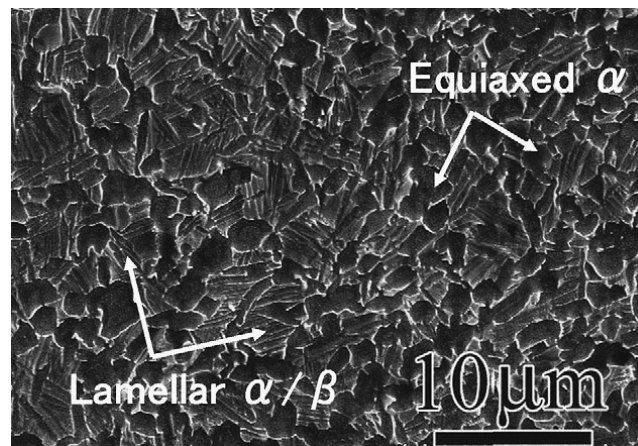


FIG. I.6 – Micrographie MEB de la morphologie duplex de l’alliage Ti-6Al-4V, d’après Zhang et al. [Zhang 2008b]

Chaque type de microstructure apparaît donc dans des conditions thermiques et suivant des cinétiques de transformation de phases bien particulières qui vont être étudiées dans la section qui suit.

I.1.4 Évolutions microstructurales de l'alliage Ti-6Al-4V lors du traitement thermique

Les propriétés mécaniques des alliages de titane, et plus particulièrement les alliages $\alpha+\beta$ et β -métastable, sont fortement liées à la microstructure et aux différents traitements thermiques et mécaniques [Lütjering 1998]. La présence, la distribution et la proportion des différentes phases avant, pendant et après traitement sont des paramètres décisifs pour l'obtention des propriétés mécaniques voulues [Sauer 2001]. Les transformations microstructurales peuvent être initiées par un maintien en température dans un domaine de transformation donné, par une trempe contrôlée ainsi que par une déformation mécanique. Le suivi de l'histoire thermique et mécanique subie par le matériau est donc primordial afin d'analyser son impact sur la microstructure et donc sur le comportement thermomécanique de l'alliage Ti-6Al-4V. L'évolution microstructurale induite par sollicitation mécanique du matériau (forgeage et matriçage) ne fait pas partie des points abordés dans notre étude. Cette partie de la synthèse bibliographique sera donc centrée seulement sur les effets des traitements thermiques sur la microstructure.

I.1.4.1 Transformations avec et sans diffusion

Les transformations de phases proviennent d'un mouvement d'atomes et de lacunes. Ce déplacement peut être initié avec ou sans diffusion [Banerjee 2007].

Transformations avec diffusion : L'évolution microstructurale par diffusion est un phénomène thermiquement activé. Cela signifie qu'une certaine température associée à un temps d'exposition à cette température sont nécessaires pour initier la transformation et permettre son développement. C'est un phénomène lent induisant des déplacements d'atomes supérieurs à la distance interatomique [Philibert 2002]. Deux mécanismes microscopiques résultent alors de cette diffusion d'éléments : ce sont la germination et la croissance de nouvelles phases dont la morphologie va dépendre de la température et du temps.

Transformations sans diffusion : La transformation sans diffusion est généralement issue d'une trempe rapide. La structure cristalline qui est dans un état d'équilibre thermodynamique à haute température, lors d'un traitement thermique par exemple, doit rapidement changer d'état en raison d'une évolution brutale de la température. Ce changement est réalisé par un déplacement de plusieurs atomes d'une distance inférieure à la distance interatomique [Philibert 2002]. La composition chimique de la phase fille formée est celle de la phase mère à haute température. Il n'y a pas eu de diffusion d'éléments chimiques. Ces phases filles, hors équilibre thermodynamique, martensitiques (ou métastables), ont généralement une structure cristalline différente de celle de la phase mère. La phase mère β cubique centrée peut se transformer en une structure hexagonale avec α' ou une structure orthorhombique avec α'' [Polmear 2006, Banerjee 2007]. En raison de la rapidité de la transformation sans diffusion, les morphologies des phases créées sont fines.

I.1.4.2 Transformations lors du chauffage

À température ambiante, l'alliage Ti-6Al-4V a souvent une structure biphasée $\alpha+\beta$ qui peut être lamellaire, équiaxe ou duplex (sous-section I.1.3.2). La phase α est alors prédominante. Au cours d'un chauffage sous la température de transus β , la microstructure va évoluer vers une structure composée de grains β et α . Au-dessus de cette température, une structure équiaxe monophasée β est obtenue. Le temps passé à chaud avant refroidissement doit être suffisamment long pour atteindre les taux de phases d'équilibre et une composition chimique homogène.

I.1.4.3 Transformations lors du refroidissement

Lors du refroidissement, la microstructure va évoluer en suivant des cinétiques de transformation de phases. Celles-ci relient généralement une taille de grain/lamelle/précipité ou une fraction de phase avec le temps et la température [Sandström 1974, Lin 1999, Cheong 2001, Gil 2001, Katzarov 2002, Semiatin 2003, Fan 2011, Teixeira 2016]. Pour prédire et anticiper les transformations microstructurales lors d'un refroidissement, deux diagrammes sont généralement utilisés [Desalos 2012] :

- une approche isotherme où le temps et la température permettent un changement de phase après trempe. C'est le diagramme temps – température – taux de transformation (TTT),
- une approche anisotherme où la microstructure évolue durant le refroidissement. C'est le diagramme transformations en refroidissement continu TRC.

Diagramme Temps – Température – Taux de transformation (TTT) : Le diagramme TTT permet de représenter l'état d'avancement d'une transformation de phase isotherme suite à un refroidissement après mise en solution, en fonction du temps et de la température. On obtient généralement des courbes en "C" qui reflètent l'évolution inverse en fonction de la température, de la force motrice de transformation et des coefficients de diffusion. Murgau et al. [Murgau 2012] montrent que, pour l'alliage Ti-6Al-4V après une mise en solution β , les diagrammes TTT issus de la littérature peuvent différer fortement (FIG. I.7). Ces différences de taux de transformation peuvent provenir de la composition chimique de l'alliage [Sha 2009] ou de la taille des grains β avant refroidissement [Katzarov 2002].

La composition chimique précise de l'alliage Ti-6Al-4V considéré détermine la position des domaines de transformation dans le diagramme TTT. Malinov et al. [Malinov 2000] montrent qu'une évolution de la composition chimique en aluminium ou en vanadium crée un décalage des courbes en "C" (FIG. I.8). L'aluminium étant un élément α -gène, il favorise la phase α . Celle-ci se forme alors à une température plus élevée et sur des temps plus courts. De plus, le temps nécessaire pour atteindre un même taux de transformation diminue avec l'augmentation de la teneur en aluminium. Les mêmes auteurs ont examiné l'effet de l'oxygène (α -gène), qui se manifeste pour de très faibles teneurs. Le vanadium étant β -gène, il aura l'effet inverse de l'aluminium et de l'oxygène.

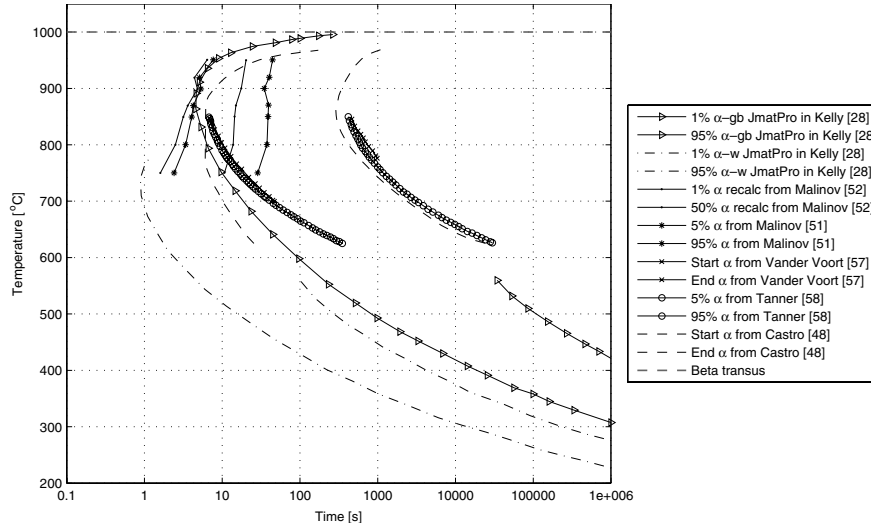


FIG. I.7 – Diagramme TTT de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Murgau et al. [Murgau 2012]

La figure I.8 montre également l'effet des éléments d'alliage sur la température de début de transformation martensitique M_s . On peut observer que l'élément β -gène vanadium est défavorable à la formation de martensite. L'élément α -gène aluminium ne semble cependant pas avoir d'effet clairement défini sur la création de martensite.

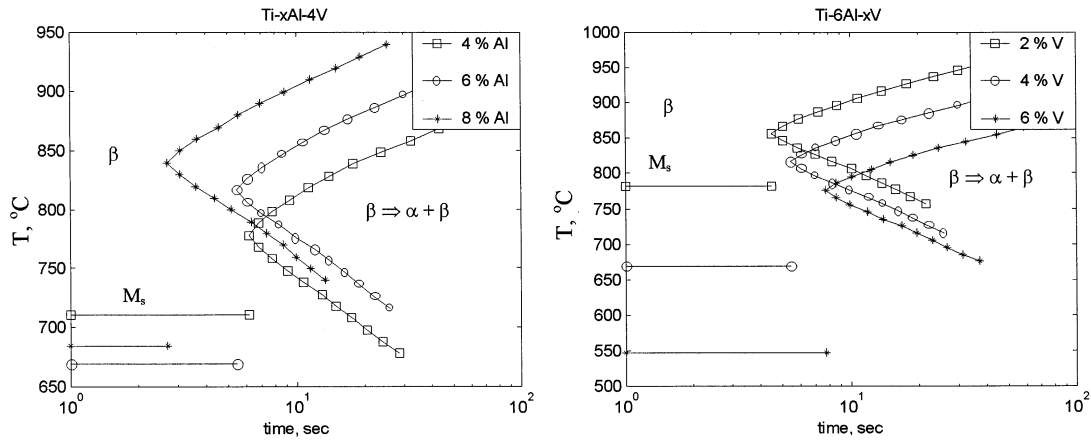
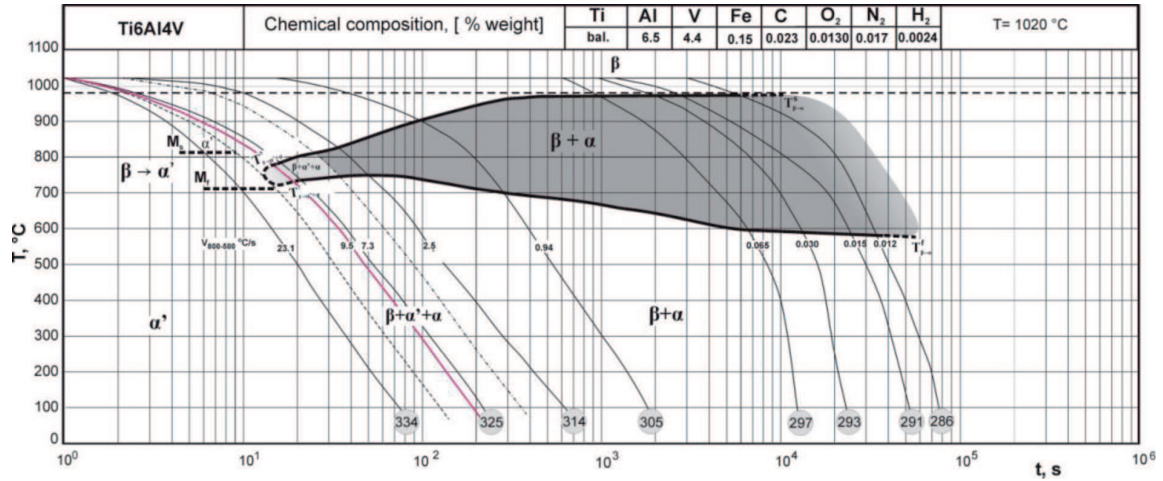


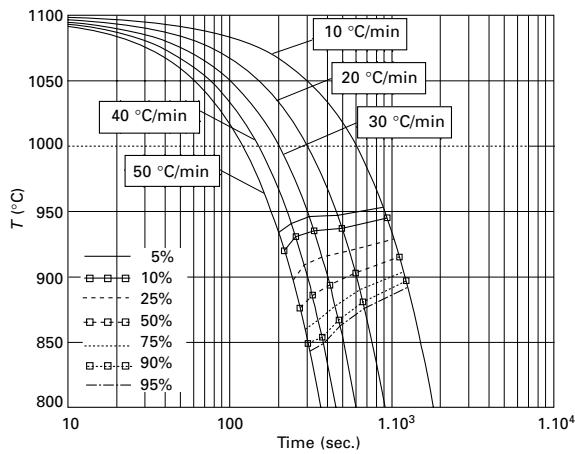
FIG. I.8 – Effet des éléments d'alliage Al et V sur le diagramme TTT, d'après Malinov et al. [Malinov 2000]

L'histoire thermique et la composition chimique ont donc des effets non négligeables sur la forme du diagramme TTT. Chaque étude propose des diagrammes avec des petites différences [Castro 1966, Hocheid 1970, Vander Voort 1991, Charles 2008, Sha 2009, Bru-shi 2015]. Ces diagrammes servent donc de guide pour anticiper les cinétiques et les produits de la transformation de phases mais ils ne dispensent pas d'une analyse des microstructures obtenues pour différentes conditions thermiques.

Diagramme Transformations en Refroidissement Continu (TRC) : Les diagrammes transformation en refroidissement continu permettent de prédire la microstructure obtenue pour différentes vitesses de refroidissement. De nombreuses études reportent des diagrammes TRC pour l'alliage Ti-6Al-4V issus d'un refroidissement super-transus β [Le Maitre 1970, Sha 2009, Dąbrowski 2011b, Combres 2012, Sieniawski 2013] mais assez peu sub-transus β comme c'est le cas dans notre étude. Deux exemples de diagramme TRC super-transus sont présentés sur les figures I.9 – (a & b).



(a)



(b)

FIG. I.9 – Diagrammes TRC super-transus de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) d'après Dąbrowski [Dąbrowski 2011b], (b) d'après Sha et Malinov [Sha 2009]

Sha et Malinov [Sha 2009] déterminent, pour des vitesses de refroidissement comprises entre 10 à 50 °C/min, une zone de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dont le début est situé vers 950 °C et la fin vers 850 °C. Ce ne sont pas les mêmes résultats pour Dąbrowski [Dąbrowski 2011b] dont la transformation commence vers 1000 °C et se termine à 650 °C pour les mêmes vitesses de refroidissement (10 à 50 °C/min soit 0,16 et 0,83 °C/s). Ces écarts proviennent probablement des techniques différentes utilisées pour suivre les transformations de phases, respectivement la calorimétrie différentielle à balayage et la dilatométrie. Comme pour les diagrammes TTT, les diagrammes TRC constituent une aide pour comprendre l'évolution microstructurale et analyser plus facilement les micrographies de l'alliage Ti-6Al-4V.

Dąbrowski montre également que la vitesse de refroidissement nécessaire à la création de martensite doit être supérieure à $9,5^{\circ}\text{C/s}$ (courbe rouge) soit 570°C/min . Ce qui va bien au delà des vitesses de refroidissement considérées dans notre étude qui est bornée à 200°C/min . Il ne devrait donc pas y avoir de martensite observée dans cette étude lors des refroidissements contrôlés.

Un diagramme TRC sub-transus de l'alliage Ti-6Al-4V est présenté sur la figure I.10. Le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est compris entre 950°C et 500°C , soit un domaine différent du diagramme TRC super-transus proposé par le même auteur (FIG. I.9 – (a)).

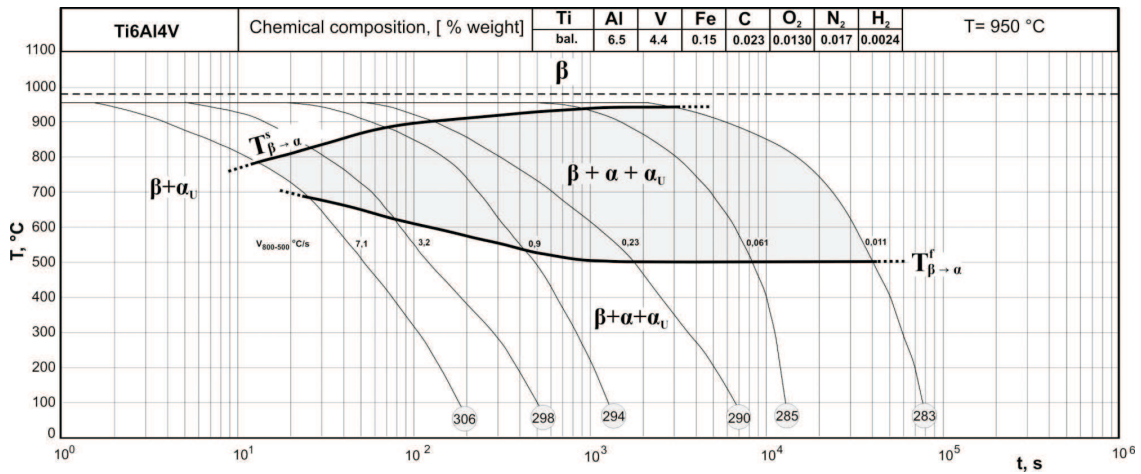


FIG. I.10 – Diagramme TRC sub-transus de l'alliage Ti-6Al-4V, d'après Dąbrowski [Dąbrowski 2011a]

Comme cela vient d'être montré, la microstructure obtenue est fortement dépendante des conditions de temps/température subies par l'alliage Ti-6Al-4V. Il est donc nécessaire d'étudier les transformations microstructurales que peut subir le matériau lors du refroidissement en fin du traitement thermique.

I.2 Comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V et modélisation

Dans cette section, le comportement mécanique monotone de l'alliage Ti-6Al-4V issu de la littérature est exposé. Ces observations servent de base pour la modélisation du comportement mécanique.

I.2.1 Comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V

La déformation plastique, est un processus qui traduit à l'échelle macroscopique des mécanismes à l'œuvre à l'échelle atomique (mouvement des dislocations, diffusion des atomes ...) [Frost 1982] et à l'échelle microscopique (morphologies des phases en présence et leurs dimensions caractéristiques). Ces travaux de thèse sont basés essentiellement sur une approche macroscopique de l'étude du comportement mécanique. Cependant, la compréhension de l'origine physique entraînant les réponses mécaniques obtenues est nécessaire en particulier dans la mise en place d'une loi de comportement. Cette section est donc principalement axée sur les relations entre les échelles microscopique et macroscopique. Des liens avec les échelles plus petites sont utilisés pour expliquer certains des phénomènes observés.

I.2.1.1 Mécanismes de déformation

Il est communément admis que la température, la contrainte et la vitesse de déformation ont un effet sur le comportement des matériaux métalliques et sur les mécanismes qui y sont associés. C'est ce qui a amené Ashby et Frost [Ashby 1972, Frost 1982] à cartographier, au travers de ces trois paramètres, les mécanismes de déformation des métaux purs, comme le titane [Okazaki 1977, Sargent 1982]. Ces travaux ont été poursuivis par Janghorban et Esmaili [Janghorban 1991] pour un alliage Ti-6Al. Les cartographies des mécanismes de déformation du titane pur et de l'alliage Ti-6Al, pour une taille de grains de 100 μm , sont présentées sur les figures I.11 – (a & b).

Cartographies des mécanismes de déformation : Ces cartographies donnent les domaines d'existence des différents mécanismes contrôlant la plasticité. Ces domaines sont définis par la température, la contrainte et la vitesse de déformation. À température ambiante et à basses températures, les mécanismes de déformation du titane pur sont le glissement des dislocations et le maclage ("Obstacle Controlled Plasticity") [Meyers 2001, Balcaen 2013]. Le maclage n'a pas été observé dans cette étude, il ne sera donc pas évoqué par la suite. Aux hautes températures, le mouvement des dislocations est favorisé. Les mécanismes principaux de déformation sont le glissement, la montée et la restauration des dislocations [Conrad 1981, Frost 1982]. La diffusion des atomes ("Diffusional Flow") est également un mécanisme participant à la déformation du matériau à hautes températures [Philibert 2002].

Il y a donc deux domaines (basses et hautes températures) avec des mécanismes de déformation particuliers. Ces mécanismes, et plus spécifiquement ceux issus du mouvement des dislocations, sont à l'origine de la forte sensibilité à la vitesse de déformation du titane et de ses alliages au-dessus de 500°C environ [Lecomte 2000, Robert 2007, Tao 2015]. Au-dessous de cette température, la viscosité de l'alliage diminue considérablement. Cette sensibilité est représentée par le terme "Power Law Creep", signifiant que pour modéliser le comportement mécanique du matériau, des lois de viscosité de type puissance peuvent être utilisées à toutes les températures.

Ces cartographies sont données pour une taille de grains de 100 μm . Okazaki et al. [Okazaki 1977] montrent un décalage des domaines dans lesquels les mécanismes de déformation ont lieu quand la taille de grain est différente. Par exemple, à température ambiante, il faut une contrainte 10 fois plus grande pour déformer un titane pur ayant une taille de grains de 2 μm qu'un titane pur avec une taille de grains de 50 μm . C'est ce qui est communément appelé l'effet Hall et Petch [Hall 1951, Petch 1953] où les joints de grains forment des obstacles au mouvement des dislocations.

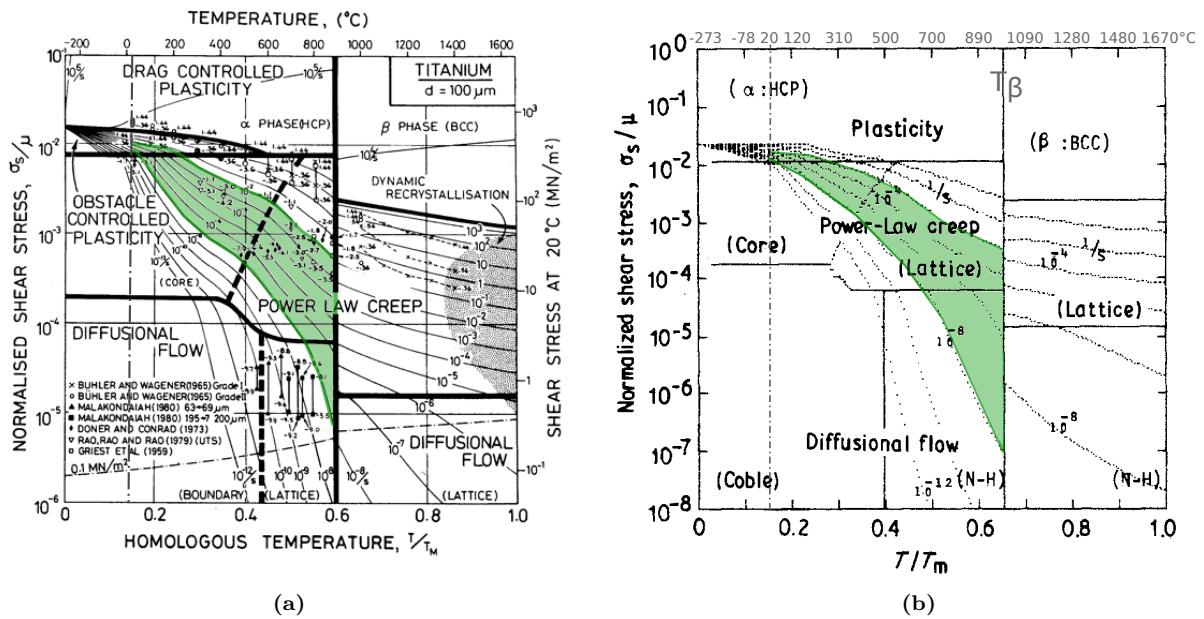


FIG. I.11 – Cartographie des mécanismes de déformation en fonction de contraintes et de températures normalisées pour une taille de grains de 100 μm : (a) titane pur d'après Sargent et Ashby [Sargent 1982], (b) alliage Ti-6Al d'après Janghorban et Esmaili [Janghorban 1991]

Similarité avec la trempe d'un lopin : Dans le cadre de ces travaux de thèse, le comportement mécanique lors de la trempe d'un lopin est étudié. À partir de ces cartographies nous avons des informations sur les mécanismes pouvant être mis en œuvre lors de l'étape de refroidissement du lopin. Pour cela, il faut déterminer le domaine de ce refroidissement. La vitesse de déformation moyenne du lopin entre 950°C et 20°C (bornes du traitement thermique étudié) lors de la trempe, est fournie par Aubert & Duval. Elle est obtenue à l'aide d'une simulation par éléments finis sous le logiciel *Forge*®, elle s'élève à 10^{-5} s^{-1} . Lors de la trempe, cette vitesse de déformation globale du lopin peut se traduire

localement par une vitesse de déformation plus rapide en peau et plus lente à cœur. Une gamme de vitesses comprises entre 10^{-7} et 10^{-2} s^{-1} est donc analysée entre 950°C et 20°C afin de prendre en compte tous les phénomènes de déformation de l'alliage. Cette zone d'étude est reportée en vert sur les figures I.11 – (a & b).

Le comportement mécanique pour cette zone d'étude est donc exposé plus en détail dans les sous-sections qui suivent. Cette discussion sera conduite au travers de deux domaines déterminés précédemment, les basses et les hautes températures.

I.2.1.2 Comportement mécanique de l'ambiante à 500°C

Le comportement mécanique à basses températures est présenté dans les sous-sections qui suivent. L'effet de la métallurgie sur le comportement mécanique est également discuté.

Effet de la métallurgie : Le mécanisme de déformation principal de l'alliage Ti-6Al-4V à basses températures, déduit des figures I.11 – (a & b), est le glissement des dislocations. Celui-ci est plus ou moins facilité suivant la phase dans laquelle il a lieu et selon l'arrangement de ces phases (joints de grains, interfaces).

Plasticité de la phase β : Il est souvent admis que la phase β est plus résistante que la phase α . Ankem et Margolin [Ankem 1986] par exemple, obtiennent, pour un alliage Ti-Mn, une limite d'élasticité de l'ordre de 400 MPa quand l'alliage est monophasé α et 1000 MPa quand il est monophasé β . Certains auteurs [Ambard 2001, Savage 2004, Escalé 2012] observent une faible déformation plastique de la phase β au regard de la phase α . La forte présence de la phase α (sous-sections I.1.3, I.1.4), à température ambiante, oriente souvent l'étude de la déformation aux interfaces entre α/β [Bhattacharyya 2003, Stanford 2004, Bhattacharyya 2007, Castany 2007].

Plasticité de la phase α : La plasticité de la phase α des alliages de titane est très largement étudiée [Imam 1979, Ankem 1986, Bourgeois 1997, Lecomte 2000, Yamada 2004, Gollapudi 2007, Vanderhasten 2007, Balcaen 2013, Surand 2013] car c'est la phase la plus ductile de l'alliage Ti-6Al-4V. La phase α est présente sous forme de nodules et de lamelles dans l'alliage étudié.

Dans les nodules α_I , les sites privilégiés pour l'émission des dislocations sont le centre des nodules ainsi que les interfaces α_I/β [Castany 2007]. Les interfaces α_I/β et α_I/α_I sont des freins importants à la transmission des dislocations lorsque les deux grains/nodules sont fortement désorientés [Bhattacharyya 2003, Stanford 2004, Bhattacharyya 2007, Castany 2007].

Dans les lamelles α_{II} , les interfaces α_{II}/β sont les sites privilégiés d'émission de dislocations. Ces interfaces sont également des freins à la transmission des dislocations.

Comportement mécanique en traction : Tous ces paramètres métallurgiques se traduisent macroscopiquement par des comportements mécaniques différents.

Effet de la microstructure : Comme cela vient d'être exposé, la phase α participe à la plasticité de l'alliage Ti-6Al-4V par l'intermédiaire des nodules et/ou des lamelles. De nombreux auteurs relient les tailles des nodules et des lamelles avec le comportement mécanique [Imam 1979, Gil 2001, Perdrix 2001, Salishchev 2001, Ramesh 2002, Doraiswamy 2003, Aiyangar 2005, Kar 2006, Sui 2011, Vrancken 2012, Sieniawski 2013]. Une augmentation de la taille de nodules ou de lamelles entrainera une chute de la contrainte d'écoulement et une baisse de la résistance de l'alliage à basses températures (FIG. I.12). C'est la relation d'Hall-Petch [Hall 1951, Petch 1953].

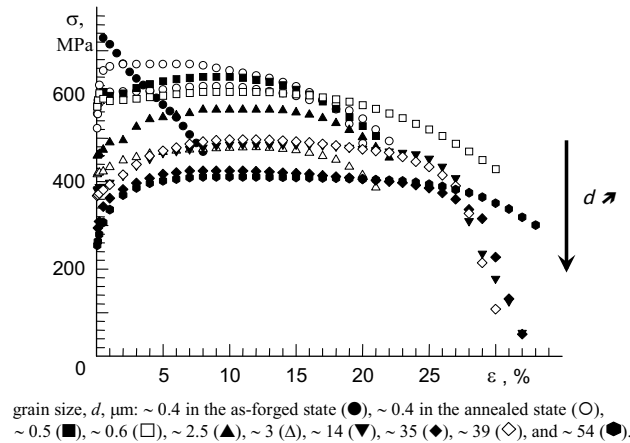


FIG. I.12 – Effet de la taille de grains sur la réponse mécanique σ – ε d'un titane pur équiaxe, d'après Salishchev et Mironov [Salishchev 2001]

Effet de la température : La hausse de la température favorise le mouvement des dislocations entrainant ainsi une baisse de la résistance de l'alliage Ti-6Al-4V [Nemat-Nasser 1999, Khan 2007, Hull 2011] (FIG. I.13). De plus, il est généralement observé une diminution de la limite d'élasticité et de la contrainte à rupture avec l'augmentation de la température [Lecomte 2000, Picu 2002]. Enfin, on peut observer une baisse de l'écrouissage entre -40°C (233 K) et 482°C (755 K).

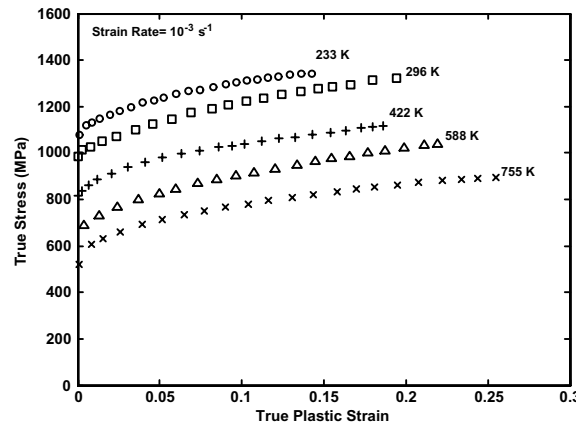


FIG. I.13 – Réponse mécanique σ – ε d'un alliage Ti-6Al-4V duplex entre -40°C et 482°C pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} , d'après Khan et al. [Khan 2007]

Effet de la vitesse de déformation : La sensibilité à la vitesse de déformation des alliages de titane à basses températures est faible mais non négligeable. Tao et al. [Tao 2015] montrent que, pour une même température, la vitesse de déformation a peu d'effet sur la contrainte d'écoulement obtenue en traction (FIG. I.14). Cela se traduit, pour une même température, par une superposition des courbes de traction issues de vitesses de sollicitations imposées différentes. Ceci est valable à 21°C (298 K), 200°C (473 K) et 400°C (673 K) mais pas à 600°C (873 K). L'effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique au-dessus de 500°C est discuté dans les paragraphes suivants.

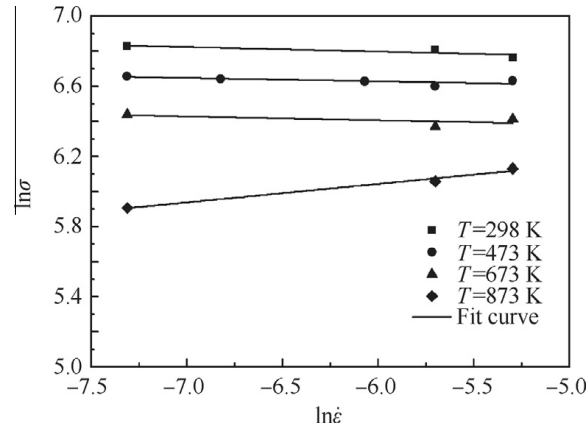


FIG. I.14 – Contrainte d'écoulement obtenue sous différentes vitesses de déformation et à différentes températures pour un alliage Ti-6Al-4V lamellaire, d'après Tao et al. [Tao 2015]

I.2.1.3 Comportement mécanique aux températures supérieures à 500°C

À hautes températures, les mécanismes de déformation principaux de l'alliage Ti-6Al-4V déterminés précédemment sont le mouvement des dislocations qui est facilité (glissement, montée et restauration) ainsi que la diffusion des atomes [Conrad 1981].

Effet de la métallurgie : Pour les très hautes températures, la proximité du transus β fait que la phase α n'est plus prédominante. Par exemple à 950°C, pour l'alliage Ti-6Al-4V, certains auteurs [Cope 1986, Elmer 2005, Lonardelli 2007] obtiennent une fraction de phase α de 24% environ. La contribution de la phase β , alors présente à 76%, sur le comportement mécanique ne peut plus être ignorée quand la température est proche du transus β . Des mécanismes particuliers en lien avec la plasticité de la phase β , sont alors activés à hautes températures. La réponse mécanique obtenue est présentée en sous-section suivante.

Comportement mécanique en traction : Le comportement mécanique des alliages de titane a été largement étudié par de nombreux auteurs notamment en ce qui concerne la mise en forme à chaud [Weiss 1999, Semiatin 2001, Li 2002, Majorell 2002, Seshacharyulu 2002, Chumachenko 2005, Duan 2007, Li 2007, Odenberger 2008, Li 2009, Fan 2011, Jia 2011, Qu 2012, Zhang 2012, Banerjee 2013, Roy 2013]. Les déformations alors obtenues sont largement supérieures à celles de cette étude qui sont de l'ordre du pourcent (dilatation thermique moyenne de la pièce lors du traitement thermique).

Effet de la microstructure : La microstructure, à hautes températures, a également une influence sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V avec des mécanismes différents de ceux à basses températures. Une augmentation de la taille des nodules α à basses températures entraîne une chute de la résistance de l'alliage. Aux hautes températures, c'est l'inverse. En effet, des nodules plus fins favorisent les mouvements de dislocations et la diffusion aux joints de grains/nodules. La plasticité est alors facilitée par les mécanismes de diffusion d'atomes proposés par Nabarro et Herring et de glissement des grains aux joints de grains proposés par Coble [Hertzberg 1996, Meyers 2009].

En revanche, la présence de lamelles fait intervenir un autre mécanisme que celui présenté pour les nodules. Précédemment (sous-section I.1.3.2), le lien entre l'épaisseur moyenne des lamelles α et leur nombre a été discuté. Il apparaît que plus elles sont fines et donc en grand nombre, plus il y a d'interfaces qui s'opposent au mouvement des dislocations renforçant ainsi l'alliage [Perdrix 1999, Gil 2001, Semiatin 2001, Kar 2006, Sui 2011, Sieniawski 2013]. La contrainte nécessaire pour atteindre une même déformation est alors plus grande quand les lamelles α sont fines (FIG. I.15).

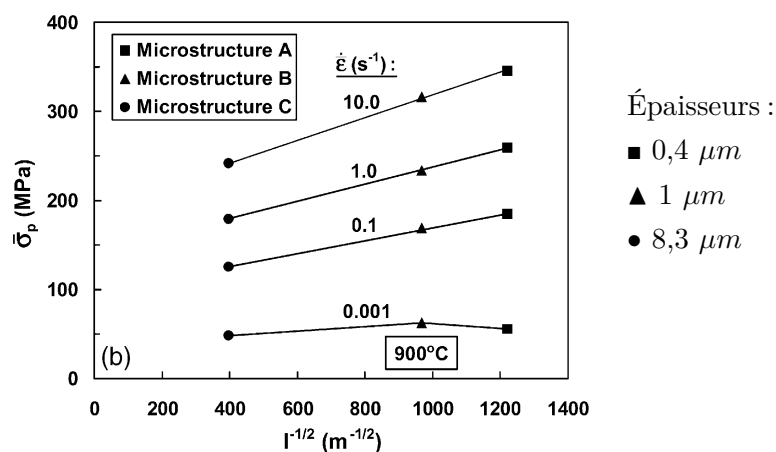


FIG. I.15 – Effet de l'épaisseur des lamelles sur la contrainte d'écoulement de l'alliage Ti-6Al-4V de microstructure complètement lamellaire à 900°C, d'après Semiatin et Bieler [Semiatin 2001]

Effet de la température : L'augmentation de la température entraîne une diminution de la contrainte (FIG. I.16). Ceci est attribué à un mouvement facilité des dislocations (glissement et montée), à des phénomènes de diffusion et à des mécanismes de type Nabarro-Herring et Coble facilités.

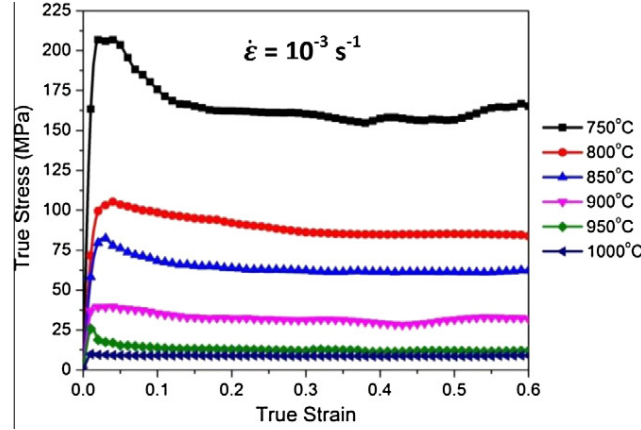


FIG. I.16 – Réponse mécanique σ - ε en compression de l'alliage Ti-6Al-4V de morphologie lamellaire entre 750°C et 1000°C pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} , d'après Roy et Suwas [Roy 2013]

Effet de la vitesse de déformation : Une sensibilité à la vitesse de déformation importante est observée par Zhang et al. [Zhang 2012] pour l'alliage Ti-6Al-4V à 700°C, entraînant une augmentation de la contrainte avec la vitesse de déformation (FIG. I.17 – (a)). Cependant, même si la vitesse de déformation a un effet important sur le comportement mécanique, son importance tend à diminuer pour une température proche du transus β [Majorell 2002, Picu 2002, Semiatin 2002, Li 2007, Fan 2011] (FIG. I.17 – (b)).

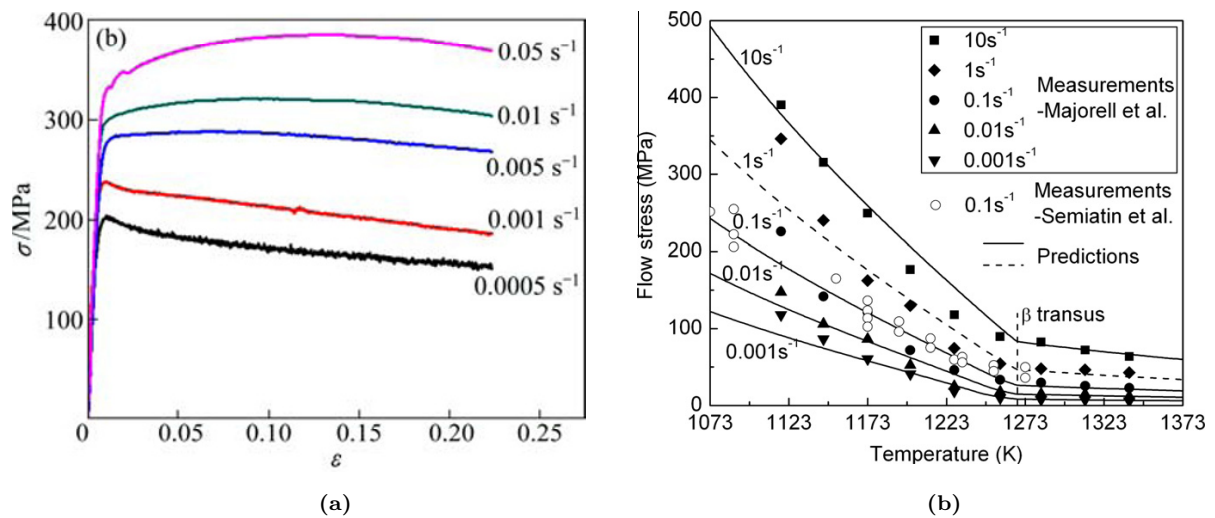


FIG. I.17 – Effet de la vitesse de déformation sur (a) la réponse mécanique à 700°C de l'alliage Ti-6Al-4V lamellaire, d'après Zhang et al. [Zhang 2012]; (b) la contrainte d'écoulement proche du transus β de l'alliage Ti-6Al-4V duplex, d'après Fan et Yang [Fan 2011]

Phénomène particulier issu de la plasticité de la phase β : Un phénomène nommé "*yield point*" apparaît à hautes températures sur certains alliages de titane pour des fractions importantes de phase β [Li 2002, Seshacharyulu 2002, Khelifa 2003, Duan 2007, Li 2007, Zhang 2008a, Li 2009, Wang 2009a, Wang 2009b, Jia 2011, Qu 2012, Roy 2013, Sheikhali 2013, Teixeira 2014, Momeni 2015, Teixeira 2016]. Il se distingue par un crochet de traction ou un pic en début de déformation plastique (FIG. I.18). Physiquement, celui-ci est lié à un "ancrage/désancrage" des dislocations dans une atmosphère de Cottrell [Cottrell 1948, Hahn 1962]. Il est observé sur les matériaux métalliques cubiques centrés (CC) [Hull 2011, Smallman 2014] comme c'est le cas de la phase β pour le titane et ses alliages. Il est alors possible de l'observer à hautes températures sur l'alliage Ti-6Al-4V quand la phase β est prédominante (FIG. I.16). Il est favorisé par certains éléments d'alliage notamment les métaux CC des colonnes V et VI de la classification périodique des éléments (V, Cr, Nb, Mo, Ta, W) [Hall 1970]. Il dépend également de la vitesse de déformation en étant présent seulement aux hautes vitesses de déformation (0,1 et 1 s^{-1}) comme illustré sur la figure I.18.

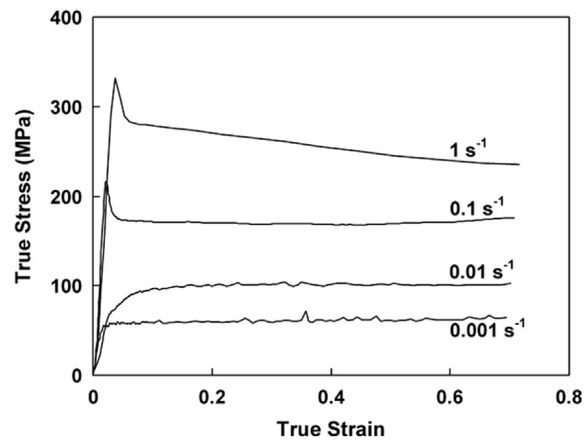


FIG. I.18 – Phénomène de *yield point* en fonction de la vitesse de déformation pour un alliage Ti-6V-6Mo-6Fe-3Al à 780°C, d'après Abbasi et al. [Abbasi 2015]

Le comportement mécanique des alliages de titane, tel qu'il vient d'être décrit, peut être influencée par la température et la vitesse de déformation. L'étude de la microstructure permet de comprendre les écarts de réponse mécanique pour un même alliage ayant subi des refroidissements différents. Cela est également important lors de la trempe d'un lopin où le refroidissement, non homogène, crée un gradient de microstructure.

I.2.2 Modélisation de la réponse mécanique en traction de l'alliage Ti-6Al-4V

La modélisation met en œuvre des équations mathématiques qui traduisent le comportement mécanique du matériau. Cela permet de relier la contrainte et la déformation avec différents paramètres physiques et/ou empiriques.

La section précédente a montré que la majorité des mécanismes de déformation des alliages de titane trouvent leurs origines dans le mouvement des dislocations ainsi que dans la diffusion des atomes. Cependant, pour les vitesses de déformation (entre 10^{-7} et 10^{-2} s^{-1}) considérées dans cette étude (sous-section I.2.1.1), le mécanisme principal de déformation est le mouvement des dislocations. C'est sur cette base que sont construites les lois de comportement qui vont être utilisées par la suite.

I.2.2.1 Mouvement des dislocations

Les dislocations sont des défauts ou des imperfections dans l'organisation de la structure cristalline des matériaux. C'est grâce à elles que la déformation plastique est possible. La modélisation du mouvement des dislocations est importante car elle sert de base à la formulation de lois de viscosité traduisant le comportement macroscopique du matériau. L'étude du mouvement des dislocations permet également de modéliser des mécanismes tel que les écrouissages isotrope et cinématique ou encore les phénomènes de type *yield point*.

À l'échelle du monocristal : La modélisation du comportement mécanique nécessite des équations d'évolution de la densité de dislocations. Elle doit être associée aux différentes interactions bloquant ou facilitant le mouvement de ces dislocations [Sandfeld 2011].

Ainsi, Orowan [Orowan 1948] relie la vitesse de déformation plastique de cisaillement avec la densité de dislocations mobiles et la vitesse de propagation de ces dislocations. Cette vitesse de propagation est fonction de la contrainte appliquée et de la résistance du réseau cristallin [Johnston 1959]. Johnston et Gilman montrent également que cette vitesse évolue sous la forme d'une loi puissance. Le domaine d'étude du comportement mécanique identifié précédemment et reporté en vert sur les figures I.11 –(a & b) montre bien qu'une loi de viscosité de type puissance ("Power Law") permet de traduire la réponse mécanique du titane et de ses alliages.

Les formulations se sont par la suite complexifiées avec l'ajout de variables internes pour tenir compte de différents phénomènes physiques intervenant à l'échelle des dislocations [Christian 1964, Zeyfang 1971, Lagneborg 1973, Okazaki 1973, Sandström 1974, Conrad 1981, Chandra 2002].

À l'échelle du polycristal : Une approche différente, suggérée par Taylor [Taylor 1938] propose de relier la contrainte de cisaillement critique, permettant le mouvement des dislocations, avec la contrainte macroscopique par un facteur M , appelé par la suite facteur de Taylor. Il devient alors possible avec la vitesse et la densité des dislocations de prédire le comportement macroscopique des polycristaux [Lagneborg 1968, Zeyfang 1971, Lagneborg 1973, Sandström 1974, Conrad 1981, David 1997, Nemat-Nasser 2001, Chandra 2002, Picu 2002, Kim 2003, Aiyangar 2005, Kim 2005, Lin 2005, Fan 2011].

Kocks, Mecking et Estrin [Kocks 1975, Kocks 1976, Mecking 1981a, Mecking 1981b, Estrin 1984, Mecking 1986, Estrin 1996] ont ensuite proposé des modèles permettant de prendre en compte l'écrouissage de l'alliage notamment le stockage et l'annihilation des dislocations sous l'effet de la déformation et de la température. D'autres auteurs [Chandra 2002, Picu 2002, Seshacharyulu 2002, Lin 2005, Bouaziz 2012, Galindo-Nava 2012, Rivera-Díaz del Castillo 2012] ont utilisé ces travaux pour modéliser l'évolution de la densité de dislocations à l'origine du comportement mécanique macroscopique des métaux.

Sur ces bases, des lois phénoménologiques ont été développées pour modéliser le comportement mécanique des matériaux en s'affranchissant des paramètres liés aux dislocations dont les effets peuvent être difficiles à quantifier.

I.2.2.2 Description phénoménologique du comportement mécanique

Les lois phénoménologiques permettent de décrire macroscopiquement le comportement mécanique d'un matériau sans nécessairement avoir besoin d'étudier le matériau à différentes échelles (mésoscopique et microscopique). Ainsi dans des conditions bien spécifiques, il est possible de prédire le comportement du matériau sans avoir recours à des paramètres physiques. Dans ce cas, la détermination des paramètres du modèle se fait simplement par minimisation de l'écart entre la contrainte (ou la déformation) calculée et celle fournie par les essais mécaniques. Cependant, quand ces conditions évoluent, cela amène généralement à un comportement mécanique plus complexe qui ne peut s'expliquer que par des évolutions microstructurales. Il est alors plus judicieux d'utiliser un ou plusieurs paramètres métallurgiques pour modéliser cette différence de comportement du matériau.

Lois rhéologiques : L'étude de la réponse mécanique à l'échelle macroscopique permet de classer les matériaux en plusieurs catégories [Lemaitre 2009] :

- les solides rigides qui sont considérés comme indéformables,
- les solides élastiques dont la déformation est réversible,
- les solides plastiques qui présentent, après sollicitation, des déformations permanentes,
- les solides "visqueux" dont le comportement dépend du temps.

À partir de ses quatre catégories il est possible de décrire, avec des lois bien spécifiques, le comportement du matériau.

L'alliage Ti-6Al-4V, comme cela a été évoqué dans les sections précédentes possède un comportement qui s'inscrit dans trois de ces catégories puisqu'il a une réponse élasto-visco-plastique. C'est à dire qu'il a un comportement réversible (élastique) jusqu'à une certaine contrainte suivi d'un comportement plastique dépendant du temps (anélastique). La limite entre les domaines élastique et anélastique est appelée surface de charge. La contribution élastique au comportement mécanique du matériau diminue avec l'augmentation de la température. La contribution anélastique à la réponse mécanique de l'alliage peut être décomposée en une part liée à la viscosité et une part liée à l'écrouissage. Comme évoqué précédemment, la viscosité de l'alliage Ti-6Al-4V est plus importante dès 500°C et augmente avec l'élévation de la température. En revanche, l'écrouissage tend à diminuer avec l'augmentation de la température. Les lois de viscosité et les lois d'évolution de l'écrouissage sont présentées dans les paragraphes suivants.

Lois de viscosité : Ces lois font intervenir une relation entre la contrainte et la vitesse de déformation, permettant de décrire la viscosité de l'alliage. Elles sont utilisées pour décrire le comportement mécanique en température issu de phénomènes thermiquement activés. Dans le cas des alliages de titane, ce type de loi est largement utilisé pour décrire la réponse visco-plastique du matériau sous différentes conditions thermiques et mécaniques [Cheong 2001, Semiatin 2002, Wang 2009a, Wang 2009b, Fan 2011, Teixeira 2014, Momeni 2015, Teixeira 2016].

Écrouissage : Lors de la déformation plastique, des défauts apparaissent dans le matériau, des dislocations sont bloquées et/ou enchevêtrées [Philibert 2002]. Ce phénomène favorise l'apparition de contraintes internes dans le matériau et influence son comportement visco-plastique. Selon le trajet de chargement mécanique (monotone ou cyclique), la réponse du matériau se traduit par différents types d'écrouissage entraînant une dilatation (écrouissage isotrope pour un chargement monotone) ou une translation (écrouissage cinématique pour un chargement cyclique) de la surface de charge [Lemaitre 2009]. Les campagnes d'essais de traction monotone, définies avec les industriels du projet TiMaS et menées durant ces travaux de thèse, ne permettent pas d'évaluer l'écrouissage cinématique de l'alliage Ti-6Al-4V. Seul l'écrouissage isotrope sera donc considéré par la suite.

Écrouissage isotrope : Il permet de prendre en compte l'histoire de la déformation plastique dans la modélisation du comportement du matériau. Pour cela, des paramètres décrivant cet écrouissage peuvent être ajoutés à la loi de viscosité. Ils sont liés à la déformation plastique du matériau [Besson 2001]. Ainsi il est possible de mieux prédire le durcissement des alliages de titane [Lin 1999, Yoshida 2000, Lin 2005, Yoshida 2008, Lemaitre 2009, Wang 2009a, Wang 2009b, Teixeira 2014, Teixeira 2016] décrit précédemment (sous-sections I.2.1.2, I.2.1.3).

Restauration : Lors d'essais à hautes températures, le mouvement des dislocations est favorisé. Celles-ci ont alors la possibilité de se réarranger en un état plus stable diminuant ainsi les contraintes internes [Fabrègue 2000, Murry 2000, Philibert 2002]. C'est ce que l'on a appelé précédemment la restauration (sous-sections I.2.1.1, I.2.1.3). L'écroutissage isotrope, qui permet de décrire de manière phénoménologique le mouvements des dislocations, voit alors son influence diminuer quand il y a une restauration. Cette restauration peut-être statique c'est à dire qu'elle dépend seulement de la température et du temps [Lagneborg 1968, Sandström 1974, Picu 2002, Lin 2005, Montheillet 2009, Wang 2009a] ou dynamique sous l'effet d'un chargement mécanique cumulé à la température et au temps [Hahn 1962, Hall 1970, Montheillet 2009]. Le terme d'écroutissage isotrope est alors modifié pour prendre en compte la restauration statique [Lemaitre 2009]. En revanche, pour la restauration dynamique, c'est généralement les lois de viscosité et d'écroutissage cinématique qui sont modifiées [Lemaitre 2009, Montheillet 2009].

I.2.2.3 Approche non-unifiée de la modélisation du comportement mécanique

Le comportement mécanique est influencé par la microstructure au travers des phases en présence et de leurs morphologies (sous-sections I.2.1.2, I.2.1.3). Pour le cas étudié, nous cherchons à modéliser le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors de la trempe d'un lopin. Un lopin est une pièce massive dont les conditions de déformation et de température au cours du temps sont différentes en chaque point du matériau lors de la trempe. Cela crée des gradients de contraintes et de microstructures dans la pièce. Ces gradients sont issus de différents mécanismes de déformation, présentés en sous-section I.2.1, qui sont associés aux phases α ou β . Pour modéliser au mieux le comportement mécanique et l'évolution microstructurale, une approche non-unifiée, prenant en compte l'apport de chaque phase sur la réponse mécanique de l'alliage, peut-être proposée.

Mécanismes associés à différentes phases : Il est commun d'associer les mécanismes à l'origine des phénomènes observés avec la ou les phases auxquelles ils sont associés [Rotters 2010, Montheillet 2012]. Pour la phase α , le mouvement des dislocations est bloqué par les interfaces α/α et α/β (sous-section I.2.1.2). Un mécanisme de durcissement par joints de grains est généralement proposé pour modéliser ce mécanisme. Pour la phase β , le phénomène de *yield point*, observé aux hautes températures, provient d'un ancrage/dé-ancrage de dislocations (sous-section I.2.1.3). Un mécanisme en lien avec les dislocations peut alors être proposé.

Durcissement par les joints de grains : Comme cela a été montré précédemment (sous-section I.2.1.2), les interfaces des nodules et des lamelles α peuvent rendre le matériau plus résistant grâce notamment à leurs interfaces avec d'autres nodules, lamelles et/ou grains qui freinent le mouvement des dislocations. Ainsi, Hall et Petch [Hall 1951, Petch 1953] ont proposé une loi reliant la taille des grains avec la contrainte

d'écoulement du matériau. Par la suite cette loi a été reprise et introduite dans les lois de viscosité sous forme d'une variable interne afin de modéliser le comportement du titane et de ses alliages [Okazaki 1973, Perdrix 1999, Nemat-Nasser 2001, Perdrix 2001, Semiatin 2001, Aiyangar 2005, Elwazri 2005, Oberson 2009, Fan 2011, Sui 2011]. Cette loi a également été généralisée pour prendre en compte le durcissement du matériau provoqué par des lamelles [Hertzberg 1996, Taleff 1996, Perdrix 1999, Perdrix 2001, Ishii 2003, Elwazri 2005].

Évolution de la densité de dislocations mobiles : Dans les alliages de titane, un phénomène de *yield point* peut apparaître aux hautes températures proches du transus β . Lors de l'adoucissement suivant le pic, la baisse de contrainte observée provient d'une augmentation de la densité de dislocations sous chargement mécanique. Sur la base des travaux de modélisation de l'évolution de la densité des dislocations mobiles à l'échelle d'un monocristal proposées par Hahn [Hahn 1962], Estrin et Mecking [Estrin 1984], Laasraoui et Jonas [Laasraoui 1991] ou encore Sandström et Lagneborg [Sandström 1974], certains auteurs ont élargi le phénomène à l'échelle d'un polycristal. Ainsi, à l'aide du facteur de Taylor, l'évolution de la densité de dislocations a été ajoutée dans la loi de viscosité permettant de modéliser le pic et l'adoucissement provoqués par le phénomène de *yield point* [Yoshida 2000, Yoshida 2008, Wang 2009a, Wang 2009b, Yoshida 2012, Teixeira 2014, Teixeira 2016].

Lois d'évolutions microstructurales associées aux mécanismes de déformation :

Il a été vu précédemment que la microstructure (morphologies de phases et tailles de celles-ci) influence le comportement mécanique. Lors de l'identification des coefficients d'un modèle de comportement non-unifié, le matériau est sollicité sous différentes conditions d'essais thermiques et mécaniques bien définies. L'objectif est de dissocier l'apport de chacun des mécanismes de déformation sur le comportement mécanique de l'alliage. Pour cela, il convient d'étudier le comportement mécanique d'un matériau pour des microstructures diverses et de proposer des lois d'évolution de la taille de nodules ou de l'épaisseur de lamelles en fonction d'une ou plusieurs conditions d'essais pertinentes [Sandström 1974, Lin 1999, Cheong 2001, Gil 2001, Katzarov 2002, Semiatin 2003, Roters 2010, Fan 2011, Teixeira 2014, Teixeira 2016]. Cela permet d'obtenir un modèle plus robuste, capable de prédire le comportement sur une gamme de conditions de temps/température et temps/déformation plus importante.

Loi des mélanges de phases : Dans un matériau multiphasé, chaque phase possède un comportement mécanique particulier (sous-sections I.2.1.2, I.2.1.3). Ainsi, en général, on considère que les tenseurs des contraintes et/ou des vitesses de déformation sont différents pour chaque phase [Montheillet 2012]. Une loi de viscosité peut être établie pour chaque phase avec éventuellement des mécanismes de déformation et

d'écrouissage différents [Molinari 1997, Semiati 2001, Picu 2002, Semiati 2002, Semiati 2003, Teixeira 2014, Teixeira 2016]. Dans le cas des alliages de titane par exemple, Teixeira et al. considèrent une loi d'écoulement visco-plastique associée à un critère de charge propre à chaque phase [Teixeira 2014, Teixeira 2016]. Les fractions de phases sont généralement utilisées pour pondérer la contribution sur le comportement mécanique du matériau des mécanismes associés à chacune des phases [Montheillet 2012]. Ainsi, une loi des mélanges peut-être proposée pour déterminer la contrainte ou la vitesse de déformation globale de l'alliage à l'aide des valeurs des contraintes/vitesses de déformation calculées pour chaque phase et dont la participation à la réponse mécanique de l'alliage est pondérée par les fractions de phases.

Une approche macroscopique purement phénoménologique est généralement la plus simple à mettre en œuvre. Elle facilite l'identification des paramètres du modèle et assure des temps de calculs raisonnables à l'échelle d'une pièce industrielle. Cependant, dans certains cas, l'introduction de paramètres microstructuraux est nécessaire pour modéliser plus fidèlement le comportement mécanique. Ces paramètres peuvent être issus d'observations et d'analyses justifiant ce choix.

I.3 Conclusions partielles

Cet état de l'art a permis d'étudier l'alliage Ti-6Al-4V au travers des relations entre sa microstructure et ses propriétés mécaniques. Cette recherche donne la possibilité, par la suite, d'exposer les principaux aspects utiles à la modélisation du comportement thermomécanique de cet alliage lors de la trempe en étudiant plusieurs vitesses de refroidissement.

Métallurgie de l'alliage Ti-6Al-4V

Comme évoqué précédemment, l'alliage Ti-6Al-4V peut présenter deux structures cristallographiques : la phase α qui est hexagonale pseudo-compacte et la phase β qui est cubique centrée. Lors d'un traitement thermique ces phases peuvent apparaître sous différentes morphologies tels que des grains, des nodules, des lamelles et des aiguilles. Les structures alors formées peuvent être lamellaire, équiaxe ou duplex.

La présence de ces morphologies et leurs dimensions dépendent beaucoup des cinétiques de transformation lors de la trempe. Ainsi, une trempe rapide ne permettra pas la diffusion des atomes nécessaire pour la transformation diffusive $\beta \rightarrow \alpha$. On obtiendra alors de la martensite (métastable) formée par cisaillement et beaucoup plus fine.

Les diagrammes TTT et TRC sont d'une grande utilité pour anticiper les taux de transformation de phases en fonction de la température et du temps lors d'une trempe. Cependant, ces diagrammes sont différents suivant les auteurs. Il est donc nécessaire, dans le cas d'une étude microstructurale approfondie, de réaliser des observations par microscopie pour quantifier les fractions de phases et pour analyser leurs morphologies.

Comportement mécanique en traction de l'alliage Ti-6Al-4V

L'étude des origines du comportement mécanique permet de déterminer deux domaines de températures où les mécanismes de déformation sont différents. Pour les températures inférieures à 500°C, le mécanisme principal est le glissement des dislocations. Aux températures supérieures à 500°C, c'est le mouvement (glissement, montée, restauration) des dislocations et la diffusion des atomes qui sont les mécanismes de déformation prédominants.

D'un point de vue microstructural, la phase α est la phase ductile de l'alliage Ti-6Al-4V. Les interfaces de cette phase avec elle-même ou avec une autre phase sont des freins au mouvement des dislocations, ce qui augmente la résistance de l'alliage. Ainsi, plus il y a d'interfaces, plus l'alliage est résistant. Il faut noter que le nombre de ces interfaces provient du traitement thermique effectué. La phase β semble en revanche plus résistante que la phase α . Aux hautes températures, celle-ci est le siège d'un ancrage/déancrage des dislocations à l'origine du phénomène de *yield point*.

Les effets de la température et de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique ont également été exposés. Ainsi, une augmentation de la température entraînera une baisse de la résistance mécanique de l'alliage. La vitesse de déformation a une influence significative sur le comportement mécanique de l'alliage aux températures supérieures à 500°C.

Modélisation du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V

Pour modéliser le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V, une approche physique et une approche phénoménologique ont été présentées.

L'approche physique est basée sur le mouvement des dislocations qui est le mécanisme principal de déformation de l'alliage Ti-6Al-4V. Ainsi, la résistance et la viscosité du matériau peuvent être prédites. Il est également possible de modéliser des phénomènes tels que le stockage et l'annihilation des dislocations associés respectivement à l'écrouissage et à la restauration.

L'approche phénoménologique propose de décrire le comportement macroscopique de l'alliage en s'affranchissant de paramètres métallurgiques. L'identification des paramètres est facilitée. Ce type d'approche permet d'intégrer des paramètres physiques dans la loi de comportement. L'intérêt étant alors de relier le comportement mécanique avec des paramètres physiques observés ou issus de littérature (fraction de phases, taille de grains, densité de dislocations...). Le modèle peut alors être plus à même de prendre en compte des trajets de chargements thermomécaniques complexes. Cela nécessite souvent des essais supplémentaires pour que le modèle soit valide sur des gammes de températures, de vitesses de déformation et de refroidissement importantes.

L'approche non-unifiée offre la possibilité d'associer chaque mécanisme de déformation ou chaque phénomène observé avec des paramètres physiques et microstructuraux pertinents. Des lois d'évolutions sont généralement proposées pour relier ces paramètres avec des conditions thermiques et mécaniques appropriées permettant ainsi une meilleure reproduction de la réponse mécanique du matériau. Ces lois d'évolution sont ensuite souvent ajoutées aux lois de viscosité des phases dont les phénomènes modélisés sont issus. Une loi de mélange est alors proposée pour pondérer la contribution au comportement mécanique de chacune des phases présentes.

Chapitre II

Matériau, expérimentations et méthodes d'analyses

Sommaire

II.1 Matériau de l'étude	37
II.1.1 Traitements thermomécaniques et microstructures associées	37
II.1.1.1 Procédé industriel	37
II.1.1.2 Évolution microstructurale lors du traitement thermique étudié . . .	38
II.1.2 Anisotropie du lopin	39
II.1.2.1 Hétérogénéité microstructurale	40
II.1.2.2 Hétérogénéité de la réponse mécanique	42
II.2 Prélèvement des éprouvettes et essais mécaniques	43
II.2.1 Prélèvement des éprouvettes de caractérisation du comportement mécanique	43
II.2.1.1 Localisation et marquage des éprouvettes prélevées dans le lopin . .	43
II.2.1.2 Éprouvettes utilisées	44
II.2.2 Essais mécaniques en température	45
II.2.2.1 Matrice d'essais	45
II.2.2.2 Essais mécaniques avec traitement thermique in-situ	46
II.2.2.3 Moyens d'essais utilisés et mis en place	48
II.3 Analyses microstructurales	50
II.3.1 Préparation métallographique et observations	50
II.3.2 Analyse d'images	51
II.3.2.1 Quantification des phases	51
II.3.2.2 Mesure de dimensions caractéristiques des phases	52
II.3.3 Influence d'une analyse post-mortem de la microstructure sur les résultats obtenus	52
II.3.3.1 Influence de la trempe forcée sur les observations post-mortem . . .	53
II.3.3.2 Effet du temps de maintien en température sur la microstruture observée	54

II.4 Dilatation thermique	56
II.4.1 Dilatométrie	56
II.4.2 Extensométrie	56
II.5 Conclusions partielles	57

Ce chapitre présente le matériau de l'étude ainsi que le procédé industriel considéré. L'état de l'art (chapitre I) a montré des évolutions de la morphologie des phases α et β et du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors d'un refroidissement depuis les hautes températures. Pour étudier et quantifier ces évolutions, des essais mécaniques représentatifs du procédé industriel ont été développés et des techniques de préparation, d'observations et d'analyses de la microstructure ont été utilisées. Ils sont exposés dans ce chapitre.

II.1 Matériau de l'étude

Le matériau étudié provient d'un lopin forgé de l'alliage Ti-6Al-4V de dimensions $\phi 240 \times 240$ mm dans lequel ont été prélevées des éprouvettes de caractérisation mécanique. La température de transus β de l'alliage est de 1000°C [Aubert & Duval 2012]. Sa composition chimique, mesurée par spectroscopie d'émission optique à source étincelle, est donnée dans le tableau II.1. La mesure est effectuée sous vide partiel, ce qui ne permet pas de déterminer la quantité d'oxygène présente dans l'alliage [Meilland 2005].

Ti	Al	V	Fe	Nb	Si	Cr	Cu	Ni	Pd	Mo	Co	C	B
%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
88,98	6,395	4,282	0,156	410	280	180	180	130	120	110	110	72	29

TAB. II.1 – Composition chimique de l'alliage Ti-6Al-4V mesurée par spectroscopie d'émission optique à source étincelle

Le traitement thermomécanique subi par l'alliage Ti-6Al-4V lors du procédé industriel va être présenté dans cette section. De plus, une étude sur l'homogénéité du lopin reçu sera présentée.

II.1.1 Traitements thermomécaniques et microstructures associées

Les traitements thermiques et mécaniques, appliqués à l'alliage Ti-6Al-4V, permettent l'obtention d'un produit semi-fini ainsi que le contrôle de sa microstructure en terme de morphologie de phases (sous-section I.1.3.2).

II.1.1.1 Procédé industriel

Le procédé industriel, réalisé par Aubert & Duval se décompose en trois étapes (FIG. II.1) :

- le forgeage,
- le matriçage,
- le revenu de détensionnement.

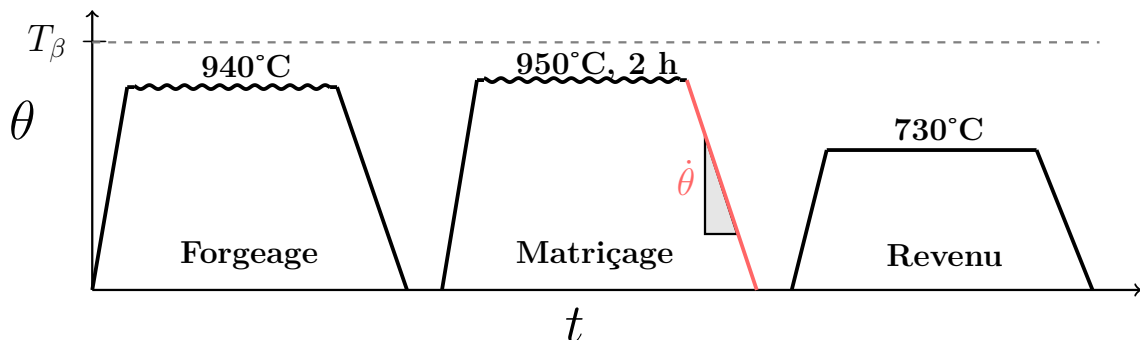


FIG. II.1 – Traitement thermomécanique industriel

Forgeage : Le matériau est mis en forme dans le domaine $\alpha+\beta$. La haute température de traitement permet de déformer plus facilement la matière afin d'obtenir un lopin. La microstructure après refroidissement est de morphologie équiaxe. Les mesures de fraction de phases effectuées montrent que la microstructure est composée de 82% de phase α et de 18% de phase β (FIG. II.2 – (a)). Le lopin fourni par Aubert & Duval est issu de cette première étape.

Matriçage : Le lopin est mis en forme dans le domaine $\alpha+\beta$ pendant 2 heures. Cela permet d'obtenir un produit semi-fini. Dans le cas étudié, la nervure 3 du mât moteur de l'Airbus A320 est considérée. Le traitement est effectué à 950°C afin d'obtenir la microstructure souhaitée. Il s'agit d'une microstructure équiaxe, composée de nodules α et d'un liseré de phase β . Lors du refroidissement, des lamelles α_{II} vont germer et croître. La microstructure obtenue en fin de refroidissement est de morphologie duplex. Les mesures effectuées par analyse d'images donnent une composition de phases de 18% pour la phase β et de 82% pour la phase α (FIG. II.2 – (b)).

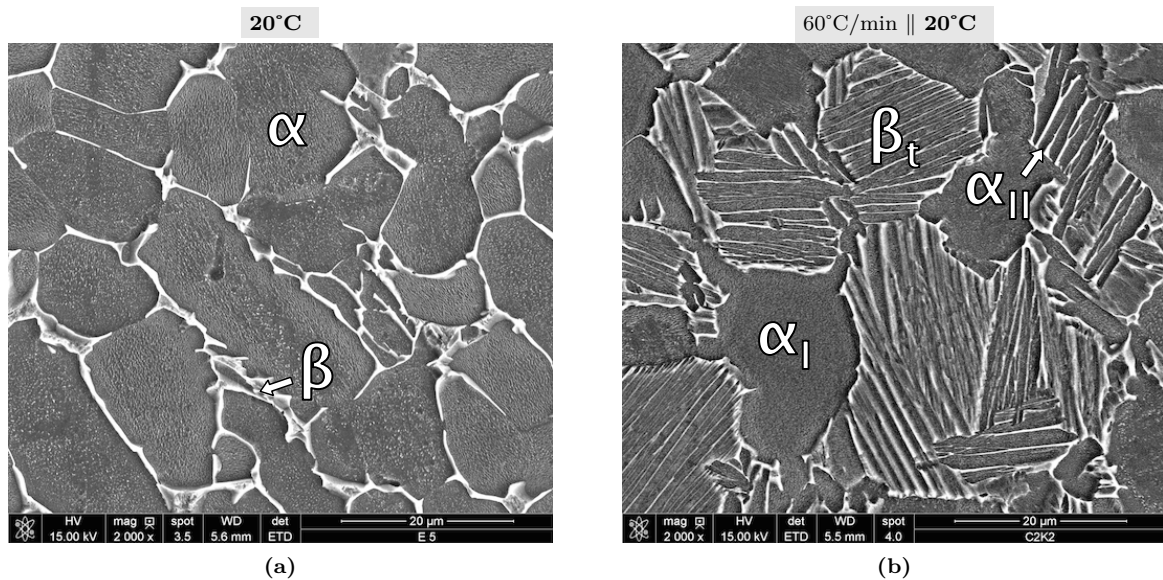


FIG. II.2 – Microstructures de l'alliage Ti-6Al-4V : (a) après forgeage, (b) après traitement thermique équivalent en temps et en température au matriçage et refroidissement à 60°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

Revenu : Cette étape permet un détentionnement par restauration statique du matériau. Elle a pour objectif de baisser les contraintes résiduelles.

II.1.1.2 Évolution microstructurale lors du traitement thermique étudié

Dans le cadre du projet FUI TiMaS, il a été décidé d'étudier particulièrement l'étape de refroidissement à l'issue de l'opération de matriçage. En effet, c'est au cours de cette étape du procédé que les contraintes résiduelles apparaissent en raison de forts gradients

thermiques générés dans la pièce pouvant influencer la morphologie des phases en présence. L'influence du gradient thermique a fait l'objet d'une étude sur des éprouvettes technologiques et d'une modélisation par éléments finis menées par des partenaires du projet [Abrivard 2015, Forestier 2016]. Cette partie ne sera donc pas développée ici.

L'évolution microstructurale provoquée par l'étape de matriçage est présentée sur la figure II.3. La microstructure initiale issue de l'étape de forgeage est équiaxe (1), composée de nodules α et d'un liseré de phase β tel que cela est présenté sur la figure II.2 – (a). Durant le chauffage, les grains β grossissent au détriment des nodules α (2). Le maintien à 950°C pendant 2 heures permet de faire croître les grains β . La microstructure avant refroidissement est équiaxe (3). Elle est composée d'une phase α et d'une phase β à haute température (β_{HT}). Lors du refroidissement, cette phase β_{HT} va se transformer en une structure dite β_t qui est composée des phases α et β . La phase α germe et croît sous la forme de lamelles nommées α_{II} dans la phase β tel que : $\beta_{HT} \rightarrow \beta_t = \beta + \alpha_{II}$. Les nodules α présents avant refroidissement sont alors nommés nodules α_I pour les différencier des lamelles α_{II} . La vitesse de refroidissement pilote l'épaisseur des lamelles. Un refroidissement rapide créera des lamelles α_{II} plus fines (4.1). Un refroidissement lent créera des lamelles plus épaisses et moins nombreuses (4.2).

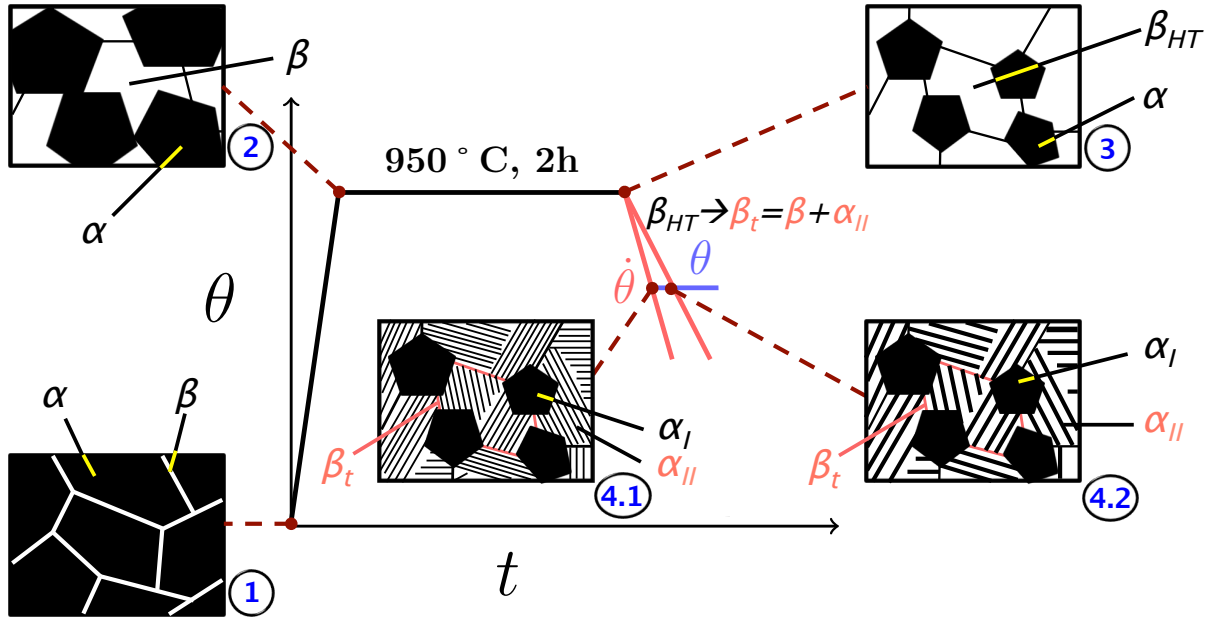


FIG. II.3 – Évolution de la microstructure lors du traitement thermique de l'étape de matriçage

II.1.2 Anisotropie du lopin

Le lopin est une pièce massive. Le refroidissement après l'étape de forgeage entraîne une évolution de la température différente en chaque point du lopin. Cela peut induire des évolutions microstructurales différentes qui peuvent influencer significativement le comportement mécanique local du matériau. L'état microstructural (phases et morphologies)

et la réponse mécanique du lopin forgé ont alors été analysés. Des éprouvettes ont été prélevées dans le lopin forgé en amont de l'étape de matriçage.

II.1.2.1 Hétérogénéité microstructurale

Pour étudier l'hétérogénéité microstructurale du lopin, deux zones, deux directions de prélèvement et deux grossissements sont considérés. Les échantillons observés ont été prélevés sur le disque supérieur N du lopin, au centre et sur le pourtour tel que cela est présenté sur la figure II.4 – (a). Au centre, la microstructure a été observée dans la direction longitudinale (D5) et dans la direction transverse (E5). Sur le pourtour, elle a été étudiée dans la direction transverse (E1). Les images obtenues par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage (MEB) sont présentées sur les figures II.4 et II.5.

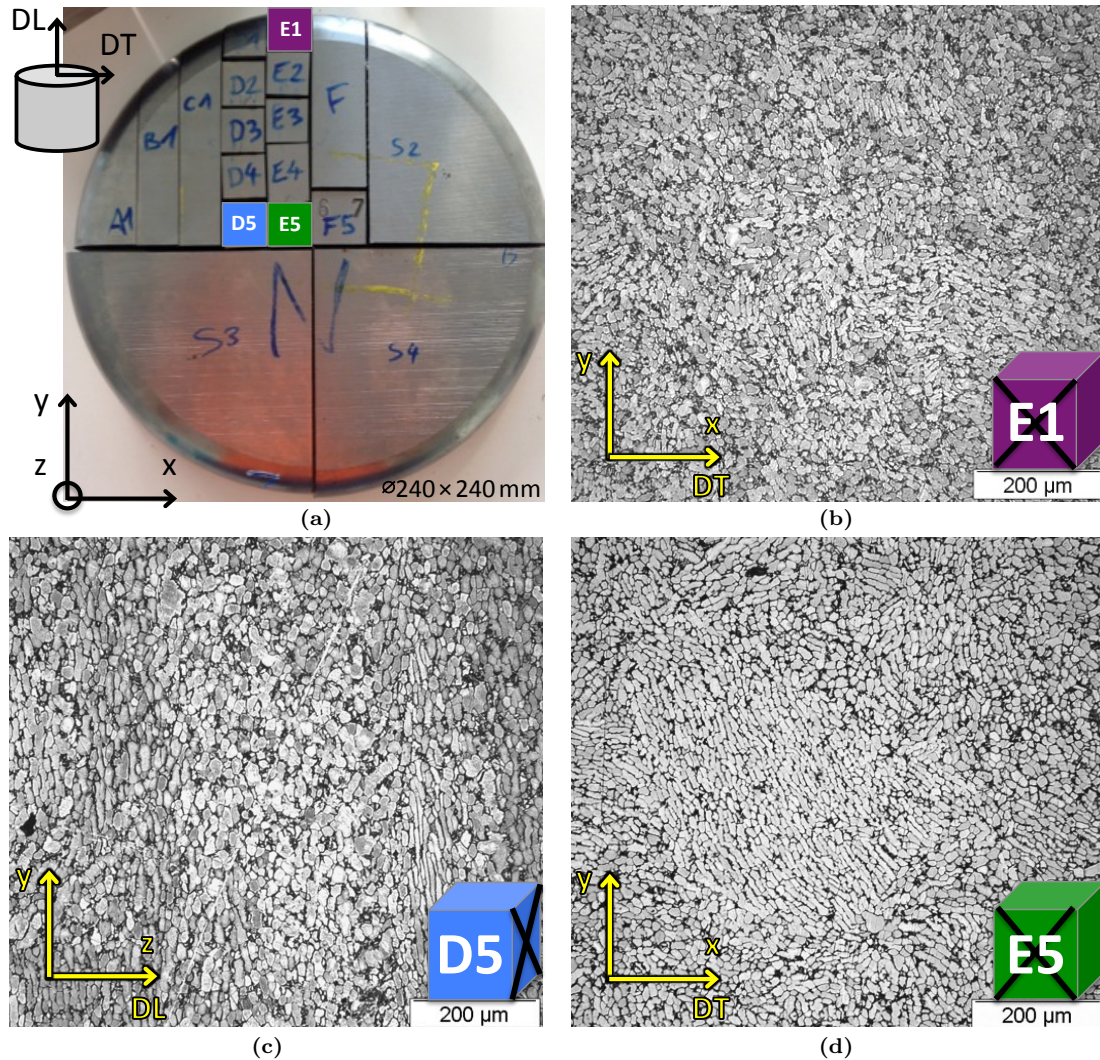


FIG. II.4 – Étude de l'hétérogénéité microstructurale du lopin : (a) Échantillons prélevés dans le disque supérieur N dans les directions (b & d) transverse (E1, E5) et (c) longitudinale (D5) [attaque Kroll | Microscope Optique | $\times 100$]

Avec les observations au microscope optique à faible grossissement (FIG. II.4), on peut observer du fibrage au centre du lopin. Dans la direction d'observation longitudinale (D5) les nodules sont allongés dans la direction préférentielle *DL* formant des colonies de nodules plus ou moins déformées. Dans la direction transverse (E5), des amas de nodules sont observés. Ils correspondent sûrement au fibrage observé dans la direction *y*. Sur le pourtour du lopin (E1), les nodules sont allongés sans direction préférentielle.

Les observations au MEB (FIG. II.5) montrent une légère différence dans l'arrangement des nodules suivant une direction préférentielle entre D5 et E5. Les nodules sur le pourtour du lopin (E1) semblent cependant plus déformés qu'au centre (E5) où l'écoulement de la matière, lors du forgeage, est généralement plus faible. Il est cependant difficile de quantifier clairement l'hétérogénéité microstructurale à cette échelle.

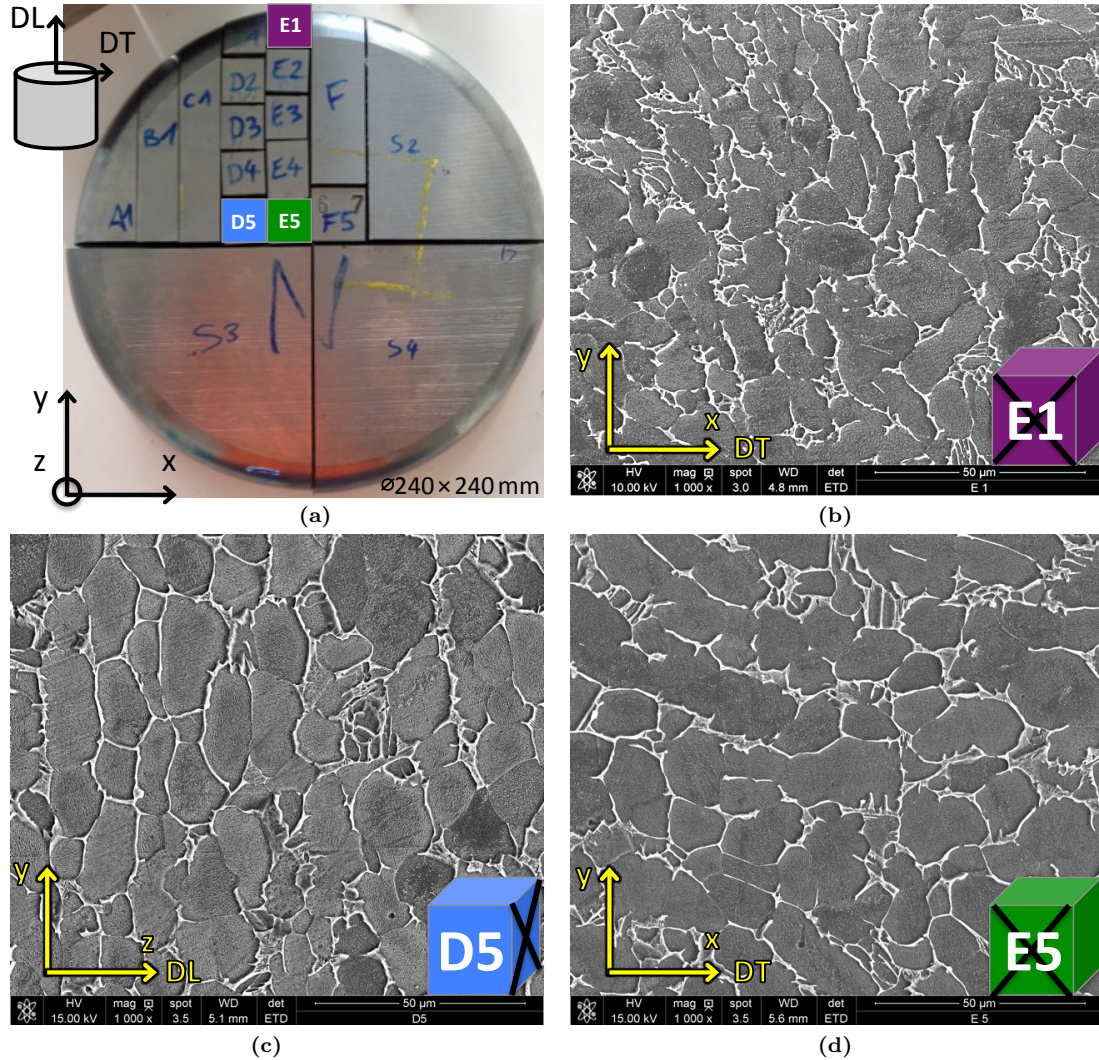


FIG. II.5 – Étude de l'hétérogénéité microstructurale du lopin : (a) Échantillons prélevés dans le disque supérieur N dans les directions (b & d) transverse (E1, E5) et (c) longitudinale (D5) [attaque Kroll | MEB | $\times 1000$]

II.1.2.2 Hétérogénéité de la réponse mécanique

Pour étudier l'impact de l'étape de forgeage sur la réponse mécanique, le module d'élasticité est mesuré sous chargement imposé (dans le domaine élastique) sur chaque éprouvette prélevée dans la direction longitudinale avant de réaliser le traitement thermique précédant l'essai de caractérisation mécanique (voir plus en détail la sous-section II.2.2). Les résultats sont présentés sur la figure II.6 en fonction des positions de chaque éprouvette prélevée dans la partie centrale C1 du lopin (FIG. II.7).

La majorité des résultats obtenus donne un module d'élasticité compris entre 110 GPa et 120 GPa à température ambiante. Soit une différence de 10%, ce qui est plus faible que l'erreur communément admise de 15% sur la mesure du module d'Young lors d'un essai de traction. Ainsi, il semblerait que l'hétérogénéité microstructurale n'affecte pas le comportement élastique macroscopique du matériau lors d'une sollicitation longitudinale à température ambiante.

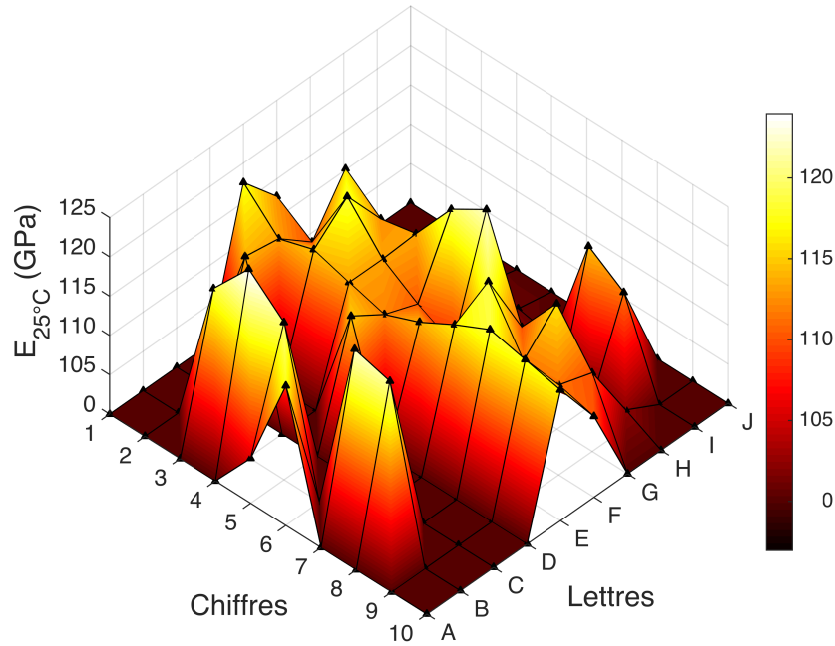


FIG. II.6 – Module d'élasticité à température ambiante après forgeage pour chaque éprouvette prélevée dans la partie centrale du lopin

De plus, les essais réalisés sur l'alliage traité thermiquement aux mêmes conditions que le matriçage (950°C / 2h) ont montré une bonne répétabilité et n'ont pas fait apparaître d'anisotropie du comportement mécanique. Les deux heures de traitement thermique doivent certainement uniformiser la microstructure et les caractéristiques mécaniques pour chaque essai. Nous considérerons donc par la suite, que la microstructure à l'état de réception du lopin n'a pas d'influence, après traitement thermique, sur le comportement mécanique et sur l'évolution microstructurale.

II.2 Prélèvement des éprouvettes et essais mécaniques

Dans cette section, le prélèvement des éprouvettes et les essais mécaniques développés permettant de caractériser le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V sous différentes conditions thermiques et mécaniques sont présentés.

II.2.1 Prélèvement des éprouvettes de caractérisation du comportement mécanique

La forme des éprouvettes et leur prélèvement dans le lopin sont exposés dans cette sous-section.

II.2.1.1 Localisation et marquage des éprouvettes prélevées dans le lopin

Les éprouvettes ont été prélevées selon les directions longitudinale et transverse du lopin. Toutefois, afin d'éviter d'éventuels effets d'hétérogénéité microstructurale qui pourraient influencer le comportement mécanique, seules les éprouvettes prélevées dans la direction longitudinale ont été utilisées dans cette étude.

Le prélèvement est effectué en trois étapes (FIG. II.7). Tout d'abord, deux disques, supérieur (N) et inférieur (S) sont découpés. Ils ont servi à l'analyse de l'hétérogénéité microstructurale du lopin présenté précédemment (sous-section II.1.2.1). Ensuite, les cylindres C1 et C2 sont séparés. Pour finir, les éprouvettes sont prélevées dans la direction longitudinale (C1) et transverse (C2).

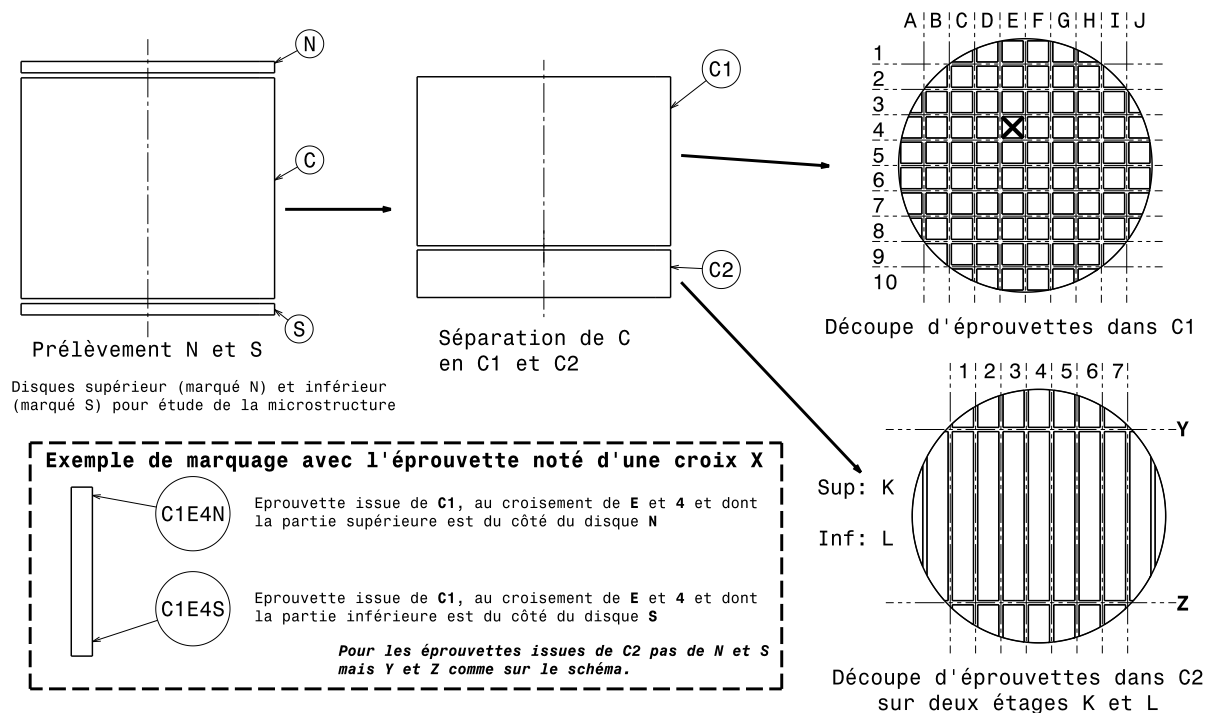


FIG. II.7 – Localisation, marquage et prélèvement des éprouvettes dans le lopin

Chaque éprouvette est numérotée en fonction de sa localisation et de sa direction de prélèvement dans le lopin. Par exemple, pour l'éprouvette marquée d'une croix sur la figure II.7, sa direction de prélèvement est C1 (direction longitudinale). Sa localisation (colonne et ligne du quadrillage) est E4. Ainsi l'échantillon pris pour exemple se nomme C1E4. Enfin, l'orientation de prélèvement ("Nord-Sud") est notée sur les parties supérieure et inférieure de l'éprouvette, respectivement N et S.

II.2.1.2 Éprouvettes utilisées

La géométrie de l'éprouvette cylindrique utilisée est présentée sur la figure II.8. Elle est utilisée pour caractériser le comportement mécanique en température de l'alliage Ti-6Al-4V. Des échantillons sont ensuite prélevés post-mortem et observés suivant une coupe longitudinale pour analyser la microstructure.

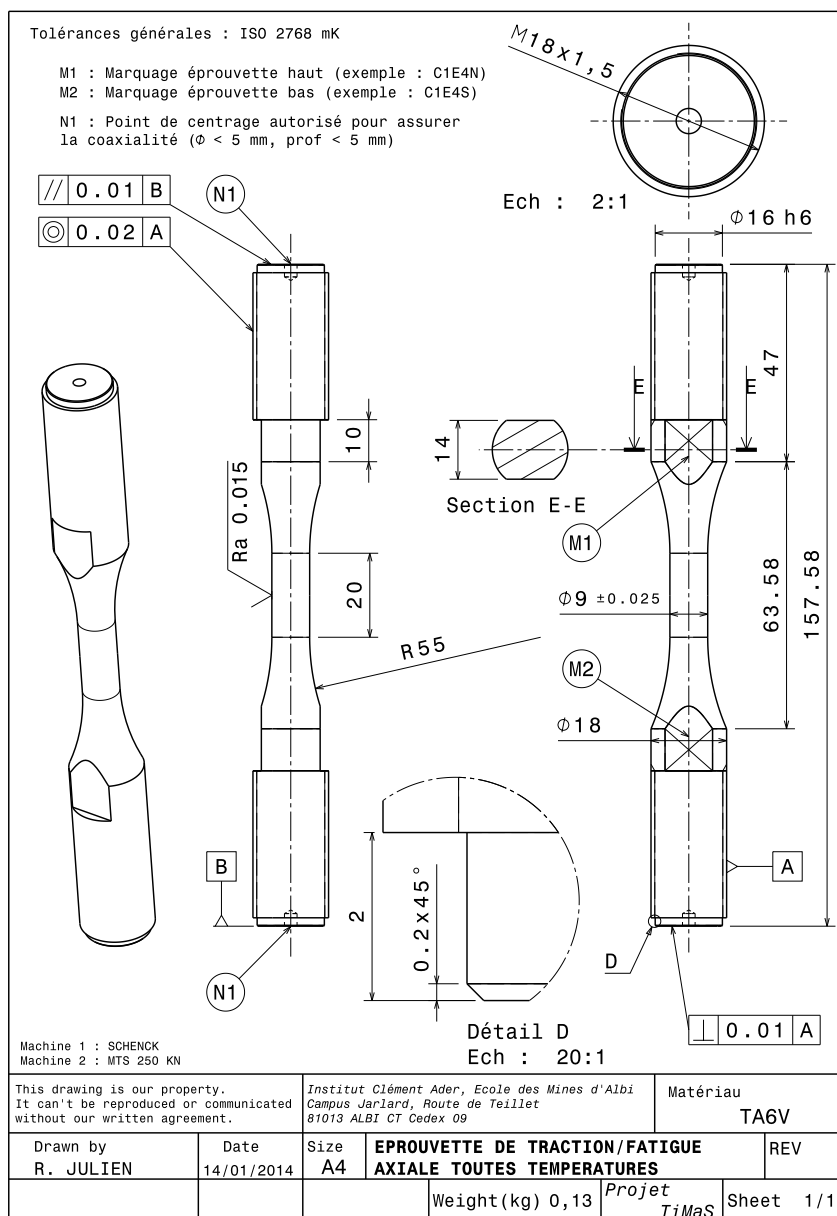


FIG. II.8 – Géométrie d'éprouvette de traction/relaxation/traction en température

La zone utile est assez grande pour assurer un faible gradient thermique lors du chauffage par induction et pour mesurer la déformation avec un extensomètre. Les têtes d'éprouvettes sont filetées pour l'amarrage dans les mors de la machine d'essais mécaniques.

II.2.2 Essais mécaniques en température

L'étude bibliographique (chapitre I) a montré que le comportement mécanique et l'évolution microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V, durant un refroidissement, dépendent principalement de trois paramètres :

- la vitesse de refroidissement,
- la température,
- la vitesse de déformation.

Une matrice d'essais a été proposée et des essais ont été développés afin de dissocier l'effet de chaque paramètre sur le comportement mécanique et l'évolution microstructurale. Une représentation schématique de ces trois paramètres est proposée sur la figure II.9. Elle sera utilisée sur les figures suivantes afin de bien identifier le paramètre étudié.

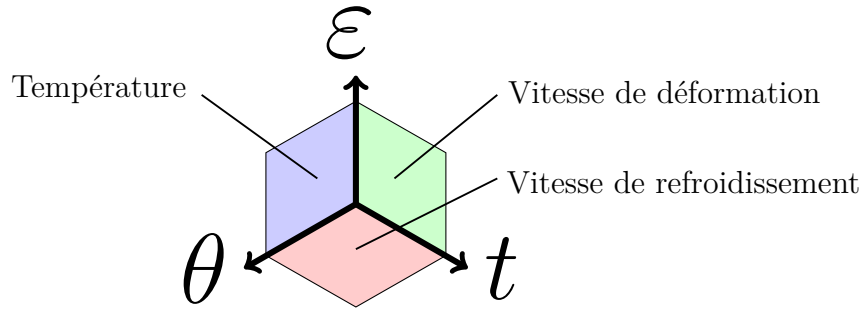


FIG. II.9 – Représentation des conditions de temps/Température et temps/Déformation étudiés lors du refroidissement suivant le matriçage

II.2.2.1 Matrice d'essais

L'étude du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale durant le refroidissement nécessite d'étudier chaque paramètre indépendamment. Ainsi, trois vitesses de refroidissement ont été étudiées :

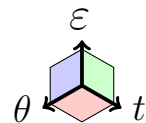
- 5°C/min pour connaître le comportement mécanique et la microstructure proche de l'équilibre thermodynamique,
- 60°C/min qui est la vitesse de refroidissement moyenne mesurée sur les pièces matriçées par Aubert & Duval,
- 200°C/min pour avoir une vitesse de refroidissement similaire à celle observée à la surface du lopin.

Neuf températures ont été considérées entre 950°C (température de traitement thermique) et 20°C pour la vitesse de refroidissement médiane (60°C/min). Pour les vitesses de refroidissement de 5 et 200°C/min, des essais aux températures de 900, 700, 500, 300 et 20°C ont été réalisés. Trois vitesses de déformation ont été analysées 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} s^{-1} ,

notamment au-dessus de 500°C où le comportement viscoplastique est très important (sous-section I.2.1.1). La matrice d'essais réalisée en fonction de ces trois paramètres est présentée dans le tableau II.2. Chaque essai est associé à une éprouvette différente dont la désignation a été présentée sur la figure II.7.

$\dot{\theta}$ (°C/min)	θ (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)		
		10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴
N/a ¹	950	C1F10	C1E7	C1E8
5	900	C1H4	C1G6	C1G9
60		C1G5		
200		C1H5		
60	800	C1F1	C1G2	C1F3
5	700	C1B4	C1E3, C1E9, C1E10	C1E4
60		C1E5		
200		C1B3		
60	600	C1F4	C1F5	C1F6
5	500	C1A6		
60		C1F7		
200		C1A5		
60	400	C1H9	C1F8	
5	300	C1I4		
60		C1E6		
200		C1I5		
5	20	C1B7	C1D2	
60		C1B8		
200		C1B5		

TAB. II.2 – Récapitulatif des essais de traction/relaxation/traction réalisés



Trois essais de répétabilité ont été effectués à 700°C à une vitesse de déformation imposée de 10⁻³ s⁻¹ sur des éprouvettes ayant subi un traitement thermique in-situ (950°C / 2h) suivi d'un refroidissement à la vitesse de 60°C/min. Le faible écart de contrainte entre chaque essai (< 5 MPa) a permis de valider l'essai mécanique développé pour cette étude.

II.2.2.2 Essais mécaniques avec traitement thermique in-situ

Pour caractériser le comportement mécanique lors du refroidissement à l'issue d'un traitement thermique donné, il faut être capable de réaliser le traitement thermique sur

1. Non applicable : aucun refroidissement n'a été réalisé.

la machine d'essais. La vitesse de refroidissement doit être finement pilotée afin d'être représentative du traitement thermique industriel. De plus, l'essai doit être semblable aux conditions de temps/température et temps/déformation subies lors du traitement thermique. Enfin, l'étude de l'évolution microstructurale lors du refroidissement nécessite de pouvoir caractériser les fractions des phases α et β ainsi que leurs morphologies à la température étudiée.

Les figures II.10 – (a & b) présentent le traitement thermique et le type d'essais mis en œuvre. Avant de réaliser le traitement thermique, une mesure du module d'élasticité est réalisée à température ambiante afin de caractériser l'hétérogénéité du lopin tel que cela a été décrit précédemment (sous-section II.1.2.2). Ensuite, l'éprouvette est chauffée à la vitesse de $100^\circ\text{C}/\text{min}$ jusqu'à 950°C puis maintenue à cette température pendant 2 heures. Le traitement thermique est équivalent à l'étape de matriçage en terme de temps et de température de traitement. Le refroidissement est ensuite contrôlé avec précision (5 , 60 ou $200^\circ\text{C}/\text{min}$) jusqu'à la température d'essai désirée. La température est alors maintenue pendant la réalisation de l'essai mécanique. À l'issue de l'essai, l'éprouvette subit une trempe forcée pour limiter l'évolution microstructurale jusqu'à la température ambiante. Le traitement thermique, le refroidissement jusqu'à la température d'essai et la trempe forcée sont réalisés sur la machine d'essai mécanique sous chargement nul. Dans la suite du manuscrit une distinction sera faite entre le refroidissement contrôlé (jusqu'à la température d'essai) et la trempe forcée (jusqu'à température ambiante et permettant de limiter l'évolution microstructurale).

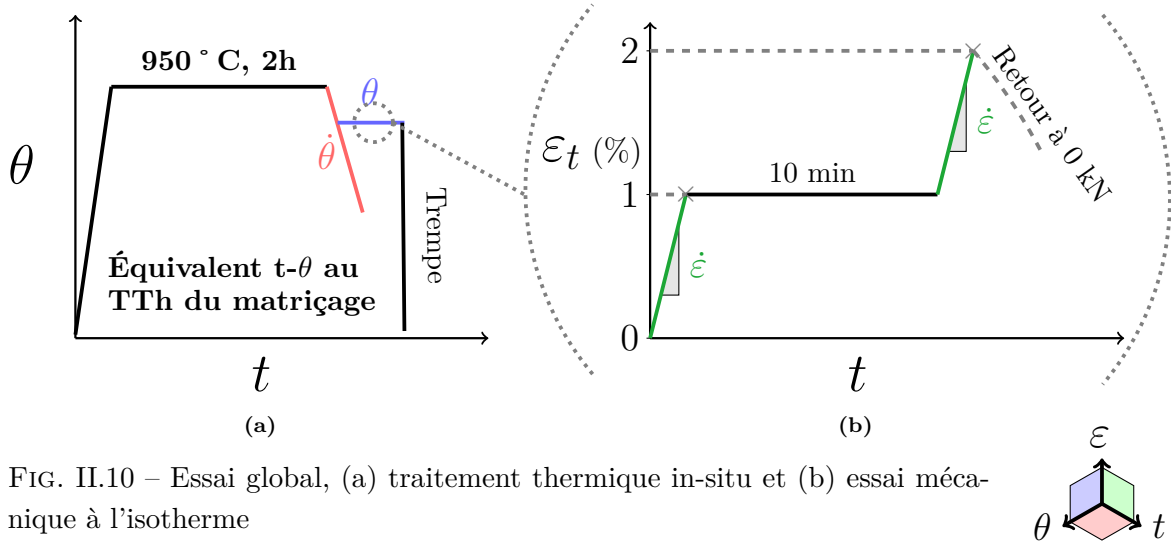


FIG. II.10 – Essai global, (a) traitement thermique in-situ et (b) essai mécanique à l'isotherme

Les simulations par éléments finis réalisées avec le logiciel *Forge*® par Aubert & Duval et les mesures de dilatométrie effectuées dans cette étude fournissent une dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V de l'ordre de 1% entre 950°C et 20°C . Les essais réalisés, pour être représentatifs du traitement thermique en terme de niveau de déformation, commencent donc par une sollicitation en traction, pilotée en déformation à la vitesse de déformation choisie, jusqu'à 1% de déformation totale. Ensuite, la déformation est maintenue à 1% pendant 10 minutes. Cette étape permet une relaxation des contraintes

visqueuses du matériau [François 2015] jusqu'à l'obtention des contraintes internes (non visqueuses). La relaxation permet également de caractériser le comportement du matériau pour de très faibles vitesses de déformation. En effet, il est possible d'atteindre des vitesses de déformation jusqu'à 10^{-7} s^{-1} lors du maintien en déformation. La dernière étape consiste en un nouveau chargement en traction à la même vitesse de déformation imposée que précédemment jusqu'à 2% de déformation totale. Celui-ci permet d'étudier une éventuelle évolution de l'écrouissage lors de la relaxation et dont l'effet serait visible lors de ce second chargement mécanique. De plus, l'éprouvette est faiblement déformée ce qui permet d'étudier par la suite la microstructure à la température d'essai. Enfin, un retour à zéro force est imposé avant la trempe forcée afin de ne pas contraindre l'éprouvette.

Pour pouvoir comparer les essais entre-eux, une remise à zéro de la base de mesure de l'extensomètre est réalisée juste avant de lancer l'essai à la température souhaitée. La dilatation thermique induite lors du traitement thermique, alors mesurée par extensométrie, est donc remise à zéro avant essai. Cela a pour effet de commencer tous les essais avec une déformation nulle. La dépendance de la base de mesure de l'extensomètre avec la dilatation thermique ne modifie que très légèrement les valeurs du module d'Young et de la déformation mesurées lors de l'essai. Par commodité, cette dépendance est négligée dans la suite du manuscrit.

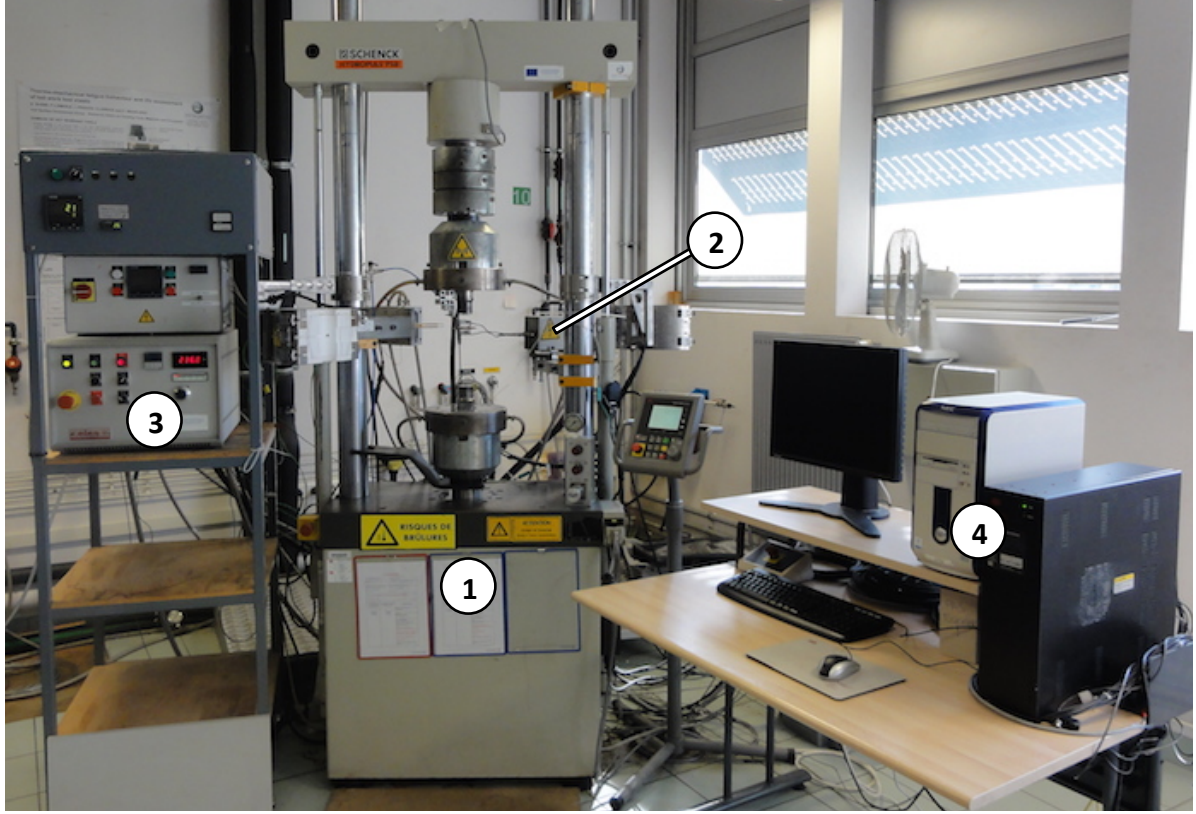
II.2.2.3 Moyens d'essais utilisés et mis en place

Les moyens d'essais développés permettent de réaliser le traitement thermique in-situ, les essais de traction/relaxation/traction ainsi que la trempe pour limiter l'évolution microstructurale du matériau. Ils sont présentés sur les figures II.11 – (a & b).

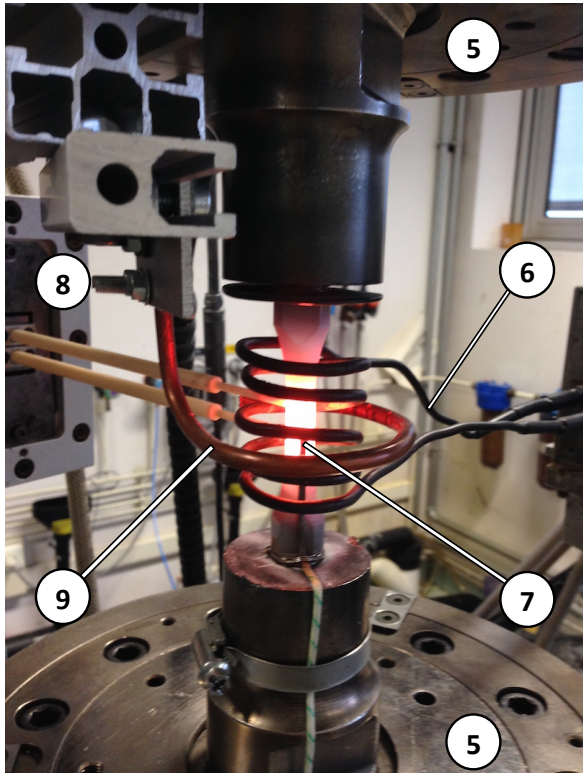
Les essais de traction/relaxation/traction ont été réalisés avec une machine hydraulique *Schenck Hydroplus PSB* de 250 kN ①. Le traitement thermique est réalisé par induction sur la machine d'essais mécaniques en raison de vitesses de refroidissement trop rapides qui interdisent l'utilisation d'un four. Le chauffage de la zone utile est donc obtenu par induction grâce à un générateur d'une puissance de 2 KW ② et d'un régulateur ③, tout deux du fabricant *CELES*. La spire d'induction ⑥ permet un chauffage uniforme de la zone utile de l'éprouvette. Elle est composée de 5 boucles. La mesure de la température de l'éprouvette est effectuée par un thermocouple de type K ⑦ soudé au centre de la zone utile. Les mors à serrage hydraulique ⑤, permettant l'amarrage de l'éprouvette, sont refroidis par un circuit d'eau. Le pilotage de l'essai mécanique est effectué par un extensomètre haute température à tiges réfractaires en alumine ayant une base de mesure de 10 mm ⑧. L'ensemble de ce dispositif est relié à un ordinateur et un boîtier d'acquisition *TestStarTM IIs* ④ qui pilotent le traitement thermique et l'essai mécanique et enregistrent les données obtenues. Les programmes d'essais sont développés à l'aide du logiciel *MTS MultiPurpose TestWare[®]*. Pour terminer l'essai, une spire avec des buses d'air ⑨ à ouverture manuelle permet la trempe forcée dont l'objectif est de "figer" l'évolution microstructurale provoquée par la chute de la température.

II.2 PRÉLÈVEMENT DES ÉPROUVETTES ET ESSAIS MÉCANIQUES

Avant le traitement thermique, un vernis céramique au nitrure de bore est pulvérisé sur l'éprouvette. Celui-ci permet de limiter l'oxydation de l'éprouvette au cours des différentes étapes de l'essai in-situ. De plus, sa très bonne conductivité thermique [Greim 2012] permet d'homogénéiser la température en surface de l'éprouvette et ainsi de diminuer le gradient thermique de la zone utile de l'éprouvette.

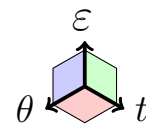


(a)



(b)

FIG. II.11 – Dispositif expérimental de l'essai de traction/relaxation en température. (a) Vue globale : (1) machine hydraulique, (2) générateur et (3) régulateur de chauffage par induction, (4) PC d'acquisition de données. (b) Vue rapprochée : (5) mors hydrauliques refroidis, (6) spire de chauffage par induction, (7) thermocouple, (8) extensomètre haute température, (9) spire de refroidissement forcé



II.3 Analyses microstructurales

La préparation, l'observation et l'analyse des phases en présence et de leurs morphologies sont exposées dans cette section.

II.3.1 Préparation métallographique et observations

À l'issue de la trempe forcée finalisant l'essai de traction/relaxation/traction présenté précédemment (sous-section II.2.2.2), une partie du centre de la zone utile est prélevée par tronçonnage afin d'étudier la microstructure dans la direction longitudinale de l'éprouvette. L'échantillon est ensuite enrobé à chaud dans une résine phénolique avant polissage.

La préparation des échantillons avant observation est réalisée suivant ces quatre étapes :

- pré-polissage à l'aide d'un disque *Cameo*[®] *Silver* et d'un liquide abrasif de 6 μm ,
 - polissage avec un disque feutre de 9 μm et un liquide abrasif de 6 μm ,
 - polissage final avec un feutre de finition et une solution liquide composée de silice colloïdale (90%) et d'eau oxygénée H_2O_2 (10%),
 - attaque chimique de type Kroll pendant 30 secondes pour révéler la microstructure.
- Le réactif est composé de : 2 mL d'acide fluorhydrique (HF), 6 mL d'acide nitrique (HNO_3), 100 mL d'eau.

Les observations en microscopie optique de la microstructure sont réalisées sur un microscope inversé *Leica Reichert MEF4 M*. Il a été essentiellement utilisé pour caractériser l'homogénéité du lopin.

Le microscope électronique à balayage (MEB) *FEI Nova NanoSEM 450* est utilisé pour étudier l'évolution microstructurale lors du refroidissement. Les clichés réalisés sont employés pour quantifier les phases en présence et les dimensions caractéristiques de leurs morphologies. Le détecteur ETD (Everhart Thornley Detector), sous haute tension (15 kV), est utilisé pour capter les électrons secondaires permettant d'obtenir un contraste topographique. En effet, le réactif Kroll attaque préférentiellement la phase α . La phase β se retrouve alors en sur-épaisseur sous forme de lamelles assez fines qui réfléchissent plus d'électrons. La phase β apparaît alors plus claire sur l'image obtenue créant ainsi le contraste topographique.

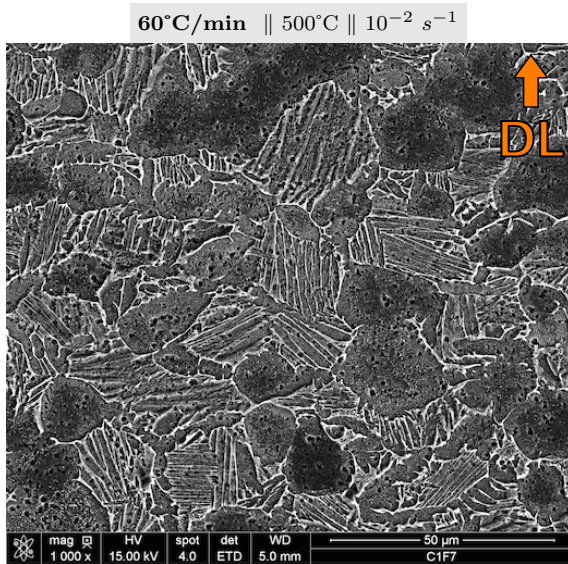
Pour évaluer les phases en présence et leurs évolutions tout au long du refroidissement, des images sont prises au MEB pour chaque température et chaque vitesse de refroidissement étudiées. Trois grossissements ($\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$) et cinq images par grossissement sont considérés afin de réaliser une étude statistique fiable. Les grossissements différents permettent de ne pas favoriser la fraction d'une phase par rapport à une autre. Par exemple pour un grossissement faible $\times 500$, la phase β est souvent mal détectée par le logiciel d'analyse d'images qui aura tendance à sur-estimer la proportion de celle-ci au détriment de la proportion des lamelles α_{II} .

II.3.2 Analyse d'images

La quantification des phases en présence et des dimensions caractéristiques de leurs morphologies est réalisée par analyse d'images. L'étude bibliographique (sous-section I.1.4) a montré que, lors d'un refroidissement depuis le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, les proportions de phases et leurs morphologies évoluent. La microstructure pouvant avoir un effet sur le comportement mécanique, son étude est nécessaire pour pouvoir, par la suite, décrire et modéliser au mieux la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V.

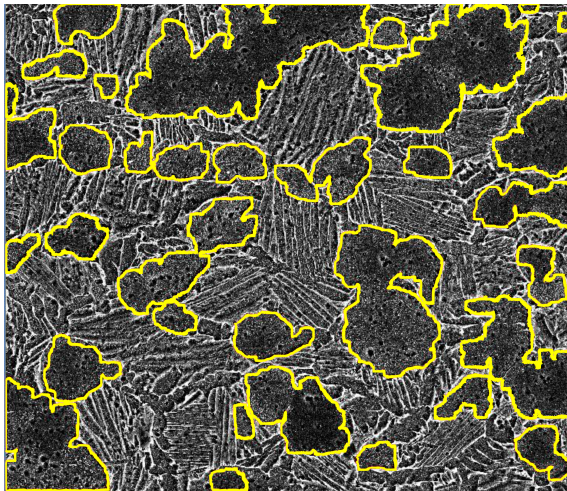
II.3.2.1 Quantification des phases

La quantification des différentes phases est réalisée via une analyse d'images avec le logiciel *Aphelion*. Des scripts spécifiques ont été développés afin de détecter les textures (échelle de gris pour le contraste topographique), les formes (nodules, lamelles) et leurs dimensions [Souchier 1991, Dubus 1998]. Cela permet de discrétiser chaque phase. Les figures II.12 – (a, b & c) présentent un exemple de détection des phases en présence.

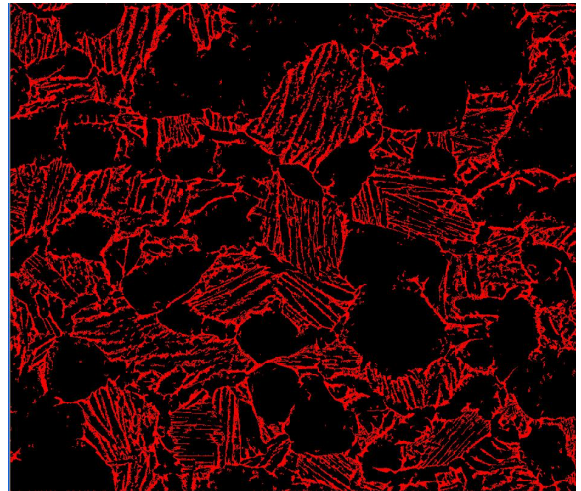


(a)

FIG. II.12 – Détermination de la proportion de phases présentes à la température d'essai et à la vitesse de refroidissement choisies : (a) image initiale ; détection de (b) la phase α de morphologie nodulaire, (c) la phase β [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



(b)



(c)

La figure II.12 – (a), par exemple, est l'image brute obtenue au MEB faisant l'objet de l'analyse. La figure II.12 – (b) présente la détection de la phase α de morphologie nodulaire α_I (contour jaune). La fraction de phase est obtenue en réglant une gamme de niveaux de gris bien spécifique pour ne pas détecter la phase β plus claire et en précisant la dimension et la forme pour ne pas détecter la phase α de morphologie lamellaire α_{II} . En modifiant les paramètres précédents il est possible de détecter la phase β (FIG. II.12 – (c)). Enfin la proportion de lamelles α_{II} est déduite des fractions de α_I et de β .

II.3.2.2 Mesure de dimensions caractéristiques des phases

Lors d'un refroidissement, l'épaisseur des lamelles α_{II} est généralement reliée à la vitesse de refroidissement car elle est fonction de la température et du temps passé aux hautes températures dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Pour notre étude, trois vitesses de refroidissement et neuf températures d'essais ont été définies. L'épaisseur des lamelles doit donc être mesurée pour chaque condition de refroidissement. Il peut être également intéressant de mesurer la taille des nodules α_I qui sont responsables d'une partie de la plasticité de l'alliage Ti-6Al-4V (sous-section I.2.1).

Les mesures d'épaisseurs de lamelles α_{II} et de tailles de nodules α_I sont effectuées par analyse d'images avec le logiciel *Olympus analySIS docu*. Celui-ci permet de mesurer la distance entre deux points sélectionnés manuellement sur l'image et d'en déterminer la longueur réelle grâce à la connaissance du grossissement et de la résolution de l'image. Les mesures des épaisseurs de lamelles α_{II} sont réalisées sur 12 grains β_t environ avec un nombre de lamelles par grains compris entre 7 et 30. L'objectif ici est obtenir un résultat statistiquement plus fiable. La taille des nodules α_I est mesurée sur une quarantaine de nodules minimum. 8 mesures de diamètre sont effectuées par nodule pour des résultats plus fiables.

II.3.3 Influence d'une analyse post-mortem de la microstructure sur les résultats obtenus

Les échantillons sont observés post-mortem à température ambiante. Outre les changements de phases et de tailles de grains/nodules/lamelles, issus du traitement thermique et du refroidissement contrôlé (sous-section I.1.4), le temps de maintien en température pour réaliser l'essai ainsi que la trempe forcée post-essai peuvent influencer la microstructure observée au MEB. Il est donc nécessaire de tenir compte de ces éventuelles évolutions afin d'évaluer au mieux la microstructure au moment de l'essai.

Nous faisons l'hypothèse qu'il n'y a pas de recristallisation dynamique induite par le chargement mécanique. En effet, la sollicitation mécanique jusqu'à 2% de déformation n'est certainement pas suffisante pour faire évoluer les différentes morphologies de phases.

II.3.3.1 Influence de la trempe forcée sur les observations post-mortem

La trempe forcée a été mise en place afin de limiter l'évolution microstructurale éventuelle qu'aurait favorisé un refroidissement lent. Cependant, les morphologies de phases et leurs dimensions peuvent quand même évoluer lors de la trempe forcée, en particulier si la trempe forcée a lieu dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ (au delà de 800°C environ, d'après Elmer [Elmer 2005]). Il est alors opportun de se demander si cette transformation favorise une phase plutôt qu'une autre et si les observations effectuées à température ambiante ne sont pas impactées par cette trempe rapide.

La vitesse moyenne de la trempe forcée est de l'ordre de 24°C/s, soit 1460°C/min. Précédemment, à l'aide d'un diagramme TRC proposé par Dąbrowski [Dąbrowski 2011b] (FIG. I.9 – (a)), nous avons remarqué qu'au delà d'une vitesse de trempe de 9,5 °C/s pour des refroidissements depuis les températures supérieures à 800°C il y a germination et croissance d'aiguilles d'une phase martensitique α' . Qu'en est-il des observations effectuées à froid ?

Pour étudier cela, il est plus simple de considérer dans un premier temps la microstructure d'un essai à 950°C qui n'a subi aucun refroidissement préalable. La littérature nous apprend qu'à cette température, la microstructure est bi-phasée ($\alpha + \beta$), avec des nodules α_I et des grains β de morphologie équiaxe. Lors d'un refroidissement classique, la phase β évolue en une structure bi-phasée $\beta_t (= \alpha_{II} + \beta)$. Lors d'une trempe forcée, la microstructure obtenue est présentée sur la figure II.13 – (a). En plus de la présence des nodules α_I , l'alliage répond, à cette trempe rapide, par la germination d'une phase de morphologie lamellaire. Il est possible que ce soit de la martensite α' ou une structure bi-phasée β_t avec des lamelles α_{II} fines. Cependant une analyse par diffraction des rayons X n'a pas permis de confirmer ou d'infirmer une de ces hypothèses. La trempe forcée a donc un effet sur l'évolution microstructurale à 950°C. La structure β_t observée à température ambiante correspond à la phase β présente à 950°C avant la trempe.

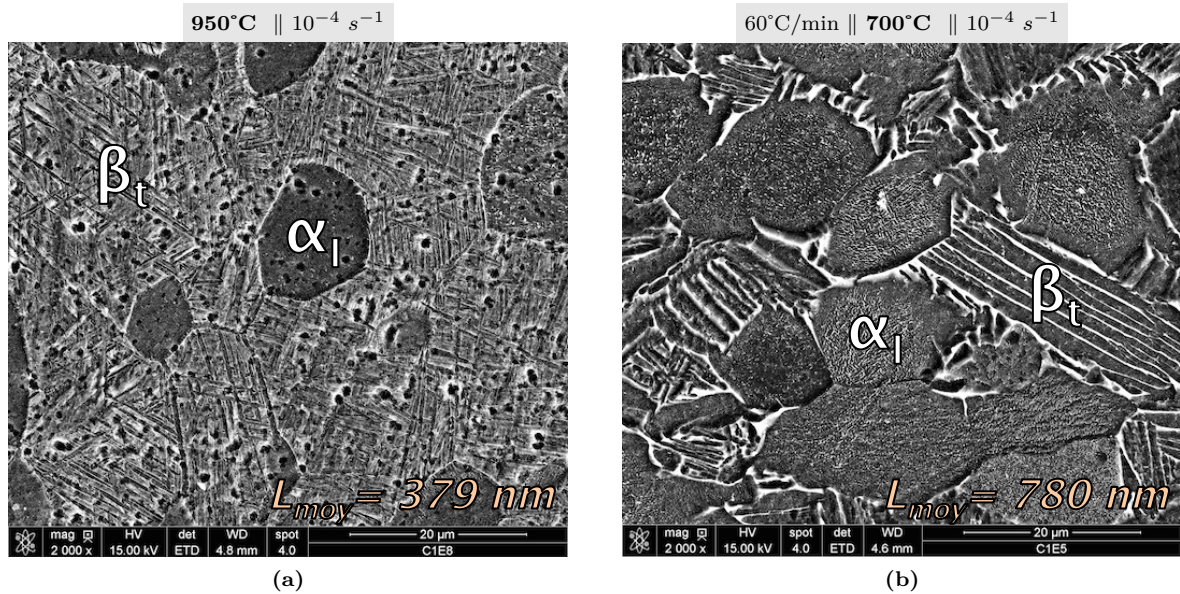


FIG. II.13 – Effet de la trempe rapide sur la microstructure : (a) 950°C, (b) 700°C [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

Cette observation est à confronter à un essai ayant subi un refroidissement préalable comme par exemple un refroidissement à 60°C/min suivi d'un essai mécanique à 700°C (FIG. II.13 – (b)). Les lamelles résultantes du refroidissement contrôlé sont plus épaisses (780 nm contre 379 nm pour l'essai à 950°C) en raison d'un temps long nécessaire pour atteindre 700°C à la vitesse de 60°C/min (4 min contre 0,17 min pour l'essai précédent). La trempe rapide administrée au matériau, ne semble pas créer de nouvelles lamelles. La transformation de phase, initiée par le refroidissement contrôlé, était déjà terminée avant la trempe rapide. En effet, à 700°C l'éprouvette se trouve hors du domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Il n'y a donc pas de germination et de croissance de phases provoquées par la trempe rapide à 700°C.

En résumé, la trempe forcée depuis une température se trouvant dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, comme 950°C par exemple, peut faire apparaître des lamelles qui ne sont pas forcément présentes à la température d'essai. Pour les températures inférieures au domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ (exemple : 700°C), la transformation de phases est considérée comme terminée avant la trempe forcée. La trempe forcée ne fait donc pas apparaître de nouvelles lamelles.

II.3.3.2 Effet du temps de maintien en température sur la microstructure observée

La transformation microstructurale, étudiée lors du refroidissement contrôlé, est un phénomène de diffusion thermiquement activé dépendant du temps. Le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, déterminé dans le chapitre précédent, se situe entre 950°C et 820°C environ [Katzarov 2002, Sha 2009]. Cependant lors d'un maintien en température dans le domaine de transformation, pour effectuer un essai par exemple, la microstructure évolue.

Pour étudier ce phénomène, les microstructures de deux essais refroidis à 60°C/min jusqu'à 900°C sont maintenues à cette température durant des temps différents. Le premier essai, sollicité à la vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} , est arrêté à 1% de déformation totale, avant relaxation. Il passe alors 8 secondes à 900°C, comprenant la stabilisation en température ($\simeq 3 \text{ s}$), l'essai à 10^{-2} s^{-1} (1 s) et le retour à une force nulle ($\simeq 4 \text{ s}$). La microstructure obtenue est présentée sur la figure II.14 – (a). Le second essai est réalisé à la vitesse de 10^{-2} s^{-1} et il est arrêté à 2% de déformation totale, soit une durée de 609 secondes environ (stabilisation : $\simeq 3 \text{ s} \rightarrow$ chargement : 1 s $\rightarrow$ relaxation : 600 s $\rightarrow$ rechargement : 1 s $\rightarrow$ zéro force : $\simeq 4 \text{ s}$). Sa microstructure est illustrée sur la figure II.14 – (b). Il est alors observé que l'épaisseur des lamelles α_{II} est plus grande dans le cas où l'éprouvette passe plus de temps à 900°C. On s'affranchit, dans un premier temps, de la sollicitation mécanique qui peut parfois influencer les sites de germination et la croissance de lamelles α_{II} . Les déformations imposées étant faibles (2% au maximum), on peut donc faire l'hypothèse que la microstructure n'évolue pas sous l'effet d'un chargement mécanique.

Le refroidissement à $60^\circ\text{C}/\text{min}$, entre 950 et 900°C permet la germination et le début de la croissance des lamelles α_{II} . Pour l'éprouvette exposée à la température de 900°C durant 8 secondes, les lamelles sont présentes et sont très fines. Pour l'éprouvette qui a passé 609 secondes à 900°C , le temps de maintien à cette température a permis aux lamelles α_{II} de croître. Cette évolution est en adéquation avec une augmentation du taux de transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ évoquée précédemment avec les diagrammes TTT (sous-section I.1.4.3). Il y a donc une évolution de la microstructure induite par le temps d'essai, qu'il est nécessaire de considérer pour l'analyse des fractions surfaciques des phases en présence à 900°C . La trempe forcée suivant l'essai stoppe la croissance des lamelles α_{II} , mais elle peut créer des aiguilles de martensite ou des lamelles α_{II} très fines sur des sites de germination de lamelles α_{II} non utilisés. Ainsi, même en s'affranchissant de la sollicitation mécanique, il est difficile de conclure sur les phases observées post-mortem issues d'un essai à 900°C .

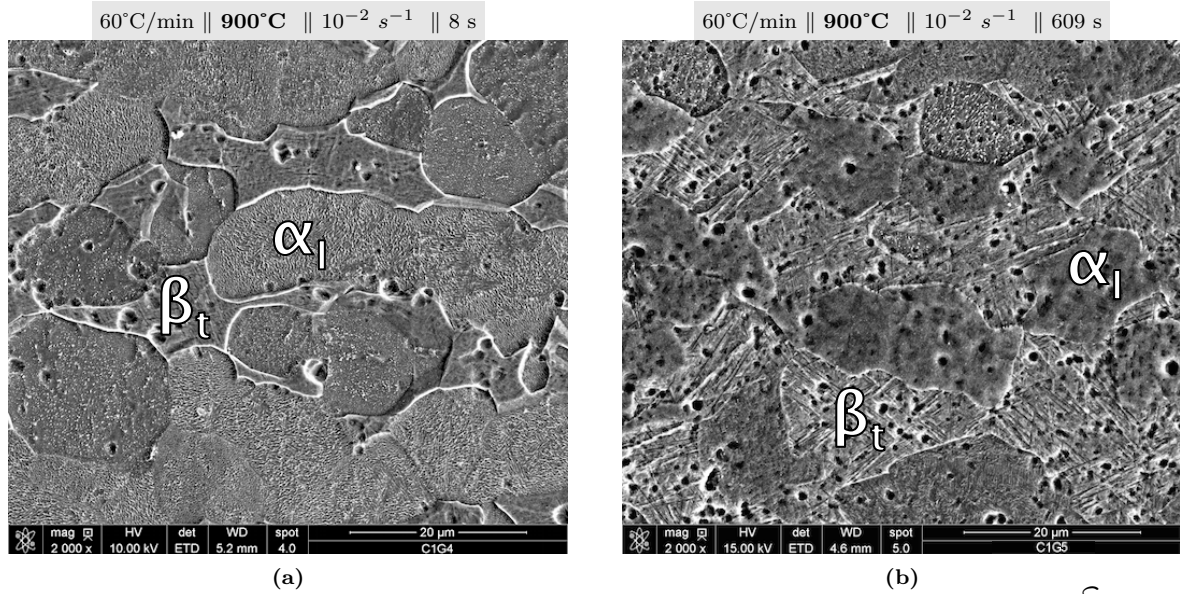
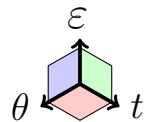


FIG. II.14 – Effet du temps de maintien sur l'évolution microstructurale à 900°C : (a) 8 s, (b) 609 s [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



Aux autres températures, cette évolution de phases durant l'essai n'est pas significative. En effet, pour les essais réalisés aux autres températures et ayant subi un refroidissement contrôlé avant l'essai ($\theta \leq 800^\circ\text{C}$), la proportion et les dimensions des morphologies de phases n'évoluent plus durant l'essai car l'éprouvette est hors du domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

En résumé, ces deux effets (trempe et temps de maintien en température), inhérents à l'essai in-situ développé, ont un impact sur les observations microstructurales post-mortem réalisées pour les essais menés dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Pour les essais réalisés à 950°C , il convient de ne pas tenir compte des lamelles observées car elles sont apparues durant la trempe forcée. Pour les essais réalisés à 900°C , il est difficile de déterminer les proportions et les dimensions des morphologies de phases présentes à cette température.

II.4 Dilatation thermique

La dilatation thermique d'un matériau solide se caractérise par une augmentation de son volume à pression constante provoquée par une augmentation de sa température. Dans notre étude, le matériau se dilate durant le chauffage et se rétracte durant le refroidissement. La dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V a été mesurée, dans la direction longitudinale de prélèvement dans le lopin, par deux méthodes : la dilatométrie et l'extensométrie.

II.4.1 Dilatométrie

Le coefficient de dilatation thermique a été mesuré grâce à un dilatomètre horizontal à poussoir *Netzsch DIL 402 C*. Des échantillons cylindriques de diamètre 6 mm et de longueur 25 mm sont utilisés pour cette campagne d'essais. Ils sont prélevés selon la direction longitudinale du lopin. Cette campagne comprend 7 essais avec des vitesses de chauffage et de refroidissement de 5, 10, 15 et 20°C/min.

La vitesse de refroidissement étant limitée par le four du dilatomètre à 20°C/min, des mesures de dilatation thermique ont également été effectuées par extensométrie.

II.4.2 Extensométrie

Les mesures par extensométrie ont permis de déterminer le coefficient de dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V à des vitesses de refroidissement jusqu'à 200°C/min (borne haute de notre étude). Une quarantaine de mesures a été réalisée.

Le système de chauffage par induction et la mesure de la déformation par extensomètre, employés pour les essais mécaniques (FIG. II.11), sont utilisés pour déterminer la dilatation thermique de l'alliage. En effet, chaque éprouvette subit un traitement thermique et un refroidissement in-situ sur la machine hydraulique de caractérisation mécanique avant un essai de traction/relaxation/traction. L'extensomètre est plaqué sur l'éprouvette avant le chauffage et le système d'acquisition enregistre les mesures de dilatation thermique données par l'extensomètre durant toutes les étapes du traitement thermique et notamment durant le refroidissement. Ce qui permet de déterminer un coefficient de dilatation thermique pour chaque essai réalisé.

II.5 Conclusions partielles

Dans ce chapitre, le matériau de l'étude a été présenté. Les essais de caractérisation mécanique développés et utilisés pour déterminer la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V ont été exposés. Enfin, un protocole de préparation et d'analyse de la microstructure a été développé.

Matériau de l'étude

Le matériau de l'étude a été présenté au travers de son procédé industriel, de son état métallurgique et de sa réponse mécanique élastique.

Le procédé industriel est composé de trois étapes : forgeage, matriçage et revenu. Le matériau, à l'état de réception est un lopin forgé dont la microstructure est de morphologie équiaxe composée principalement de la phase α et de 18% de la phase β . Les étapes du procédé industriel sont réalisées sub-transus β . La microstructure obtenue après l'étape de matriçage est de type duplex, composée essentiellement de la phase α présente sous forme de nodules et de lamelles.

La microstructure du lopin est anisotrope. Les observations microstructurales au centre de celui-ci montrent que les nodules α sont allongés dans la direction longitudinale (filage) et sont regroupés sous forme d'amas de nodules dans la direction transverse. Cette anisotropie microstructurale ne semble pas impacter les propriétés élastiques de l'alliage Ti-6Al-4V où les valeurs de module d'Young mesurées pour chaque éprouvette sont semblables.

Essais mécaniques en température avec traitement thermique in-situ

L'étude du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale porte sur le traitement thermique associé à l'étape de matriçage. Des éprouvettes cylindriques ont alors été prélevées dans le lopin issu de l'étape de forgeage. Chaque éprouvette est désignée en fonction de sa position et de sa direction de prélèvement dans le lopin.

Une matrice d'essais composée de trois vitesses de refroidissement (5, 60 et 200°C/min), neuf températures d'essais (950°C à 20°C) et trois vitesses de sollicitation (10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} s $^{-1}$) a été proposée. L'objectif est de caractériser le comportement mécanique et l'évolution microstructurale pour les différentes conditions thermiques et mécaniques que peut subir une pièce industrielle lors du traitement thermique.

Une machine d'essais mécaniques a été développée dans cette optique. Elle permet de réaliser le traitement thermique et le refroidissement in-situ grâce à un système de chauffage par induction et de mesure de la température par thermocouples. Les essais

de traction/relaxation/traction sont pilotés en déformation à l'aide d'un extensomètre jusqu'à une déformation totale de 2%. L'éprouvette est ensuite trempée rapidement à l'aide de buses d'air afin de figer la microstructure, facilitant l'observation et l'analyse de la microstructure des éprouvettes post-mortem.

Analyses microstructurales

Ces analyses ont pour objectif de déterminer l'état métallurgique de l'alliage Ti-6Al-4V à différents instants du refroidissement contrôlé suivant le traitement thermique.

La préparation des échantillons avant l'étude de la microstructure a été présentée. Elle commence par une étape de prélèvement d'un échantillon sur l'éprouvette d'essai mécanique par tronçonnage. L'échantillon est ensuite enrobé, poli et attaqué avant une observation au microscope optique ou au MEB.

Des clichés à différents grossissements sont réalisés au MEB afin de faire une étude de la microstructure. L'analyse d'images a été utilisée afin de quantifier les proportions de chacune des phases présentes pour les différentes conditions de temps/température et temps/déformation étudiées. Cette technique a également permis de mesurer la taille des nodules α_I et l'épaisseur des lamelles α_{II} .

Les effets de la trempe forcée et du maintien en température sur l'évolution microstructurale ont également été discutés. Des lamelles, non présentes à 950°C, apparaissent lors de la trempe forcée. Il convient de les négliger lors des analyses car elles sont seulement provoquées par la trempe. Pour les essais réalisés dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, la microstructure évolue durant l'essai.

Dilatation thermique

Des mesures de dilatation thermique ont été réalisées lors du refroidissement. La dilatométrie et l'extensométrie sont les deux méthodes de mesure qui ont été employées.

La dilatométrie a permis de réaliser des mesures pour des vitesses de refroidissement de 5 à 20°C/min. L'extensométrie a été utilisée pour déterminer la dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V sur une quarantaine d'éprouvettes aux vitesses de refroidissement de 5, 60 et 200°C/min.

Chapitre III

Comportement thermomécanique et métallurgie de l'alliage Ti-6Al-4V

Sommaire

III.1 Propriétés élastiques	61
III.1.1 Module d'Young	61
III.1.2 Dilatation thermique	62
III.2 Impact de la vitesse de refroidissement	64
III.2.1 Comportement mécanique induit par le refroidissement	64
III.2.1.1 Autour de 900°C	64
III.2.1.2 Autour de 700°C	66
III.2.1.3 500 – 20°C	66
III.2.2 Évolution microstructurale provoquée par le refroidissement	67
III.2.2.1 Épaisseur des lamelles	67
III.2.2.2 Taille des nodules α_I	70
III.2.3 Discussions	70
III.2.3.1 Influence de l'épaisseur des lamelles α_{II} sur le comportement mécanique	70
III.2.3.2 Résistance mécanique à 900°C	73
III.2.3.3 Relaxation aux basses températures	74
III.3 Effet de la température et du temps	75
III.3.1 Comportement mécanique monotone à différentes températures	75
III.3.1.1 950°C – 900°C	75
III.3.1.2 800°C – 500°C	75
III.3.1.3 400°C – 20°C	77
III.3.2 Évolution microstructurale avec la température	77
III.3.2.1 Fraction de phases	77
III.3.2.2 Taille des nodules α_I	79

III.3.3 Discussions	80
III.3.3.1 Phénomène Portevin-Le Chatelier	80
III.3.3.2 Restauration statique	80
III.4 Influence de la vitesse de déformation	81
III.4.1 Réponse mécanique sous différentes vitesses de sollicitation	81
III.4.1.1 $\theta > 500^{\circ}C$	81
III.4.1.2 $\theta \leq 500^{\circ}C$	83
III.4.2 Discussions	84
III.4.2.1 Phénomène de <i>yield point</i>	84
III.4.2.2 Phénomène de bandes de Lüders	85
III.5 Conclusions partielles	86

Le comportement thermomécanique et métallurgique de l'alliage Ti-6Al-4V est présenté dans ce chapitre. L'étude bibliographique (chapitre I) a mis en évidence trois paramètres pouvant influencer le comportement mécanique et l'évolution microstructurale durant la phase de refroidissement :

- la vitesse de refroidissement,
- la température,
- la vitesse de déformation.

Les effets de chacun de ces paramètres sont présentés et discutés en s'appuyant plus particulièrement sur les relations entre la microstructure et le comportement mécanique sous chargement monotone. Les analyses métallographiques présentées utilisent certaines données issues des travaux de stage de Pham [Pham 2014].

III.1 Propriétés élastiques

Les dépendances du module d'Young et du coefficient de dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V avec la température sont exposées dans cette section. Les résultats présentés sont issus de l'étape de refroidissement contrôlé. Pour respecter cette évolution thermique, ils seront donc décrits depuis les hautes vers les basses températures.

III.1.1 Module d'Young

La dépendance du module d'Young avec la température lors du refroidissement est présentée sur la figure III.1 – (a). Les valeurs présentées sont moyennées sur plusieurs essais (sous-section II.2.2.1). Une hausse rapide du module d'élasticité est observée entre 950°C et 500°C. Elle est suivie ensuite d'un palier entre 500°C et 300°C puis augmente entre 300°C et 20°C. La détermination du module d'élasticité à l'aide d'un essai mécanique est délicate au delà de 700°C en raison d'une faible limite d'écoulement. La zone élastique est alors très petite et il n'est pas simple de la dissocier de la partie plastique. Ceci en dépit d'un échantillonnage plus important de la mesure durant l'essai.

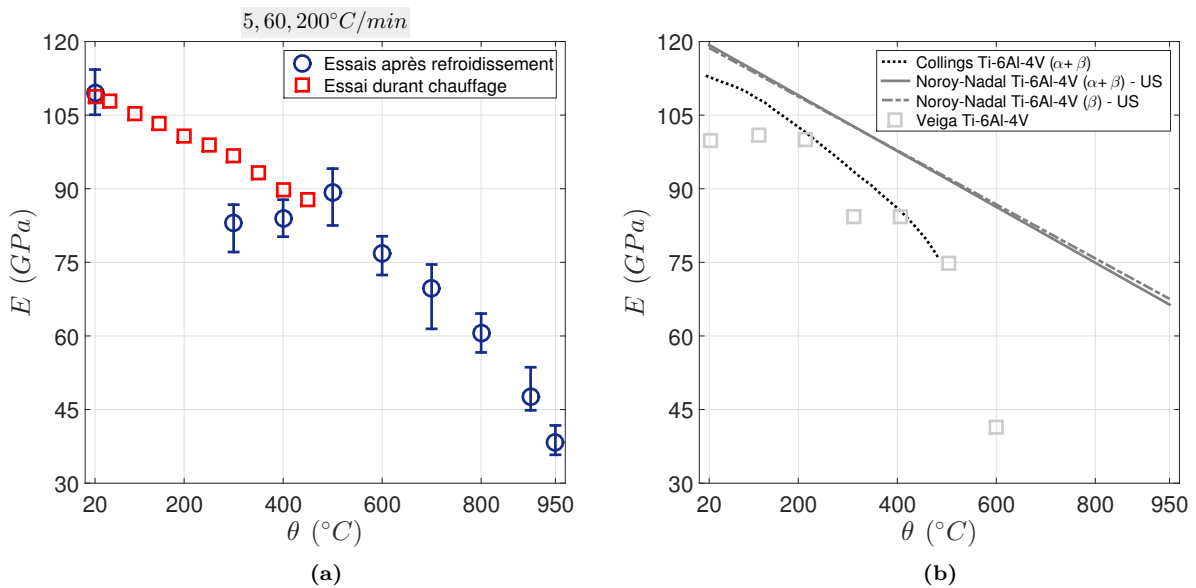


FIG. III.1 – Évolution du module d'élasticité avec la température : (a) essais mécaniques réalisés, (b) données issues de la littérature obtenues mécaniquement et par ultrason (US)

Cette évolution singulière de la valeur du module d'élasticité entre 500°C et 300°C a également été observée par Veiga et al. [Veiga 2012] (FIG. III.1 – (b)). Ils n'en déterminent cependant pas la cause. Noroy-Nadal [Noroy-Nadal 2002] montre qu'il n'y a pas de différence de module d'Young entre un alliage Ti-6Al-4V traité thermiquement dans le domaine $\alpha + \beta$ et un autre traité dans le domaine β . En effet, le module d'élasticité est une

propriété physique. La température de traitement thermique n'a donc pas d'influence sur la valeur du module d'élasticité. Ceci est vrai dans la mesure où la cinétique d'évolution de la microstructure correspond aux mêmes domaines de transformations microstructurales du diagramme TRC pour les deux traitements thermiques (FIG. I.10). En conséquence, le module d'élasticité n'est pas dépendant des vitesses de refroidissement étudiées (même domaine de transformation).

Le module d'élasticité a également été déterminé durant le chauffage. Les résultats montrent une diminution quasi linéaire du module d'élasticité avec l'augmentation de la température entre 20°C et 450°C (FIG. III.1 – (a)). Ainsi, il est difficile de conclure sur cette évolution de module entre 500°C et 300°C durant le refroidissement. Il est peu probable que cela provienne d'un effet d'anisotropie du lopin forgé car les localisations de prélèvement des éprouvettes, utilisées pour ces températures, sont différentes (sous-section II.2.1.1). De plus, dans le chapitre précédent l'anisotropie du lopin forgé, d'un point de vue mécanique et microstructural, a été discutée. Les conclusions étaient que, avant traitement thermique, même si une hétérogénéité microstructurale est observée, celle-ci n'a aucune incidence sur le comportement mécanique avant et après le traitement thermique (lors du refroidissement). Enfin, il ne semble pas que cela provienne non plus d'une limite des moyens expérimentaux utilisés et développés car les valeurs du module d'élasticité seraient également impactées aux autres températures.

III.1.2 Dilatation thermique

La dilatation thermique durant le refroidissement a été obtenue par dilatométrie et par extensométrie (essais mécaniques). Les éprouvettes cylindriques ont été prélevées, parallèlement à l'axe de révolution du lopin, dans sa direction longitudinale. Une première étude composée de 7 échantillons, menée avec un dilatomètre, a permis d'étudier la dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V durant le refroidissement pour les vitesses de 5, 10, 15 et 20°C/min. La courbe moyenne de tous ces essais est représentée sur la figure III.2. Le coefficient de dilatation thermique moyen obtenu avec le dilatomètre lors du refroidissement est de $1,11.10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$.

Les essais mécaniques ont permis de réaliser des mesures de dilatation thermique par extensomètre sous chargement nul ($\sigma = 0$) sur plus de quarante éprouvettes. Le coefficient de dilatation thermique moyen ainsi obtenu entre 950°C et 20°C est de $1,17.10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (FIG. III.2). Le faible écart de résultats (environ 5%) entre les deux techniques permet de valider la mesure de dilatation thermique par extensométrie.

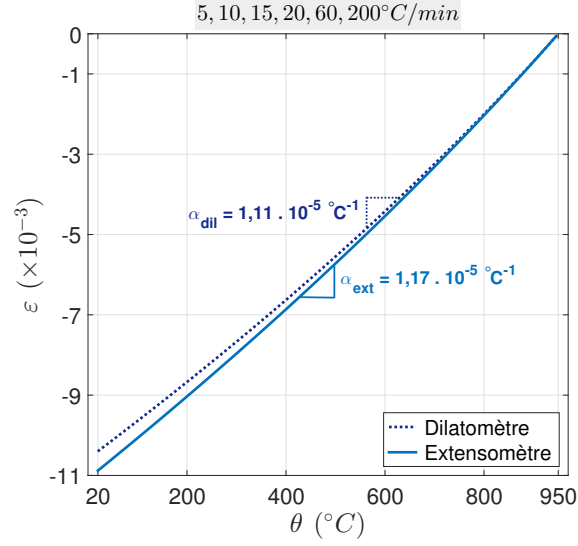
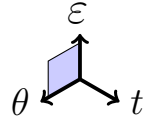


FIG. III.2 – Dilatation thermique durant le refroidissement de l'alliage Ti-6Al-4V mesurée par dilatométrie et extensométrie



Ces résultats sont en accord avec la littérature qui rapporte des coefficients de dilatation, obtenus par dilatométrie, compris entre $8,8 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ et $1,28 \cdot 10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ [Malinov 2002, Elmer 2005, Robert 2007, Swarnakar 2011]. Les propriétés physiques de l'alliage Ti-6Al-4V pour différentes gammes de températures sont résumées en annexe dans le tableau A.1.

III.2 Impact de la vitesse de refroidissement

Dans cette section, les relations entre les propriétés mécaniques et la microstructure induite par le refroidissement contrôlé, réalisé avant l'essai mécanique, sont étudiées et analysées.

III.2.1 Comportement mécanique induit par le refroidissement

Comme décrit précédemment (sous-section II.2.2.1), trois vitesses de refroidissement ont été étudiées : 5, 60 et 200°C/min. Cinq températures sont analysées (900, 700, 500, 300, 20°C) pour une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . Trois domaines de températures, avec des réponses mécaniques différentes, ont été déterminés :

- autour de 900°C,
- autour de 700°C,
- de 500°C à 20°C.

Les résultats de ces essais ainsi que les valeurs de contraintes internes en fin de relaxation sont présentés sur la figure III.3.

III.2.1.1 Autour de 900°C

À 900°C, une variation de la vitesse de refroidissement modifie le comportement du matériau. Lors de la première étape de l'essai thermomécanique (chargement mécanique), un durcissement du matériau est observé pour des vitesses de refroidissement faibles (FIG. III.3 – (a)). La contrainte à 1% de déformation totale est alors plus grande pour le refroidissement à 5°C/min.

Le temps de maintien en température à déformation imposée entraîne une relaxation des contraintes. L'histoire thermomécanique (refroidissement et chargement mécanique) a une influence sur la valeur de la contrainte interne en fin de relaxation. Il est important de noter qu'à cette température, le niveau de contrainte interne est identique quelle que soit la vitesse de refroidissement (FIG. III.3 – (f)). Ceci pourrait être lié à un phénomène de restauration statique (phénomène thermiquement activé) pendant la relaxation qui sera développé dans la sous-section III.3.3.

Enfin, le temps de maintien de dix minutes (relaxation de contraintes) semble modifier le comportement mécanique lors du rechargement. L'alliage Ti-6Al-4V devient alors plus résistant pour les vitesses de 60°C/min et 200°C/min. Ceci peut-être attribué à une évolution de microstructure initiée par le refroidissement et se développant durant l'essai. Cette évolution est exposée sur la figure II.14 et sa relation avec le comportement mécanique sera discutée en section III.2.3.

III.2 IMPACT DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT

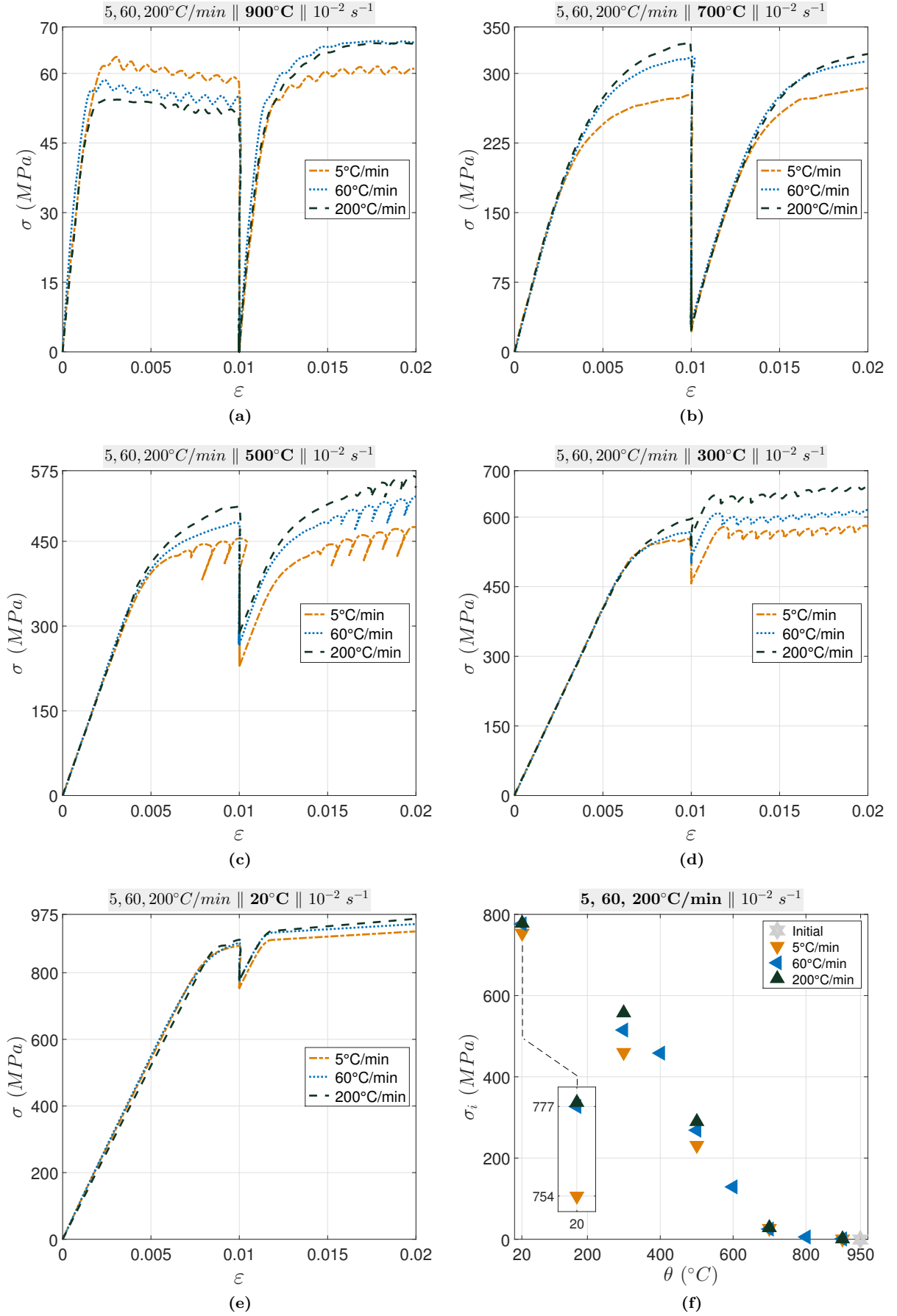


FIG. III.3 – Influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C, (d) 300°C et (e) 20°C. (f) Évolution de la contrainte interne en fin de relaxation

III.2.1.2 Autour de 700°C

À 700°C, contrairement à 900°C durant la première étape de chargement, la résistance de l'alliage est plus grande pour des vitesses de refroidissement rapides (FIG. III.3 — (b)). La contrainte avant le début de la phase de relaxation est donc plus importante quand le matériau est rapidement refroidi.

De plus, une contrainte interne identique pour les trois essais ayant subi différentes vitesses de refroidissement laisse supposer que la restauration statique peut également agir (FIG. III.3 – (f)).

Cependant, il est important de noter que le maintien en température n'a pas d'effet sur le comportement mécanique lors de l'étape de rechargement. À cette température, nous supposons que l'évolution des phases et de leurs morphologies durant la relaxation est très peu notable (sous-section III.3.2).

III.2.1.3 500 – 20°C

Aux températures de 500°C, 300°C et 20°C, la vitesse de refroidissement influence également le comportement mécanique (FIG. III.3 – (c, d, e)). Notons que même si l'amplitude de contraintes relaxées ($\Delta\sigma = \sigma_{1\%} - \sigma_i$) est identique à 500°C et 300°C, la contrainte interne obtenue pour une température donnée est différente d'une vitesse de refroidissement à l'autre (FIG. A.1 – (e)) contrairement aux températures de 900°C et 700°C. Comme nous le verrons par la suite (section III.2.2), le refroidissement contrôlé à différentes vitesses entraîne l'obtention de microstructures différentes pouvant provoquer des écarts entre les valeurs de contraintes internes. De plus, l'intervalle de temps de 10 minutes (relaxation) ne permet pas une restauration statique comme cela a été observé à 900°C ou 700°C, en raison d'une diminution de l'énergie nécessaire à la restauration provoquée par la baisse de température.

À 500°C et 300°C, une réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V en dents de scie est observée. Ceci peut être attribué à un phénomène dit de Portevin-Le Chatelier (PLC) provenant d'un ancrage/désancrage des dislocations qui se produit dans une certaine gamme de températures [Polmear 2006, Jousset 2008]. Celui-ci sera discuté plus en détail dans la sous-section III.3.3.1.

À 20°C, l'amplitude de contrainte relaxée est différente pour la vitesse de 5°C/min. La limite d'élasticité n'est pas le seul paramètre qui intervient dans la valeur de la contrainte interne (FIG. A.1 – (e)). Le fluage de l'alliage Ti-6Al-4V à température ambiante pourrait en être la cause. Cet aspect en lien avec la microstructure est discuté plus en détails dans la sous-section III.2.3.

Enfin, il n'y a pas d'effet du temps de maintien sur le comportement mécanique durant le rechargement. Les valeurs des différentes contraintes caractéristiques à différentes températures et issues de refroidissements distincts, sont listées dans le tableau A.2 et présentées sur la figure A.1.

La procédure expérimentale a permis de caractériser le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V pour différentes températures d'essais et conditions de traitement thermique. Les niveaux de contraintes obtenus lors de l'essai de traction sont significativement influencés par la vitesse de refroidissement considérée. Cet effet est observé quelle que soit la température d'essai. Par ailleurs, les contraintes internes induites dans l'alliage en fin de relaxation présentent des niveaux différents à basses températures et identiques à hautes températures. Afin de comprendre les origines de ces phénomènes, la partie suivante s'intéresse à l'étude microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V pour les conditions de chargement précédentes.

III.2.2 Évolution microstructurale provoquée par le refroidissement

Les échantillons sont observés post-mortem à température ambiante comme décrit précédemment par la figure II.10. L'essai est arrêté à 2% de déformation totale, ceci afin de ne pas détériorer la microstructure et pouvoir ainsi confronter des résultats comparables. L'effet de la trempe forcée sur la microstructure observée à température ambiante a été discuté en sous-section II.3.3. Il a été montré que la phase β présente à 950°C avant la trempe forcée correspond à la structure bi-phasé β_t observée à température ambiante ($\beta_{950^\circ C} = \beta_t$ à 20°C). Le comportement mécanique à la température d'essai peut être influencé par deux paramètres microstructuraux :

- les fractions volumiques de phases ,
- les dimensions caractéristiques de la microstructure (nodules α_I , lamelles α_{II} et phase β).

Compte-tenu des vitesses de refroidissement étudiées et en accord avec la bibliographie [Katzarov 2002, Semiatin 2003] (sous-section I.1.4), nous supposons que l'évolution des fractions de phases dépend seulement de la température. Seules les dimensions caractéristiques de la microstructure seront discutées.

L'influence de la vitesse de refroidissement (5, 60 et 200°C/min) sur l'évolution microstructurale est étudiée par le biais d'essais de traction/relaxation/traction à une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . Cinq températures (900, 700, 500, 300, 20°C) sont alors considérées parmi lesquelles deux domaines de températures se dégagent :

- autour de 900°C, où la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est non négligeable,
- en dessous de 800°C, où la transformation est terminée. La microstructure observée à l'ambiante est représentative de la microstructure à la température d'essai.

III.2.2.1 Épaisseur des lamelles

La vitesse de refroidissement a un effet sur la quantité et l'épaisseur des lamelles α_{II} . La section II.3.3 a montré qu'à 900°C cette phase α_{II} semble peu développée. La germination et la croissance de celle-ci sont favorisées durant tout le refroidissement entre 950°C et 800°C (FIG. I.10). Katzarov et al. [Katzarov 2002] montrent que, pour l'alliage Ti-6Al-4V, la vitesse de germination des lamelles α_{II} diminue à partir de 850°C et que

l'énergie nécessaire à la germination diminue de manière exponentielle entre 1000°C et 750°C. Il y a donc l'effet du temps passé à chaud dans le domaine $\beta \rightarrow \alpha$ qui permet la transformation par diffusion ainsi que l'effet de la température qui donne l'énergie à cette transformation. Les lamelles α_{II} ont donc germé à 900°C mais leur croissance est mineure et nécessite plus de temps pour se développer.

Pour les températures comprises entre 800°C et 20°C, aucune évolution microstructurale majeure n'est observée (en terme de transformation de phases). En effet, pour chacune des vitesses de refroidissement contrôlées prises séparément, les microstructures obtenues à différentes températures semblent très proches. Les images MEB des essais à 20°C sont présentées sur la figure III.4 après trois refroidissements différents. Les micrographies à différentes vitesses de refroidissement et à toutes les températures sont reportées en annexe B.1.

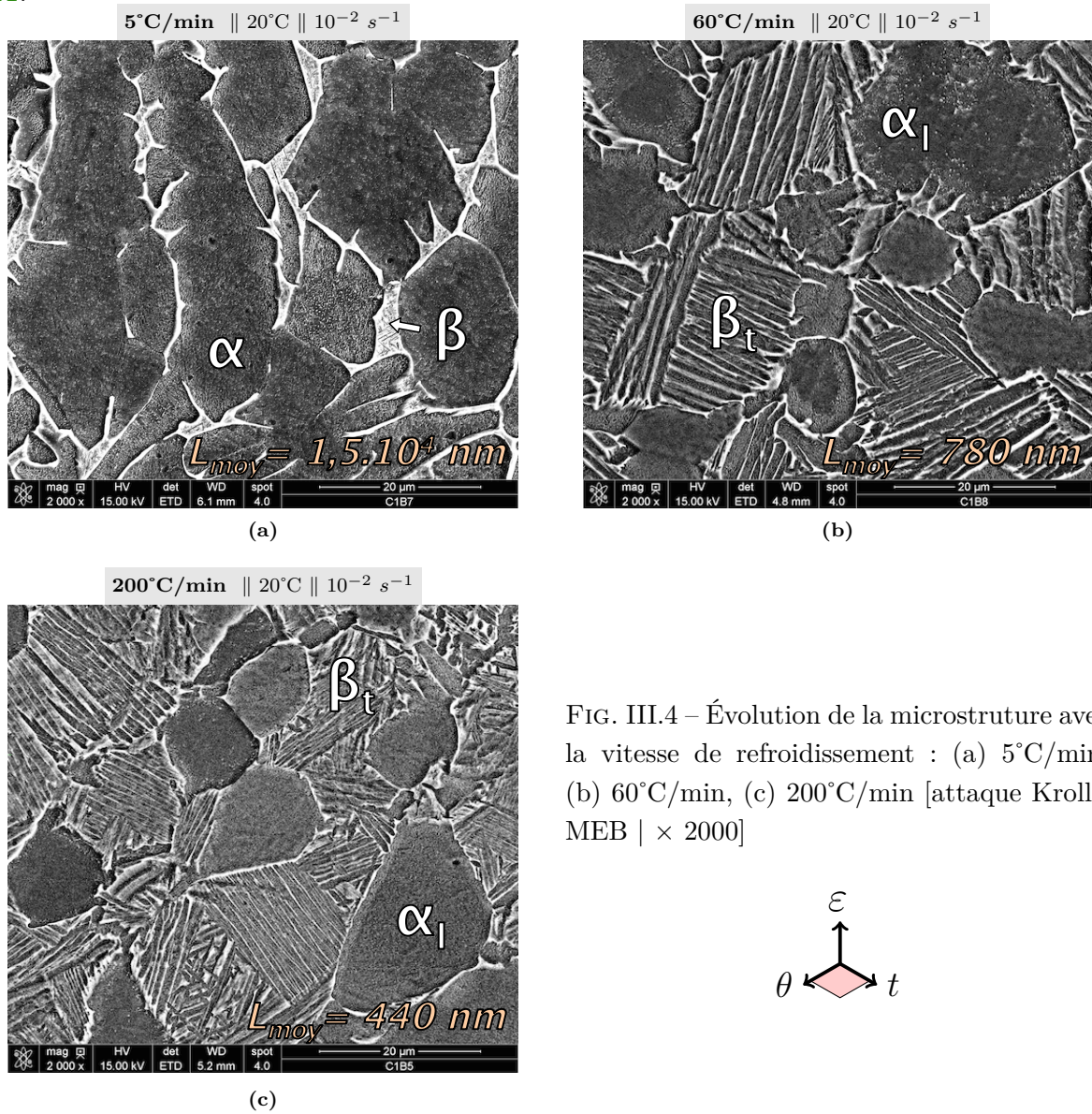


FIG. III.4 – Évolution de la microstruture avec la vitesse de refroidissement : (a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

À 5°C/min, le matériau est proche d'un état d'équilibre thermodynamique. Lors de ce refroidissement très lent, il y a germination et forte croissance des lamelles α_{II} (FIG. III.4 – (a)) en raison du temps conséquent passé à hautes températures. La croissance de

ces lamelles est suffisamment importante pour que celles-ci coalescent. Elles forment ainsi une morphologie difficilement dissociable des nodules α_I , en raison de leurs similarités de forme et de dimension. Nous considérons par la suite, pour cette vitesse de refroidissement, qu'il s'agit d'une seule et même phase α . La phase β est localisée aux joints de nodules α . Par conséquent, la microstructure obtenue est très proche de celle du brut de forge (FIG. II.2).

À 60°C/min et 200°C/min, les lamelles α_{II} sont présentes dans les grains β_t . L'augmentation de la vitesse de refroidissement entraîne la germination de lamelles plus fines et plus nombreuses. Il est possible de vérifier que la vitesse de refroidissement a un effet sur la cinétique de germination et de croissance des lamelles α_{II} et donc sur leur nombre et leurs dimensions. Afin d'étudier l'influence des évolutions microstructurales sur le comportement mécanique, il est nécessaire de quantifier ces transformations.

L'épaisseur (L) des lamelles α_{II} (60, 200°C/min) et la taille des nodules α (5°C/min) ont été obtenues par analyse d'images des clichés pris au MEB. Les mesures d'épaisseurs ont été réalisées sur douze grains β_t par température et par vitesse de refroidissement, avec des nombres de lamelles par mesure variant de 7 à 30 comme décrit en sous-section II.3.2. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.5.

Il est important de constater la dispersion de ces mesures. En effet, outre les erreurs inhérentes à l'utilisation de l'analyse d'images, l'étude de la microstructure par des mesures surfaciques impacte également les résultats. L'angle entre le plan de découpe/polissage de l'échantillon et un plan de symétrie d'une lamelle influence le résultat. De nombreuses mesures ont alors été effectuées afin d'obtenir des valeurs d'épaisseurs de lamelles moyennes statistiquement plus fiables et acceptables. Il faut noter que l'échelle semi-logarithmique utilisée sur la figure III.5 tend à minimiser l'écart type des données à 5°C/min.

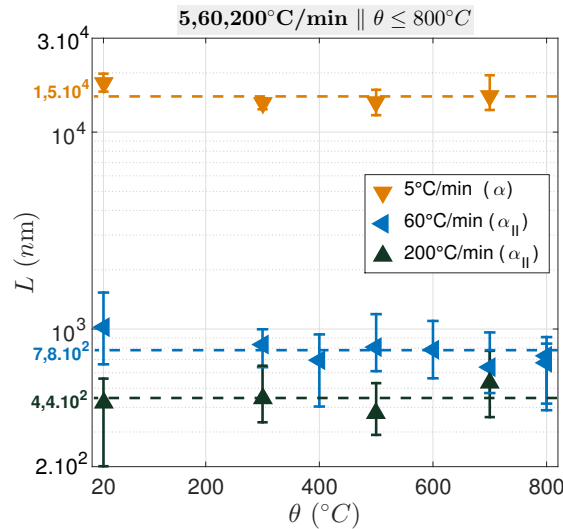
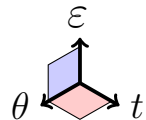


FIG. III.5 – Épaisseurs des lamelles α_{II} et des nodules α (pour 5°C/min) en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement



Pour chaque vitesse de refroidissement, un ordre de grandeur de l'épaisseur caractéristique des lamelles α_{II} semble se dégager (FIG. III.5). Trois épaisseurs de lamelles sont alors obtenues : 15 000, 780 et 440 nm correspondant respectivement aux vitesses de refroidissement de 5, 60 et 200°C/min. Semiatin et al. [Semiatin 2003] montrent que, quelle que soit la vitesse de refroidissement, la germination et la croissance des lamelles α_{II} se produisent toujours entre 950°C et 820°C. Chacune de ces vitesses de refroidissement créent donc, entre 950°C et 800°C, des lamelles aux dimensions distinctes. La diminution de la vitesse de refroidissement crée des lamelles α_{II} plus épaisses car le temps passé à hautes températures est plus important favorisant ainsi leur croissance. Leur nombre, mesuré par unité de surface, est alors plus faible par rapport aux refroidissements rapides.

Un refroidissement plus lent permet donc de passer plus de temps à haute température dans le domaine de transformation de phase favorisant ainsi la croissance des lamelles. Ce phénomène dépendant de la température et du temps peut donc être relié à la vitesse de refroidissement. Il sera discuté en sous-section III.2.3.

III.2.2.2 Taille des nodules α_I

On suppose qu'il n'y a pas d'évolution de la taille des nodules α_I avec les vitesses de refroidissement contrôlées étudiées. En effet, ces nodules sont déjà formés avant le début du refroidissement contrôlé. Ceci est en adéquation avec l'étude bibliographique (sous-sections I.1.3, I.1.4).

III.2.3 Discussions

La vitesse de refroidissement a une influence sur le comportement mécanique au travers de la résistance mécanique et de la contrainte interne (sous-section III.2.1). La microstructure et plus spécifiquement l'évolution des lamelles α_{II} sont impactées par la vitesse de refroidissement (sous-section III.2.2). Cette partie tente de faire le lien entre la microstructure et le comportement mécanique. Pour cela, le lien entre l'épaisseur des lamelles et la résistance mécanique sera discuté. Cette relation permet ensuite de discuter de la résistance mécanique de l'alliage à 900°C. Les différents niveaux de relaxation obtenus aux basses températures seront également développés dans cette sous-section.

III.2.3.1 Influence de l'épaisseur des lamelles α_{II} sur le comportement mécanique

La déformation plastique des métaux est généralement reliée aux mouvements des dislocations. Le mouvement des dislocations peut-être ralenti ou bloqué par un enchevêtrement de dislocations ainsi que par des interfaces intra-granulaires (précipités, lamelles, aiguilles ...) et inter-granulaires (joint de grains notamment)... [Dieter 1986, Hull 2011]. Plus le nombre de ces obstacles est grand, plus le matériau sera résistant.

Le lien entre la résistance mécanique et le nombre d'interfaces a largement été étudié avec les aciers perlitiques (perlite = ferrite + cémentite) [Bramfitt 1998, Elwazri 2005, Ya-

hyaoui 2014]. La déformation plastique d'un acier perlitique est régie par la phase "ductile" (ferrite dans ce cas). Celle-ci est bloquée par les carbures de cémentite qui, durant le refroidissement, se sont développés sous forme lamellaire. La résistance mécanique dépend alors de la distance interlamellaire autorisant la déformation [Langford 1977, Ray 1991]. La contrainte d'écoulement σ_0 , de manière analogue à la loi d'Hall et Petch, a donc été reliée à la distance inter-lamellaire [Modi 2001, Ishii 2003] par la loi :

$$\sigma_0 = \sigma_r + K_S S_i^{-m} \text{ [MPa]}. \quad (\text{III.1})$$

σ_r est la contrainte du réseau cristallin s'opposant au mouvement des dislocations et S est la distance inter-lamellaire. K_S et m sont des constantes matériau.

Les alliages de titane, comme les aciers, sont d'autant plus résistants que le nombre d'interfaces est élevé. Pour l'alliage Ti-6Al-4V dont la phase α est majoritaire en dessous du transus β , la déformation plastique s'effectue préférentiellement dans le phase α [Semiatin 1999]. La résistance de l'alliage Ti-6Al-4V peut donc être associée aux mécanismes de plasticité des nodules α_I et des lamelles α_{II} dans le cas d'une microstructure duplex. L'épaisseur des lamelles, reliée à la vitesse de refroidissement, peut être associée à la limite d'élasticité de l'alliage [Gil 2001, Kar 2006, Sui 2011]. Ce paramètre est également utilisé pour décrire la résistance mécanique à la rupture, la dureté ou encore la ductilité du matériau [Perdrix 1999, Gil 2001, Sieniawski 2013]. De manière analogue aux aciers, l'épaisseur des lamelles L de l'alliage Ti-6Al-4V peut être reliée à la résistance mécanique par l'équation suivante :

$$\sigma_0 = \sigma_r + K L^{-n_L} \text{ [MPa]}. \quad (\text{III.2})$$

La corrélation entre les épaisseurs caractéristiques des lamelles α_{II} et les vitesses de refroidissement étudiées est exposée sur la figure III.6. Elle peut être modélisée par une loi puissance du type :

$$L = B \times \dot{\theta}^{-n_R} \text{ [mm]}. \quad (\text{III.3})$$

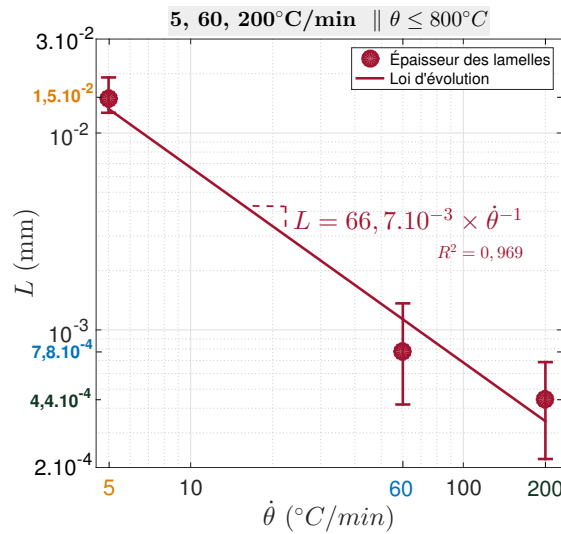
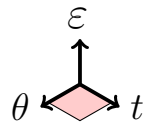


FIG. III.6 – Évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} avec la vitesse de refroidissement



Les paramètres matériaux B et n_R permettent de relier l'épaisseur des lamelles avec la vitesse de refroidissement tel que :

$$L = 66,7 \cdot 10^{-3} \times \dot{\theta}^{-1} \quad [\text{mm}] . \quad (\text{III.4})$$

Les équations (III.2) et (III.4) décrivent donc bien qu'une épaisseur de lamelles α_{II} petite entrainera une résistance accrue du matériau. L'épaisseur L est donnée ici en millimètres afin d'obtenir une contrainte en méga-pascals.

Des données issues de la littérature [Gil 2001], donnant l'épaisseur des lamelles en fonction de la vitesse de refroidissement, sont présentées sur la figure III.7 – (a). Elles dépendent de la température de traitement thermique θ_{TTh} . Ces données sont issues d'un traitement thermique super-transus β ($\theta > 1000^\circ\text{C}$ environ). De ces données, sont déterminés, pour la gamme de vitesses de refroidissement étudiée ($\dot{\theta} \leq 200^\circ\text{C}/\text{min}$), les paramètres B et n_R pour chaque température de traitement thermique. Les coefficients obtenus sont présentés en figure III.7 – (b & c).

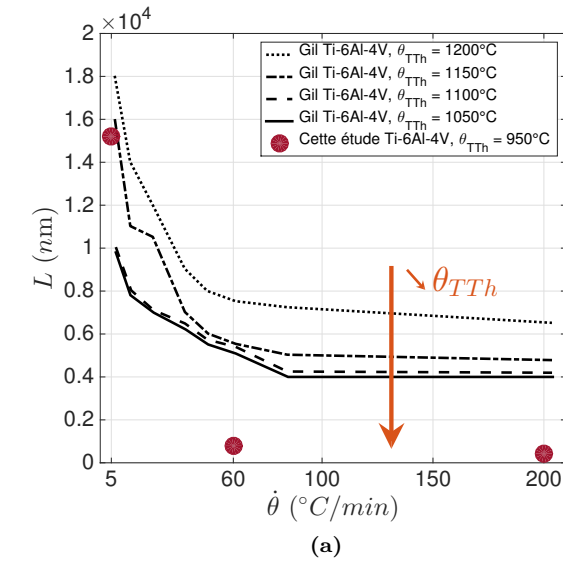
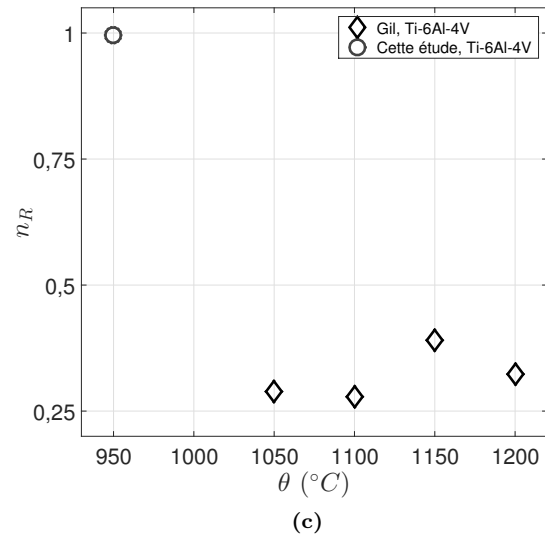
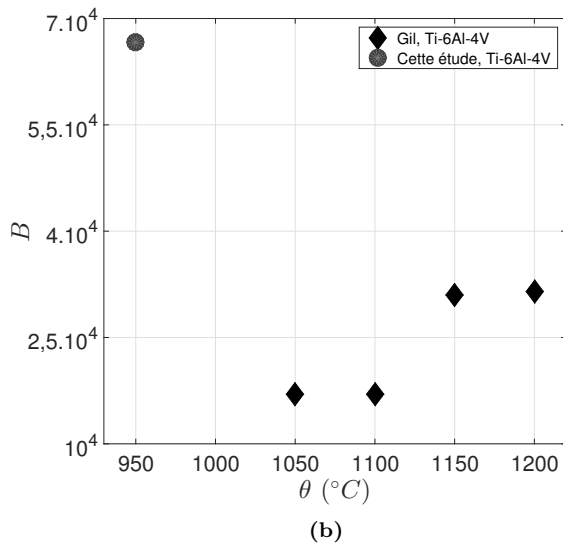
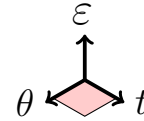


FIG. III.7 – Épaisseur des lamelles α_{II} en fonction de la vitesse de refroidissement : (a) données de la littérature ; variables matériau liées à la vitesse de refroidissement (b) B et (c) n_R , données issu de Gil et al. [Gil 2001]



Le type de traitement thermique (sub-transus ou super-transus), influence les cinétiques de transformation entraînant des microstructures distinctes et donc des paramètres B et n_R différents. Gil et al. [Gil 2001] montrent que, plus le temps passé à chaud est important (température de traitement thermique élevée et vitesse de refroidissement faible), plus l'épaisseur de lamelles en fin de refroidissement sera grande (FIG. III.7 – (a)). De plus, ils montrent que de gros grains β (haute température de traitement thermique) facilitent la croissance de lamelles α_{II} plus larges. À 5°C/min, l'alliage est proche d'un état d'équilibre thermodynamique, l'épaisseur des lamelles α_{II} est globalement identique quel que soit le type de traitement thermique. Cette épaisseur diminue drastiquement entre 5°C/min et 80°C/min. Ensuite, elle semble se stabiliser.

Le paramètre n_R est lié à la vitesse de refroidissement (Eq. (III.3)) et donc par extension au temps de refroidissement au-dessous du transus β (création de lamelles). Pour les mêmes vitesses de refroidissement, à différentes températures de traitement thermique, Gil et al. considèrent les mêmes temps de refroidissement associés entre le transus β et la température ambiante. C'est la raison pour laquelle le paramètre n_R semble constant. Par hypothèse, il est alors possible de déduire qu'au-dessous du transus β , le paramètre n_R augmente avec la diminution de la température. Ceci serait valable jusqu'à la température de 800°C qui marque la fin de la transformation $\beta \rightarrow \beta_t (= \alpha_{II} + \beta)$.

Le paramètre B traduit l'évolution plus ou moins rapide de l'épaisseur des lamelles. Il est grand pour le traitement thermique étudié en raison d'une importante évolution de cette épaisseur entre 5°C/min et 60°C/min. Gil et al. [Gil 2001] obtiennent deux niveaux de valeurs pour B . Cela provient certainement d'une différence dans les épaisseurs des lamelles qu'ils obtiennent pour une vitesse de refroidissement de 5°C/min. L'étude d'un refroidissement plus lent aurait induit une évolution de l'épaisseur des lamelles plus importante entraînant une valeur de B globalement identique pour les quatre températures de traitement thermique.

III.2.3.2 Résistance mécanique à 900°C

Deux phénomènes liés, observés à 900°C, vont être discutés :

- la résistance plus importante du matériau après un refroidissement lent. Ce qui peut sembler peu intuitif au vu du lien entre vitesse de refroidissement rapide et augmentation de la résistance de l'alliage qui vient d'être proposé ;
- l'augmentation de la résistance mécanique observée après un temps de maintien en déformation imposée de dix minutes sur les essais préalablement refroidis à 60 et 200°C/min.

Comme cela a été évoqué (sous-section I.1.4) notamment grâce au diagramme TRC (FIG. I.10), les lamelles α_{II} germent et grossissent entre 950°C et 900°C. Cette croissance sera d'autant plus importante que la vitesse de refroidissement sera lente. Ce qui signifie qu'en début d'essai les lamelles α_{II} issues du refroidissement à 5°C/min seront plus épaisses qu'aux autres vitesses de refroidissement. Les lamelles ont besoin de temps pour germer

et croître. Le temps de refroidissement entre 950°C et 900°C, correspond respectivement pour les vitesses de refroidissement de 5, 60 et 200°C/min, à 600, 50 et 15 secondes. Il est donc possible qu'un refroidissement à 5°C/min permette une germination complète et une croissance des lamelles α_{II} assez importante pour que celles-ci influent sur le comportement mécanique. En revanche, les lamelles α_{II} issues des refroidissements à 60 et 200°C/min sont plus nombreuses mais ne sont peut être pas assez développées pour avoir un impact important sur le comportement (blocage des dislocations). Ceci peut expliquer la résistance mécanique plus importante de l'alliage Ti-6Al-4V refroidi à 5°C/min durant le premier chargement à 900°C.

La sous-section II.3.3 a montré que la microstructure évolue à 900°C durant le maintien en déformation. Les lamelles α_{II} croissent durant cette période. Celles provenant des refroidissements à 60 et 200°C/min ont donc 600 secondes de plus pour se développer. La réponse mécanique de l'alliage à cette évolution microstructurale est donc une augmentation de sa résistance mécanique lors du second chargement.

III.2.3.3 Relaxation aux basses températures

Ankem et al. [Ankem 2006] ont fait un état de l'art sur le fluage à basse température sur les alliages de titane bi-phasés. De nombreux auteurs font également état d'un régime de fluage primaire important, à température ambiante et aux basses températures, du titane pur [Adenstedt 1949, Zeyfang 1971, Zhang 2008a, Matsunaga 2009], des alliages de titane [Ankem 1986, Chu 1997, Neeraj 2000, Neeraj 2001, Oberson 2009] et notamment de l'alliage Ti-6Al-4V [Odegard 1974, Imam 1979, Yamada 2004]. Ce fluage primaire peut entraîner une relaxation des contraintes importante [Barkia 2015] comme observé sur les essais présentés.

Certains auteurs font état d'un effet de la microstructure sur le fluage des alliages de titane. Ils ont montré, qu'une taille de grains plus grande entraîne une résistance au fluage plus importante [Imam 1979, Ramesh 2002, Doraiswamy 2003, Aiyangar 2005]. Cela limite la relaxation des contraintes lors des temps de maintien à déformation imposée. Cependant, Imam et al. [Imam 1979] puis Suri et al. [Suri 1997, Suri 1999] montrent que la présence de colonies de lamelles s'opposent au mouvement des dislocations durant le fluage à basses températures. Ce qui ralentit la vitesse de fluage secondaire et donc, entraîne une relaxation des contraintes plus faible qu'en présence de gros grains. Les essais considérant des vitesses de refroidissement rapides (60 et 200°C/min) font apparaître une relaxation moins importante que ceux considérant un refroidissement de 5°C/min. Ce phénomène est observé pour des températures de 500°C, 300°C et 20°C (FIG. III.3 – (f)).

Au vu des résultats obtenus et des discussions menées, la vitesse de refroidissement a une incidence sur l'évolution de la microstructure et sur le comportement mécanique. Ces transformations microstructurales sont thermiquement activées. Elles dépendent donc de la température et du temps. Ces phénomènes vont être analysés dans la section qui suit.

III.3 Effet de la température et du temps

Cette section présente l'effet de la température et du temps de maintien sur la réponse mécanique et la transformation microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V.

III.3.1 Comportement mécanique monotone à différentes températures

Pour analyser l'influence de la température, les essais présentés ont tous une vitesse de refroidissement de 60 °C/min, donnée par Aubert & Duval, et une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} . Les résultats des essais mécaniques en température, présentés sur la figure III.8, montrent que le comportement mécanique peut être décomposé en trois domaines d'études distincts :

- de 950°C à 900°C,
- de 800°C à 500°C,
- de 400°C à 20°C.

III.3.1.1 950°C – 900°C

Aux hautes températures, l'alliage Ti-6Al-4V présente un comportement visco-plastique et un écrouissage négligeable. Cependant, à 950°C, durant les phases de chargement (0% à 1% de déformation totale) et de rechargement (1% à 2% de déformation totale), le matériau subit un durcissement suivi d'un adoucissement continu (FIG. III.8 – (a)). Ce phénomène, connu sous le nom de *yield point* [Hahn 1962], apparaît lorsque la phase β est prédominante dans un alliage de titane [Khelifa 2003, Wang 2009a, Teixeira 2014]. Une oscillation répétée de la contrainte (formation de petites "vaguelettes") est observée à 950°C et 900°C. Elle proviendrait d'un phénomène du type bandes de Lüders défini par une déformation hétérogène de la matière [Hertzberg 1996]. Le phénomène de *yield point* et les bandes de Lüders seront discutés plus en détail en sous-section III.4.2.

À 900°C, le phénomène de durcissement semble avoir disparu. L'adoucissement est encore présent mais il s'est estompé avec la diminution de la température. Les dix minutes de temps de maintien (relaxation) rendent le matériau plus résistant. Ce phénomène thermiquement activé, en lien avec la cinétique de transformation de phase, a été développé dans la partie discussion sur la vitesse de refroidissement (sous-section III.2.3). Il intervient seulement à 900°C. De plus, la contrainte interne, mesurée en fin de relaxation, est nulle pour les deux températures (FIG. III.8 – (a)).

III.3.1.2 800°C – 500°C

Entre 800°C et 500°C, la température a également un effet important sur la réponse mécanique de l'alliage (FIG. III.8 – (b)). Le matériau présente une augmentation de sa résistance quand la température diminue. En effet, le mouvement des dislocations est moins

favorisé avec la diminution de la température. De plus, dans cette gamme de températures, le niveau de contraintes non relaxées augmente durant la phase de refroidissement passant de quelques MPa à 800°C, à 270 MPa à 500°C (FIG. A.1 – (e)). Il semblerait alors que la restauration statique soit moins influente. Cela provient certainement de la part de plus en plus importante de l'écrouissage du matériau avec l'abaissement de la température et dont l'effet est visible à partir de 800°C. Cet écrouissage augmente la densité de dislocations. De plus, la diminution de la température ne favorise pas le mouvement des dislocations. Elles ne peuvent alors pas être totalement restaurées. Ce point est discuté plus en détail par la suite (sous-section III.3.3.2).

Il n'y a pas d'effet du temps de maintien en déformation imposée sur la réponse mécanique de l'alliage. Il revient progressivement au taux d'écrouissage qu'il aurait atteint s'il n'y avait pas eu l'étape de relaxation. Cela est observé jusqu'à la température ambiante.

À 600°C et 500°C, le phénomène de Portevin-Le Chatelier (réponse mécanique en dents de scie) est observé. Il est présent également à 400°C et 300°C. Son origine est discutée en sous-section III.3.3.1.

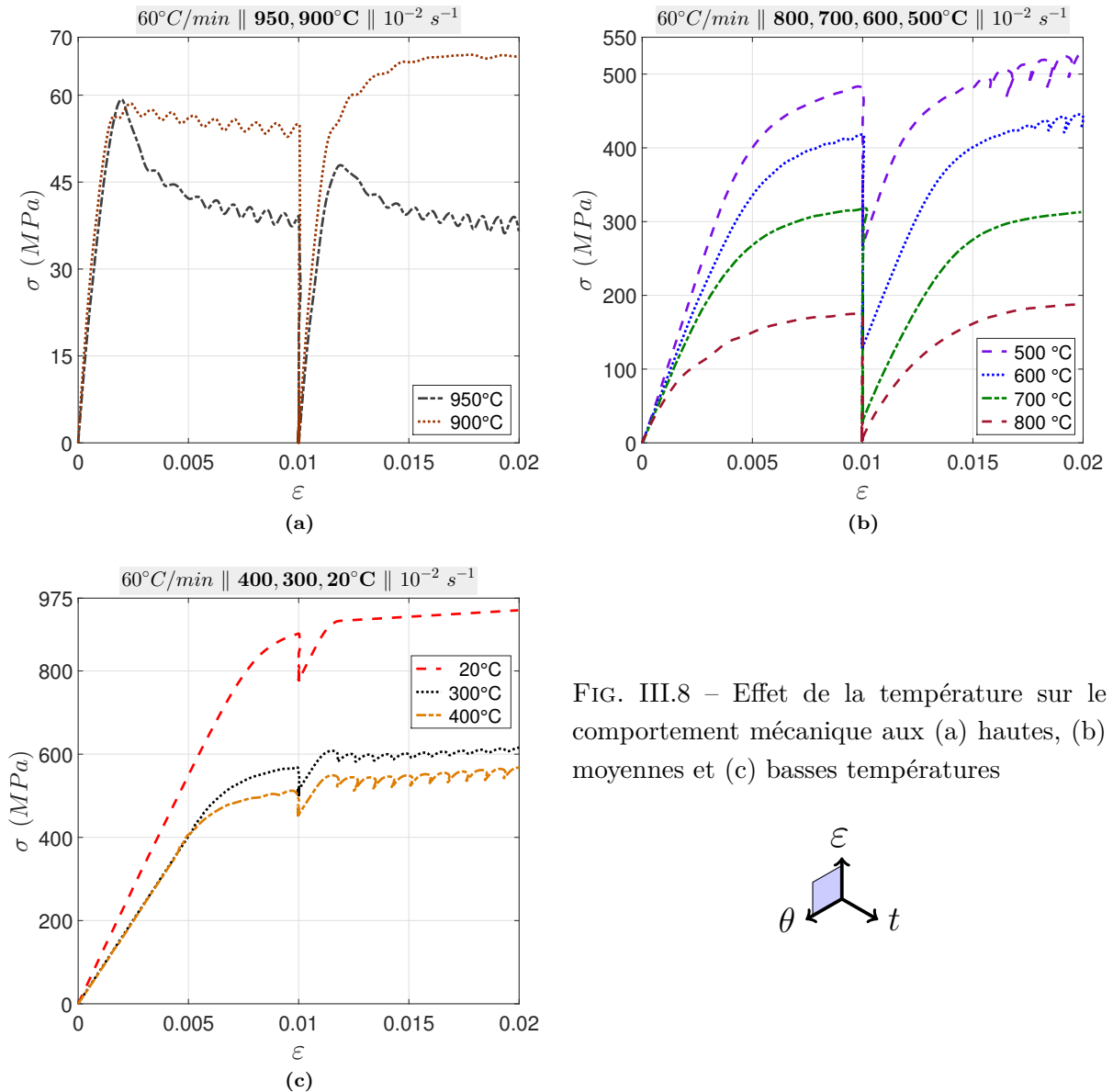


FIG. III.8 – Effet de la température sur le comportement mécanique aux (a) hautes, (b) moyennes et (c) basses températures

III.3.1.3 400°C – 20°C

Entre 400°C et 20°C, des augmentations de la résistance mécanique et du niveau de contraintes internes durant le refroidissement sont également observées (FIG. III.8 – (c)). L'amplitude de relaxation de contrainte est moins importante qu'aux températures supérieures ou égales à 500°C. Cela signifie que la restauration statique (thermiquement activée) n'a plus d'effet sur la relaxation. La viscosité à ces températures influe peu sur le comportement mécanique de l'alliage. Ce n'est donc pas elle seule qui permet la relaxation. Il semblerait que le fluage de l'alliage Ti-6Al-4V aux basses températures en soit la cause. Ce point a été discuté dans la sous-section III.2.3.3.

III.3.2 Évolution microstructurale avec la température

La température a un effet prédominant sur la microstructure. Neuf températures ont été étudiées après une vitesse de refroidissement identique de 60°C/min. Deux domaines de températures ont pu être identifiés :

- de 950°C à 800 °C,
- de 800°C à 20°C.

Cette analyse révèle une évolution de la fraction des phases et montre également que la taille des nodules α_I ne change pas. Les micrographies à toutes les températures sont présentées en annexe B.2.

III.3.2.1 Fraction de phases

Entre 950°C et 800°C, les lamelles α_{II} germent et croissent (sous-section I.1.4 et III.2.2). La figure III.9 – (a, b, c) montre cette évolution. La transformation de la phase β en β_t ($= \beta + \alpha_{II}$) évolue de manière drastique entre ces températures (FIG. III.10 – (a)). Il est important de noter que les lamelles observées sur la micrographie de l'essai effectué à 950°C proviennent de la trempe rapide comme cela a été discuté précédemment (sous-section II.3.3). Elles ne sont pas présentes à 950°C et ne seront donc pas prises en compte par la suite (en effet $\beta_{t(20^\circ C)} = \beta_{HT}$).

En revanche, entre 800°C et 20°C, les images MEB ne laissent pas transparaître de grande évolution de la microstructure (FIG. III.9 – (c et d)). Ceci est corroboré par la figure III.10 – (a) qui montre une stabilisation de la phase β pour ce domaine de températures autour d'une valeur de fraction surfacique de 18%.

Aux hautes températures, la proximité du transus ($T_\beta = 1000^\circ\text{C}$) durant le traitement thermique à 950°C entraîne une augmentation de la proportion de phase β . Durant le refroidissement les lamelles α_{II} se développent. À partir de 800°C, on s'éloigne des températures de transformation de phase (thermodynamique) où la germination et la croissance sont favorisées.

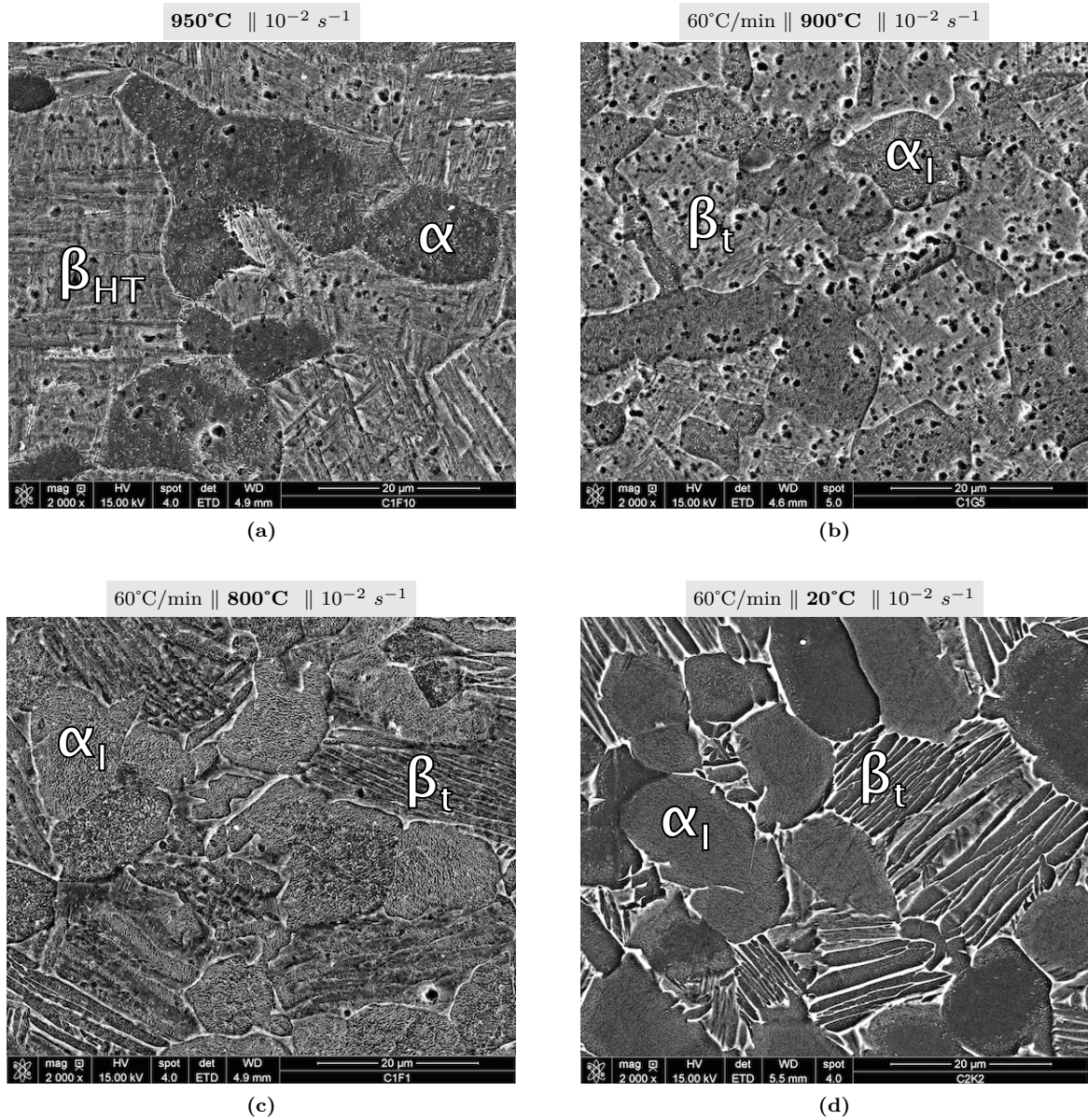
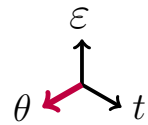


FIG. III.9 – Évolution de la microstructure avec la température : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C, (d) 20°C [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



Cette évolution de phase est approximée par une loi de type exponentielle [Bein 1996] qui a été développée pour la phase α à l'équilibre :

$$Z_{\alpha}^{eq} = Z_{\alpha}^{20^{\circ}C} \times [1 - \exp(-A \times (T_{\beta} - \theta))] . \quad (\text{III.5})$$

La fraction de la phase α à l'équilibre Z_{α}^{eq} dépend alors de quatre paramètres :

- la fraction de phase α à 20°C : $Z_{\alpha}^{20^{\circ}C}$,
- la valeur du transus β : T_{β} ,
- la température : θ ,
- le coefficient affecté à la pente entre le transus β et la stabilisation de la fraction de phase α : A .

III.3 EFFET DE LA TEMPÉRATURE ET DU TEMPS

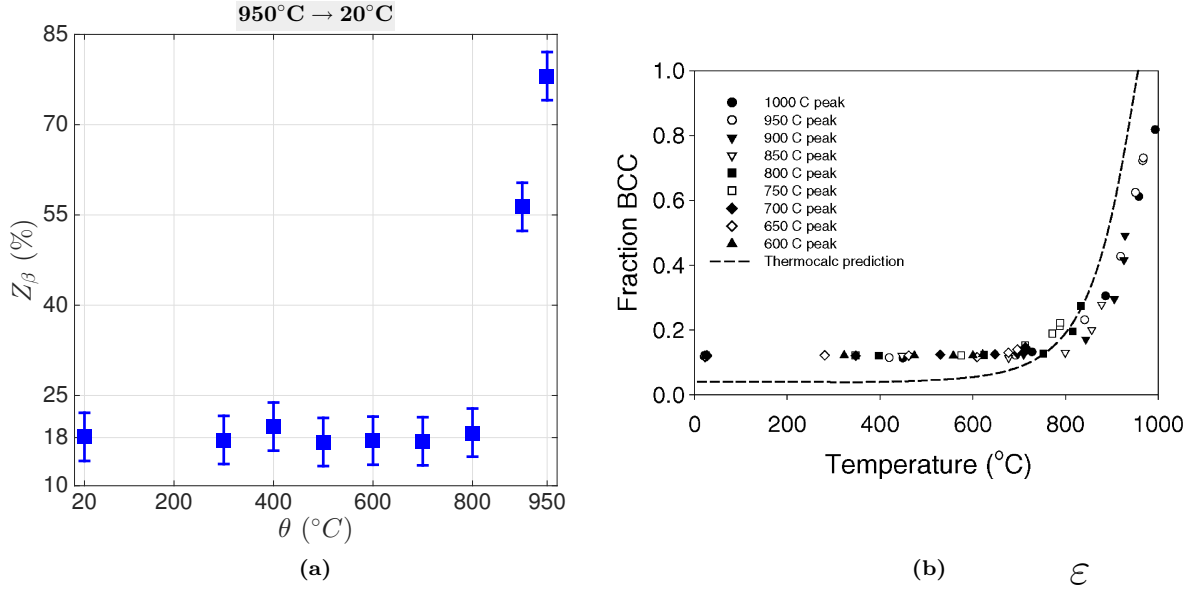


FIG. III.10 – Évolution de la fraction de phase β avec la température :
 (a) mesures surfaciques réalisées, (b) données d'Elmer et al. [Elmer 2005]

Cette équation (EQ. (III.5)) est valable seulement pour des conditions d'équilibre. Elmer et al. [Elmer 2005] montrent que la fraction de phase diffère entre un état à l'équilibre et un état hors équilibre (FIG. III.10 – (b)). Il y a un décalage entre ces deux courbes en raison de la cinétique de transformation de phase et/ou d'une répartition des éléments d'alliage différente.

III.3.2.2 Taille des nodules α_I

L'évolution de la taille de nodules α_I au cours d'un refroidissement de 60°C/min est présentée sur la figure III.11.

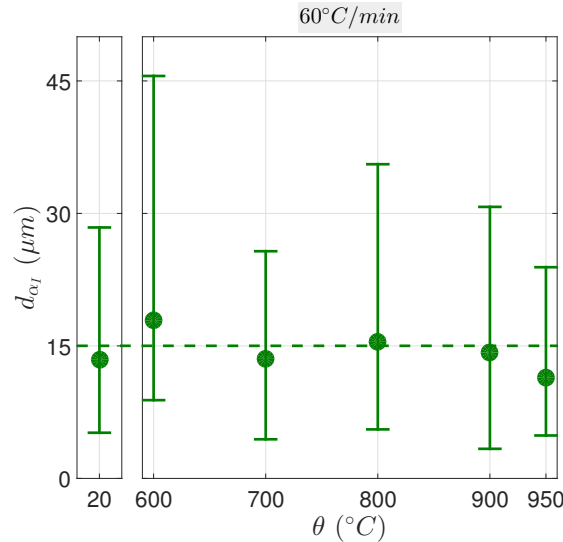


FIG. III.11 – Taille des nodules α_I sous l'effet de la température durant le refroidissement

Les erreurs de mesures, causées par l'analyse d'images, ne permettent pas de qualifier avec justesse une éventuelle évolution de la croissance de ces nodules. Des mesures à 20°C

montrent qu'il ne semble pas y avoir d'évolution entre 950°C et 20°C. La taille des nodules α_I est de l'ordre de 15 μm .

III.3.3 Discussions

Deux phénomènes observés vont être discutés. Il s'agit du phénomène Portevin-Le Chatelier et de la restauration statique.

III.3.3.1 Phénomène Portevin-Le Chatelier

La plage de température de 600°C à 300°C peut se distinguer par la présence d'un phénomène Portevin-Le Chatelier (PLC). Il dépend essentiellement de la vitesse des dislocations ainsi que de la concentration et de la mobilité des atomes en soluté [Meyers 2009]. Il est généralement associé à un ancrage/déancrage successif et périodique des dislocations sur les atmosphères de soluté [Polmear 2006, Banerjee 2007].

La déformation plastique, liée à ce phénomène, serait localisée dans des bandes de déformation qui se propagent le long de l'éprouvette [Lemaitre 2009]. Ce phénomène est connu pour apparaître sur une gamme de températures et de vitesses de déformation bien particulière [Jousset 2008]. Pour cet alliage, le phénomène PLC apparaît seulement pour une vitesse de déformation de $10^{-2} s^{-1}$ entre 600°C et 300°C. Aux vitesses de sollicitation de $10^{-3} s^{-1}$ et $10^{-4} s^{-1}$, le phénomène a disparu (FIG. III.12 – (e) et FIG. III.13 – (b)). Les éléments d'alliage ont également un effet sur la présence du phénomène PLC [Smallman 2014]. C'est certainement une des raisons pour laquelle Jousset [Jousset 2008], pour un alliage Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, observe un phénomène PLC lors d'un essai de traction à la vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$. Ce qui n'est pas le cas dans cette étude.

III.3.3.2 Restauration statique

La restauration statique est un phénomène thermiquement activé dépendant du temps, généralement observable à hautes températures ($\theta \geq 0,3 T_f$). Elle intervient après une déformation plastique du matériau lorsqu'il n'est plus sollicité mécaniquement [Montheillet 2009] comme c'est le cas durant la relaxation.

Lors d'un essai de traction, la puissance plastique peut être décomposée en une part dissipée en chaleur et une part stockée dans le matériau provenant de l'écrouissage (dislocations) [Lemaitre 2009]. Cette énergie stockée est relâchée, durant la relaxation. Un réarrangement avec annihilation des dislocations enchevêtrées sans création de nouveaux grains se produit alors [Fabrègue 2000, Murry 2000]. Cela entraîne une diminution partielle de la densité de dislocations [Kerisit 2012] abaissant les contraintes internes dans le matériau [Hull 2011].

Les effets de la température et du temps de maintien sur le comportement mécanique ainsi que sur l'évolution microstructurale ont été établis. Il reste maintenant à analyser l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique.

III.4 Influence de la vitesse de déformation

Le dernier paramètre à étudier, influençant le comportement mécanique du matériau, est la vitesse de déformation. La déformation totale induite lors de l'essai mécanique ne dépassant pas 2%, il n'y a pas de modifications remarquables d'évolutions microstructurales provoquées par la vitesse de déformation. Cette section s'attachera donc à présenter l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique.

III.4.1 Réponse mécanique sous différentes vitesses de sollicitation

Cette partie vise à déterminer, par l'intermédiaire de la vitesse de déformation, l'influence de la viscosité sur le comportement de l'alliage Ti-6Al-4V. Les éprouvettes ont toutes été refroidies à 60°C/min. Les essais qui ont suivi, ont été pilotés à des vitesses de déformation de 10^{-4} , 10^{-3} ou 10^{-2} s^{-1} . L'effet de la vitesse de déformation à différentes températures est présenté sur les figures III.12 et III.13.

L'état de l'art (section I.2.1) et les résultats présentés permettent d'identifier deux domaines avec des mécanismes de déformation différents :

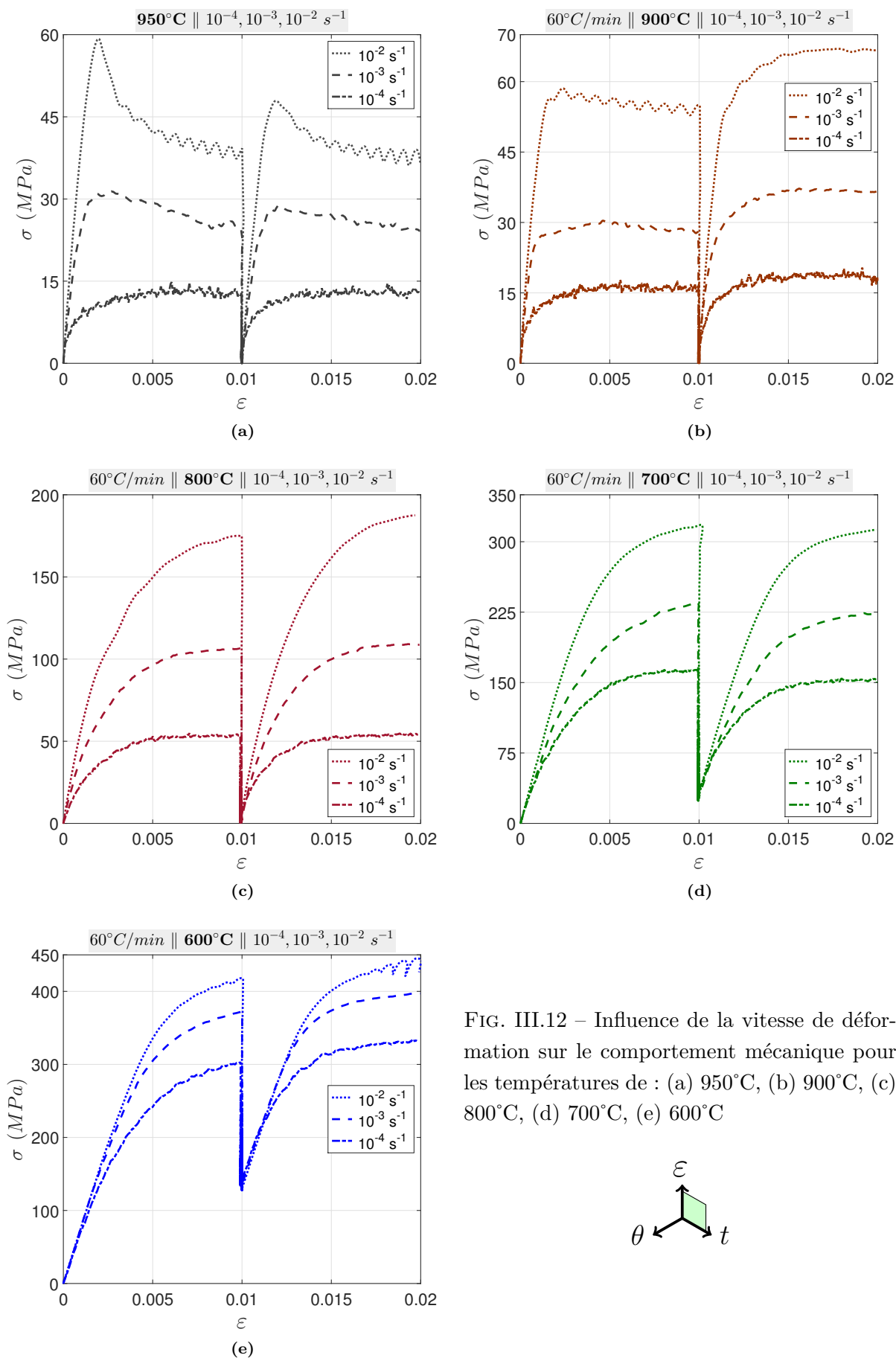
- températures supérieures à 500°C,
- températures inférieures ou égales à 500°C.

III.4.1.1 $\theta > 500^\circ\text{C}$

Pour les températures comprises entre 950°C et 600°C, l'alliage Ti-6Al-4V a un comportement élasto-visco-plastique. Cela se traduit mécaniquement par une réponse du matériau différente suivant la vitesse de sollicitation. Une vitesse de déformation rapide entraîne une résistance accrue de l'alliage (FIG. III.12).

La courbe contrainte/déformation des essais à 950°C montre bien le phénomène de *yield point* (FIG. III.12 – (a)) qui sera discuté en sous-section III.4.2. Un durcissement suivi d'un adoucissement est observable pour les essais ayant subi une vitesse de déformation de 10^{-3} et 10^{-2} s^{-1} . L'essai réalisé à 10^{-4} s^{-1} ne présente pas ce phénomène. La contrainte interne en fin de relaxation est nulle pour les trois essais. Il est important de noter qu'après relaxation, même s'il s'est estompé, le phénomène de *yield point* est encore présent. Il y a donc certainement un réarrangement des dislocations dans la phase β durant le temps de maintien en déformation.

Concernant les essais à 900°C, le phénomène de *yield point* est encore présent pour l'essai réalisé à 10^{-2} s^{-1} (FIG. III.12 – (b)). Il n'y a plus de contrainte interne à l'issue de la relaxation. Le temps de maintien en température, provenant de la relaxation, rend le matériau plus résistant en raison d'une évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} (sous-section III.2.3.2).



La comparaison des essais à 700°C avec ceux à 600°C montre que l'effet de la viscosité est grandement réduit à 600°C (FIG. III.12 – (d & e)). L'influence de l'écroutissage isotrope augmente au fur et à mesure que la température diminue. La contrainte interne, pour une température donnée, est identique quelle que soit la vitesse de déformation. À 600°C, un début de phénomène Portevin-Le Chatelier (PLC), décrit en section III.3.1, peut-être observé seulement pour l'essai soumis à une vitesse de sollicitation de 10^{-2} s^{-1} .

III.4.1.2 $\theta \leq 500^\circ\text{C}$

Les résultats relatifs aux essais compris entre 500°C et 20°C sont présentés sur la figure III.13.

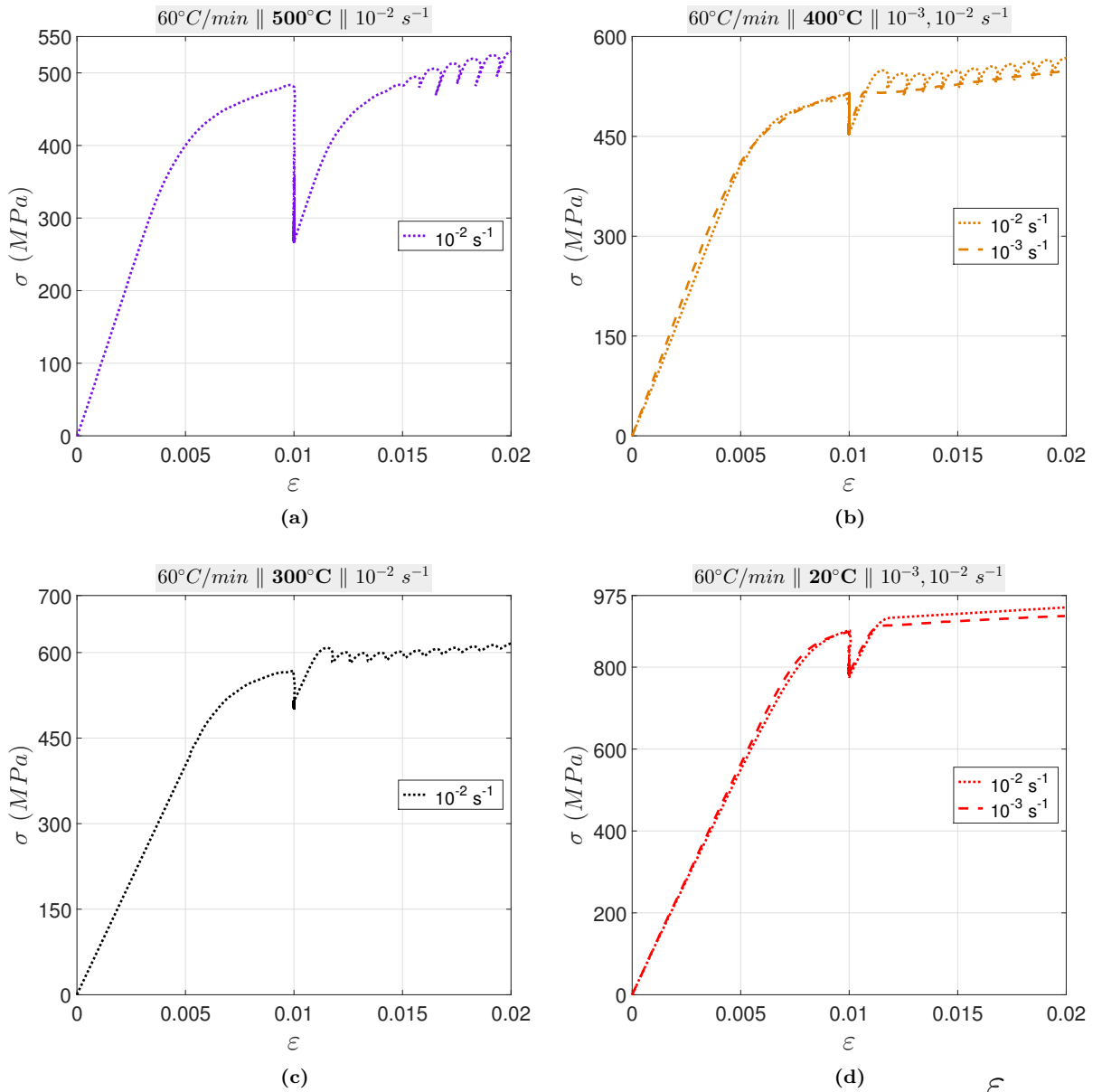


FIG. III.13 – Influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique pour les températures de : (a) 500°C, (b) 400°C, (c) 300°C, (d) 20°C

Il n'y a pas d'effet de la viscosité sur l'étape de chargement, les courbes des essais menés à différentes vitesses de déformation se superposent (à 400°C et à 20°C). Ceci est en accord avec les conclusions issues de la littérature [Lecomte 2000, Robert 2007, Tao 2015] discutées précédemment (sous-section I.2.1). La contrainte en fin de relaxation est identique, ce qui signifie que, pour l'ensemble des températures, la vitesse de déformation n'a pas d'influence sur la valeur de la contrainte interne.

À 400°C, pour une vitesse de 10^{-2} s^{-1} , un phénomène PLC apparaît durant l'étape de rechargement (FIG. III.13 – (b)). Il s'en suit alors un décalage, pour une même déformation totale, de la réponse mécanique des deux essais.

À 20 °C, durant le rechargement, un écart de 20 MPa est observé. La viscosité est encore présente malgré la prédominance de l'écrouissage (FIG. III.13 – (d)).

III.4.2 Discussions

Deux phénomènes couplés et particuliers que sont le phénomène de *yield point* et les bandes de Lüders nécessitent des précisions. Ils peuvent apparaître dans les métaux polycristallins ayant une structure cubique centrée (CC) [Hull 2011, Smallman 2014]. En effet, à 950°C et 900°C la proportion de phase β (CC) est importante (FIG. III.10 – (a)). Ces phénomènes de durcissement puis d'adoucissement proviennent de l'élasticité et de la plasticité de la phase β .

III.4.2.1 Phénomène de *yield point*

Les essais à 950°C et 900°C, présentant un phénomène de *yield point*, sont montrés en figure III.12 – (a & b). Ce type de phénomène représente en général un "ancrage/-désancrage" de dislocations dans une atmosphère de Cottrell [Cottrell 1948, Hahn 1962]. L'alliage, au départ, est dans une configuration stable avec très peu de dislocations. La température est suffisamment haute pour piéger les dislocations mobiles jusqu'à une certaine contrainte seuil (pointe du pic). L'énergie, fournie par la déformation plastique, est alors suffisamment forte pour qu'un désancrage de ces dislocations soit possible entraînant un adoucissement de l'alliage jusqu'à un plateau non atteint avec les essais réalisés.

À 950°C, le même type de comportement est de nouveau observé après 10 minutes de temps de maintien, mais cependant avec une intensité moins marquée. En effet, l'agitation thermique, durant le temps de maintien, permettrait aux dislocations de reprendre une configuration stable (restauration statique) et de recréer l'atmosphère de Cottrell. Ainsi, les dislocations mobiles (probablement une partie) sont de nouveau ancrées et lors du second chargement mécanique, le pic du phénomène de *yield point* réapparaît. Smallman et al. [Smallman 2014] expliquent qu'une décharge élastique jusqu'à contrainte nulle suivie

immédiatement d'une recharge élastique n'entraînera pas de nouveau pic. En revanche, un temps de maintien en température provoquera selon eux un durcissement du matériau (acier dans leur cas) et un nouveau pic plus important. Dans le cas présenté ici, le pic obtenu après le temps de maintien est plus petit mais il est bien présent.

À 900°C, la microstructure a évolué durant le temps de maintien en déformation (sous-section II.3.3). La phase β n'est alors plus prédominante lors de l'étape de rechargement, ce qui explique la disparition du pic.

III.4.2.2 Phénomène de bandes de Lüders

Les "vaguelettes" observées après le pic sur les essais à 950°C et 900°C (FIG. III.12 – (a & b)) décrivent une déformation hétérogène de la matière [Hertzberg 1996]. Du point de vue métallurgique, ces "vaguelettes" proviennent d'ancrages/désancrage successifs des dislocations créant des montées et des baisses de charge régulières [Subramanian 2000].

Du point de vue macroscopique, il est parfois possible d'observer des fronts de déformation plastique qui se déplacent dans le matériau sous la forme de bandes [Fisher 1956] appelées bandes de Lüders. Ces auteurs montrent également que la vitesse de ces fronts dépend de la contrainte appliquée ainsi que de la température. Ce phénomène apparaît lors du passage du pic (*yield point*) au plateau qui suit le pic. Ceci jusqu'à ce que les bandes de Lüders se soient propagées dans tout le matériau et que la déformation plastique soit à nouveau homogène [Hull 2011].

Les bandes de Lüders ressemblent beaucoup au phénomène Portevin-Le Chatelier. Wijler et al. [Wijler 1971] précisent que la variation de contrainte répétée ("vaguelettes") est très faible dans le cas des bandes de Lüders ($\pm 1,3$ MPa environ). En revanche, les variations issues du phénomène PLC sont beaucoup plus importantes (de 20 à 40 MPa suivant les températures).

Coër et al. [Coër 2013] ont réalisé des essais de cisaillement instrumentés par corrélation d'images afin d'étudier les évolutions des bandes de Lüders et du phénomène PLC sur un alliage Al-Mg. Ils ont observé que les bandes de Lüders sont des phénomènes transitoires provenant d'une déformation plastique hétérogène de la matière et dont la finalité est de tendre vers une déformation plastique homogène du matériau. Au contraire, le phénomène PLC n'a pas pour issue une homogénéisation de la déformation plastique. Enfin, ils montrent que l'amplitude des bandes de Lüders diminue avec la diminution de la vitesse de déformation. C'est la raison pour laquelle aucune bande de Lüders n'est observée sur les courbes de traction à 10^{-4} s^{-1} (FIG. III.12 – (a & b)).

III.5 Conclusions partielles

Le comportement mécanique monotone quasi-statique et l'évolution microstructurale en lien avec le traitement thermique ont été étudiés. Les effets de la vitesse de refroidissement, de la température et de la vitesse de déformation ont été présentés et discutés. Les propriétés élastiques de l'alliage ont également été exposées.

Propriétés élastiques

Les valeurs du module d'Young ont été déterminées pour une gamme de température de 950°C à 20°C.

La dilatation thermique de l'alliage Ti-6Al-4V durant le refroidissement a été obtenue par extensométrie. Ces résultats ont été validés par dilatométrie.

Impact de la vitesse de refroidissement

Des essais de traction/relaxation/traction ont été menés à 900°C, 700°C, 500°C, 300°C et 20°C afin de caractériser le comportement mécanique ainsi que la transformation microstructurale induite par la vitesse de refroidissement.

L'influence de la vitesse de refroidissement sur l'évolution microstructurale a été étudiée et quantifiée. Une loi d'évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} en fonction de la vitesse de refroidissement a alors été proposée.

L'alliage Ti-6Al-4V montre une résistance accrue quand le refroidissement est rapide dans le domaine de températures 800°C – 20°C. Il a été montré que ce durcissement du matériau est dû à une faible épaisseur des lamelles α_{II} . En effet, plus elles sont nombreuses, plus il y a d'interfaces qui bloquent le mouvement des dislocations entraînant un durcissement du matériau.

Effet de la température et du temps

Des essais ont été menés sur neuf températures entre 950°C et 20°C. La réponse mécanique et la transformation microstructurale ont été analysées.

Le comportement mécanique est régi par deux mécanismes de déformation. Le matériau est visqueux au-dessus de 500°C. L'écrouissage apparaît en dessous de 800°C pour augmenter progressivement jusqu'à 20°C.

Les essais aux températures supérieures à 500°C révèlent, durant la relaxation, une baisse accrue de la contrainte interne. Ceci a été associé à un phénomène de restauration statique.

Il n'y a aucune évolution observée de la taille de nodules α_I avec la température. La fraction surfacique de la phase β durant le refroidissement a été présentée. Deux domaines de températures ont été identifiés. Entre 950°C et 800°C, les fractions surfaciques de phases évoluent de manière drastique aidées par des énergies de germination et de grossissement des lamelles α_{II} importantes. Au-dessous de 800°C, l'alliage n'est plus dans le domaine de transformation, l'évolution microstructurale est alors terminée.

Influence de la vitesse de déformation

Une campagne d'essais visant à étudier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique monotone de l'alliage Ti-6Al-4V a été accomplie. Trois vitesses ont alors été étudiées : 10^{-4} , 10^{-3} et 10^{-2} s^{-1} .

Aux températures supérieures à 500°C, le matériau présente une sensibilité importante à la vitesse de déformation le rendant plus résistant quand il est sollicité rapidement. Aux températures inférieures ou égales à 500°C, la vitesse de déformation a très peu d'effet sur la réponse mécanique du matériau car l'action de la viscosité est limitée.

Deux singularités liées entre elles sont observées à 950°C et 900°C : le phénomène de *yield point* est issu d'un ancrage/désancrage des dislocations dans la phase β et les bandes de Lüders sont la manifestation d'une déformation plastique hétérogène du matériau.

La déformation totale appliquée au matériau est trop faible (2%) pour qu'une recristallisation intervienne. L'évolution de la microstructure n'est donc pas influencée par la vitesse de sollicitation.

L'ensemble des données et conclusions sont utilisées dans le chapitre IV afin de modéliser le comportement thermomécanique en considérant les évolutions microstructurales.

Chapitre IV

Modélisation du comportement thermomécanique avec l'aide de la microstructure

Sommaire

IV.1 Approche unifiée	92
IV.1.1 Formulation	92
IV.1.1.1 Partition de la déformation	92
IV.1.1.2 Seuil et critère de plasticité	92
IV.1.1.3 Écrouissage et loi d'évolution	93
IV.1.1.4 Loi d'écoulement additive	94
IV.1.1.5 Paramètre microstructural pertinent pour décrire le comportement sous différentes vitesses de refroidissement	95
IV.1.1.6 Formulation dans un cas uni-axial	95
IV.1.1.7 Résumé	96
IV.1.2 Identification des paramètres	97
IV.1.2.1 Méthodologie d'identification des paramètres	97
IV.1.2.2 Propriétés élastiques	101
IV.1.2.3 Paramètres de viscosité	102
IV.1.2.4 Paramètres d'écrouissage isotrope	103
IV.1.2.5 Paramètres microstructuraux en lien avec la vitesse de refroidissement	104
IV.1.3 Résultats issus de l'étape d'identification	105
IV.1.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	105
IV.1.3.2 Résultats à différentes vitesses de refroidissement	110
IV.1.4 Analyse du processus d'identification	112
IV.1.4.1 Estimation des erreurs commises sur les identifications réalisées	113
IV.1.4.2 Validité d'une interpolation linéaire des coefficients	114

IV.2 Approche non-unifiée	116
IV.2.1 Formulation du modèle de comportement	116
IV.2.1.1 Partition de la déformation	116
IV.2.1.2 Seuil et critère de plasticité	117
IV.2.1.3 Écrouissage et loi d'évolution	117
IV.2.1.4 Lois d'écoulement additives	118
IV.2.1.5 Paramètres microstructuraux et métallurgiques permettant de décrire la plasticité des différentes phases	120
IV.2.1.6 Formulation dans un cas uni-axial	121
IV.2.1.7 Résumé	122
IV.2.2 Identification des paramètres	123
IV.2.2.1 Modules d'élasticité	123
IV.2.2.2 Paramètres liés à la résistance mécanique	124
IV.2.2.3 Paramètres liés à la plasticité de la phase β	125
IV.2.2.4 Paramètres d'écrouissage isotrope	126
IV.2.3 Résultats de la simulation	126
IV.2.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	127
IV.2.3.2 Résultats à différentes vitesses de refroidissement	131
IV.2.4 Analyse du processus d'identification	133
IV.2.4.1 Estimation des erreurs commises sur les identifications	133
IV.2.4.2 Validité d'une interpolation linéaire des coefficients	135
IV.2.5 Extension du modèle pour 950°C : effet du temps	136
IV.3 Conclusions partielles	137

Le chapitre III a montré que le comportement de l'alliage Ti-6Al-4V est influencé par son histoire thermomécanique au travers de trois paramètres, à savoir :

- la température,
- la vitesse de refroidissement,
- la vitesse de déformation.

Afin de prédire le comportement thermomécanique d'une pièce lors de la trempe, il est nécessaire de définir un modèle de comportement approprié pour tenir compte des variations de températures, de vitesses de déformation ainsi que des évolutions microstructurales initiées durant le refroidissement. Ce modèle pourra ensuite permettre la simulation par éléments finis d'une pièce complète lors de l'opération de trempe. Le présent chapitre s'intéresse à la définition et à l'identification de deux modèles de comportement thermomécanique :

- un modèle macroscopique unifié élasto-visco-plastique incluant un écrouissage isotrope et prenant en compte la microstructure et l'adoucissement par restauration statique du matériau,
- un modèle non-unifié basé sur une loi des mélanges de phases et faisant appel aux analyses microstructurales post-mortem réalisées dans le chapitre III.

Les paramètres des modèles présentés ont été identifiés sous différentes conditions thermiques et mécaniques proches de celles induites dans le procédé industriel. Ces conditions ont largement été évoquées dans le chapitre III. Les résultats de ces modélisations sont ensuite comparés avec les résultats des essais mécaniques. La validité de chacun des modèles est ensuite discutée.

IV.1 Approche unifiée

La formulation du modèle de comportement unifié, utilisé pour prédire le comportement thermomécanique de l'alliage Ti-6Al-4V, est présentée ci-après. Les paramètres du modèle sont ensuite identifiés et leurs évolutions avec la température et la vitesse de refroidissement sont discutées. Les simulations issues du modèle sont ensuite comparées avec les résultats des essais de traction/relaxation/traction réalisés. Un critère d'erreur permet d'analyser la qualité des prédictions obtenues. Enfin, les paramètres identifiés à différents niveaux sont interpolés aux températures intermédiaires afin de vérifier la robustesse du modèle.

IV.1.1 Formulation

Le modèle élasto-visco-plastique repose sur les hypothèses d'homogénéité et d'isotropie de l'alliage Ti-6Al-4V. Par simplification et pour des questions de clarté, la dépendance de certains coefficients du modèle avec la température n'est pas exprimée dans les équations.

IV.1.1.1 Partition de la déformation

L'hypothèse des petites perturbations permet de décomposer la déformation totale $\underline{\varepsilon}^t$ en une composante élastique $\underline{\varepsilon}^e$ et une composante plastique $\underline{\varepsilon}^p$:

$$\underline{\varepsilon}^t = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^p . \quad (\text{IV.1})$$

La relation contrainte – déformation en régime élastique est donnée par la loi de Hooke :

$$\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} \left(\underline{\varepsilon}^t - \underline{\varepsilon}^p \right) , \quad (\text{IV.2})$$

avec $\underline{\underline{C}}$ le tenseur d'élasticité dépendant des propriétés élastiques du matériau comme le coefficient de Poisson ν et le module d'Young E .

IV.1.1.2 Seuil et critère de plasticité

La transition entre les domaines de comportement élastique et plastique est basée sur le critère de von Mises :

$$f = \sigma_{eq} - \sigma_0 = 0 , \quad (\text{IV.3})$$

avec σ_0 la limite d'élasticité en traction et σ_{eq} la contrainte équivalente de von Mises. Cette dernière s'exprime en fonction du second invariant du tenseur déviateur des contraintes $J_2 = \frac{1}{2} \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}}$ [Hill 1998] tel que :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{3 J_2} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}}} , \quad (\text{IV.4})$$

avec $\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}}$, le déviateur du tenseur des contraintes.

IV.1.1.3 Écrouissage et loi d'évolution

Dans un matériau cristallin, la déformation plastique provient en général du mouvement des dislocations. La densité de ces dernières augmente en raison de la rencontre avec des obstacles qui ralentissent ou bloquent leurs mouvements [Dieter 1986, Hull 2011]. Cela engendre un durcissement du matériau. Deux mécanismes peuvent alors être envisagés : l'écrouissage isotrope et l'écrouissage cinématique [Rappaz 1998, Lemaitre 2009]. Ce dernier est difficilement évaluable du fait de la base d'essais considérée comprenant exclusivement des essais de traction monotone. Seul l'écrouissage isotrope sera donc considéré dans cette étude. En outre, comme cela a été montré en section III.3, l'effet de l'écrouissage isotrope est observé à partir de 800°C puis augmente avec la diminution de la température.

L'écrouissage isotrope R caractérise une dilatation de la surface de charge. Son évolution selon le critère de von Mises [Besson 2001] est donnée par :

$$f = \sigma_{eq} - (R + \sigma_0) , \quad (\text{IV.5})$$

avec R , la variable d'écrouissage isotrope.

Cette approche s'inscrit dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles [Lemaitre 2009]. Les lois d'états peuvent s'exprimer à l'aide d'un potentiel énergie libre ψ :

$$\varrho \psi = \varrho \psi^e + \varrho \psi^{in} , \quad (\text{IV.6})$$

ϱ étant la masse volumique du matériau et ψ^e , ψ^{in} étant respectivement les potentiels élastique et inélastique. Ces potentiels sont donnés par :

$$\varrho \psi^e = \frac{1}{2} \underline{\underline{C}} \underline{\underline{\varepsilon}}^e : \underline{\underline{\varepsilon}}^e , \quad (\text{IV.7})$$

$$\varrho \psi^{in} = \frac{1}{2} b Q r^2 , \quad (\text{IV.8})$$

b et Q étant les paramètres de l'écrouissage isotrope et r étant sa variable interne associée.

Les lois d'état sont alors déduites par dérivation du potentiel d'énergie libre :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \varrho \frac{\partial \psi^e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \underline{\underline{C}} \underline{\underline{\varepsilon}}^e , \quad (\text{IV.9})$$

$$R = \varrho \frac{\partial \psi^{in}}{\partial r} = b Q r . \quad (\text{IV.10})$$

Il est important de noter que les lois d'état permettent notamment l'ajout de certaines variables internes tels que des paramètres microstructuraux (taille de nodules, épaisseur de lamelles ...) représentant l'état interne de la matière mais dont la mesure est difficile à réaliser.

IV.1.1.4 Loi d'écoulement additive

On admet l'existence d'un potentiel d'écoulement visco-plastique Ω à partir duquel s'écrivent les équations d'évolutions des variables internes du modèle. Le potentiel d'écoulement s'exprime sous la forme :

$$\Omega = \Omega^p + \Omega^r , \quad (\text{IV.11})$$

Il peut être décomposé en un potentiel d'écoulement avec écrouissage Ω^p et un potentiel de restauration Ω^r [Lemaitre 2009] :

$$\Omega^p = \frac{K}{n+1} \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^{n+1} , \quad (\text{IV.12})$$

$$\Omega^r = \frac{a}{2} \frac{R^2}{b Q} . \quad (\text{IV.13})$$

K et n sont les paramètres de viscosité du matériau, c'est-à-dire de sa sensibilité à la vitesse de déformation tel que cela a été observé au-dessus de 600°C (section III.4). a est le paramètre de restauration statique.

La loi d'écoulement visco-plastique est donnée par dérivation de ce potentiel :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{\partial \Omega}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{\partial \Omega}{\partial f} \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \Omega^p{}'(f) \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} . \quad (\text{IV.14})$$

La relation précédente fait intervenir la vitesse de déformation plastique cumulée $\dot{p}$ tel que :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{3}{2} \frac{\underline{S}}{\sigma_{eq}} \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n = \frac{3}{2} \frac{\underline{S}}{\sigma_{eq}} \dot{p} , \quad (\text{IV.15})$$

$$\text{avec} \quad \dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\dot{\varepsilon}}^p : \underline{\dot{\varepsilon}}^p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n . \quad (\text{IV.16})$$

La restauration statique est un phénomène généralement observable à hautes températures [Montheillet 2009]. Elle a pour origine un réarrangement des dislocations induit par l'agitation thermique [Fabrègue 2000, Murry 2000]. Cela se traduit mécaniquement par une diminution, voire une annulation, de l'écrouissage ainsi que d'une relaxation importante des contraintes internes [Philibert 2002]. Cette partie est développée plus en détail dans la sous-section III.3.3.2 où l'effet de la restauration statique sur le comportement mécanique est discuté. Le potentiel de restauration Ω^r (Eq. (IV.13)) permet de prendre en compte ce phénomène. Le paramètre d'état de l'écrouissage isotrope r est introduit sous forme différentielle afin de satisfaire la loi de normalité :

$$\dot{r} = -\frac{\partial \Omega}{\partial R} = -\frac{\partial \Omega^p}{\partial R} - \frac{\partial \Omega^r}{\partial R} . \quad (\text{IV.17})$$

Le développement de cette équation donne [Wang 2009a] :

$$\dot{r} = \dot{p}(1 - b r) - a r , \quad (\text{IV.18})$$

$$\text{avec } R = b Q r . \quad (\text{IV.19})$$

IV.1.1.5 Paramètre microstructural pertinent pour décrire le comportement sous différentes vitesses de refroidissement

La vitesse de refroidissement peut influencer l'évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} (sous-sections I.1.4, III.2.2). Un refroidissement lent fera germer et grossir un nombre faible de lamelles épaisses alors qu'un refroidissement rapide créera une population plus importante de lamelles fines [Katzarov 2002]. Les observations au MEB et l'analyse d'images présentées en section III.2.2 ont permis d'élaborer une relation empirique pour décrire l'épaisseur des lamelles L en fonction de la vitesse de refroidissement $\dot{\theta}$:

$$L = 66,7 \cdot 10^{-3} \dot{\theta}^{-1} \quad [\text{mm}] . \quad (\text{IV.20})$$

Lors de la déformation plastique du matériau, l'augmentation du nombre de lamelles (épaisseur fine) entraîne une augmentation des interfaces bloquant ainsi le mouvement des dislocations. Il en résulte alors une augmentation de la résistance du matériau (sous-section III.2.3). Celle-ci est parfois modélisée par un paramètre matériau, comme la taille de grain par exemple, insérée sous forme multiplicative à la loi d'écoulement [Chandra 2002, Dubiez-Le Goff 2003, Gollapudi 2007, Vanderhastén 2007]. Chandra a notamment listé les différents modèles de fluage qui prennent en compte la taille de grain dans la loi d'écoulement. La résistance du matériau peut dépendre alors du paramètre K ainsi que des paramètres microstructuraux. De manière analogue, le paramètre K peut être relié à l'épaisseur des lamelles α_{II} (L) tel que :

$$K = K_2 L^{-n_L} , \quad (\text{IV.21})$$

avec K_2 et n_L des variables du matériau. La résistance mécanique de l'alliage dépend alors de l'épaisseur des lamelles. Plus elles sont fines, plus l'alliage sera résistant.

IV.1.1.6 Formulation dans un cas uni-axial

L'identification des paramètres est réalisée sur des essais de traction monotone uni-axiaux. Dans ces conditions, la contrainte équivalente de von Mises σ_{eq} est exprimée par la contrainte de traction σ . Le critère de charge s'écrit alors :

$$f = |\sigma| - R - \sigma_0 . \quad (\text{IV.22})$$

La loi de Hooke peut-être écrite par :

$$\sigma = E \varepsilon^e = E (\varepsilon^t - \varepsilon^p) . \quad (\text{IV.23})$$

La loi d'écoulement (EQ. (IV.15)) est réduite à :

$$\dot{\varepsilon}^p = \dot{p} \frac{\sigma}{|\sigma|} = \dot{p} \operatorname{sign}(\sigma) \Rightarrow \dot{p} = |\dot{\varepsilon}^p| , \quad (\text{IV.24})$$

$$\text{avec } \dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n . \quad (\text{IV.25})$$

L'écroutissage isotrope étant une variable scalaire, son expression dans un espace tri-dimensionnel (EQ. (IV.18)) reste inchangée dans un espace uni-dimensionnel.

IV.1.1.7 Résumé

Les formulations multi-axiale et uni-axiale du modèle unifié sont résumées dans le tableau IV.1.

	Formulation multi-axiale	Formulation uni-axiale
Critère de plasticité	$f = \sigma_{eq} - R - \sigma_0$	$f = \sigma - R - \sigma_0$
Loi de Hooke	$\underline{\sigma} = \underline{C} (\underline{\varepsilon}^t - \underline{\varepsilon}^p)$ avec $\underline{C} = \underline{C}(E, \nu)$	$\sigma = E \varepsilon^e = E (\varepsilon^t - \varepsilon^p)$
Loi d'écoulement	$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{S}}{\sigma_{eq}}$ avec $\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n = \sqrt{\frac{2}{3}} \underline{\dot{\varepsilon}}^p : \underline{\dot{\varepsilon}}^p$	$\dot{\varepsilon}^p = \dot{p} \operatorname{sign}(\sigma)$ avec $\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n = \dot{\varepsilon}^p $
Paramètre microstructural	$K = K_2 L^{-n_L}$ avec $L = 66,7 \cdot 10^{-3} \dot{\theta}^{-1}$	
Écroutissage isotrope	$\dot{r} = \dot{p} (1 - b r) - a r$ $R = b Q r$	

TAB. IV.1 – Tableau récapitulatif de la formulation du modèle unifié

Dans le cas où le phénomène de restauration statique est négligé ($a = 0$) alors R s'intègre analytiquement :

$$R = Q \left(1 - e^{-bp} \right) , \quad (\text{IV.26})$$

et la contrainte peut s'écrire :

$$\sigma = \sigma_v + R + \sigma_0 , \quad (\text{IV.27})$$

$$\text{avec } \sigma_v = K |\dot{\varepsilon}^p|^{1/n} \text{ la contrainte visqueuse.} \quad (\text{IV.28})$$

IV.1.2 Identification des paramètres

Pour modéliser le comportement thermomécanique de l'alliage Ti-6Al-4V grâce au modèle unifié, quatre ensembles de paramètres sont nécessaires :

- les propriétés élastiques : E et σ_0 ,
- les paramètres décrivant la viscosité : K et n ,
- les paramètres de l'écrouissage isotrope : Q , b et a ,
- les paramètres des variables internes en lien avec l'évolution de la microstructure induite par les différentes vitesses de refroidissement : K_2 et n_L .

Tous ces paramètres, à l'exception de K_2 et n_L , ont été identifiés pour chaque température d'essai afin de tenir compte de l'effet de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V.

L'impact de la vitesse de refroidissement est ensuite modélisé en se basant sur cette première identification.

À l'issue de ces deux étapes, un processus d'optimisation automatique des paramètres est mis en œuvre afin de minimiser l'écart entre la contrainte expérimentale et celle fournie par le modèle de comportement.

IV.1.2.1 Méthodologie d'identification des paramètres

L'identification des paramètres du modèle se fait en plusieurs étapes. La température prise pour exemple dans cette sous-section est 700°C. Les courbes illustrant ces étapes sont présentées en annexe C.

Étape 1 (identification de E , K , n) : Elle consiste à estimer les valeurs du module d'élasticité E et des paramètres K et n du modèle de comportement. Dans un premier temps, les essais de relaxation sont utilisés pour décrire la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation. Ils permettent en effet de considérer des vitesses de déformation comprises entre $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-2} s^{-1} représentatives des vitesses de déformation rencontrées pendant la trempe d'une pièce industrielle. Lors de l'essai de relaxation, l'équation (IV.23) entraîne que :

$$-\frac{\dot{\sigma}}{E} = \dot{\varepsilon}^p, \quad (\text{IV.29})$$

$$\text{avec } \sigma_v = \sigma - (R + \sigma_0) = \sigma - \sigma_i, \quad (\text{IV.30})$$

σ_i étant la contrainte interne présente en fin de relaxation. Il est alors possible de tracer l'évolution de la contrainte visqueuse σ_v en fonction de la vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon}^p$. La figure IV.1 illustre cette évolution à 700°C pour des éprouvettes ayant subi un refroidissement de 60°C/min et des vitesses de déformation différentes. Cette courbe, exprimée en échelle bi-logarithmique, permet une première estimation des paramètres K et n .

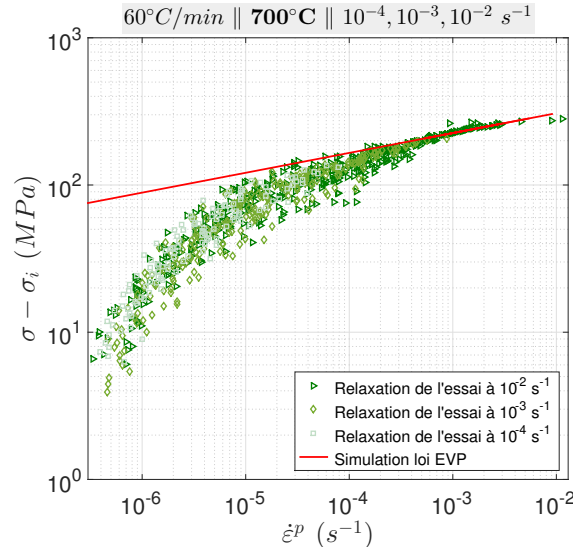


FIG. IV.1 – Identification des paramètres de viscosité à l'aide des courbes de relaxation

Étape 2 (identification de σ_0 , Q , b) : L'étape suivante consiste à introduire dans le modèle l'effet de la contrainte non-visqueuse $\sigma_i = \sigma_0 + R$. Ainsi, la limite d'élasticité σ_0 est déterminée et l'écrouissage isotrope est ajouté au travers des paramètres Q et b .

À basses températures ($\theta < 500^\circ\text{C}$), le modèle décrit parfaitement la relaxation des contraintes. Cependant, à hautes températures ($\theta \geq 500^\circ\text{C}$), seule la première partie de la relaxation est bien prédite. À cette étape de la modélisation, on considère que l'écrouissage n'évolue pas durant la relaxation. Or il a été montré qu'à hautes températures (sous-section III.3.3.2), un phénomène de restauration statique peut, grâce à l'énergie fournie par la température, réarranger les dislocations [Fabrègue 2000, Murry 2000]. Cela entraîne une baisse de l'écrouissage [Kerisit 2012] et une chute de contrainte pendant la relaxation [Hull 2011] dont le modèle ne peut tenir compte, surestimant la contrainte en fin de relaxation.

Étape 3 (Identification de a) : Un paramètre de restauration statique a est donc ajouté au modèle. Il permet une bonne prédiction de la chute de contrainte en fin de relaxation pour les températures supérieures ou égale à 500°C . Les résultats de l'identification des paramètres à 700°C pour l'alliage Ti-6Al-4V ayant subi un refroidissement de $60^\circ\text{C}/\text{min}$ sont présentés sur la figure IV.2.

Le paramètre de restauration statique améliore également la prédiction de la courbe de traction pour la vitesse de déformation la plus basse (10^{-4} s^{-1}). En effet, lorsque la vitesse de chargement est faible, les effets de restauration deviennent significatifs. Il y a alors une "accommodation" du matériau avec la température, entraînant une baisse de la contrainte. Enfin le second chargement est bien reproduit car la contrainte en fin de relaxation est assez bien prédite.

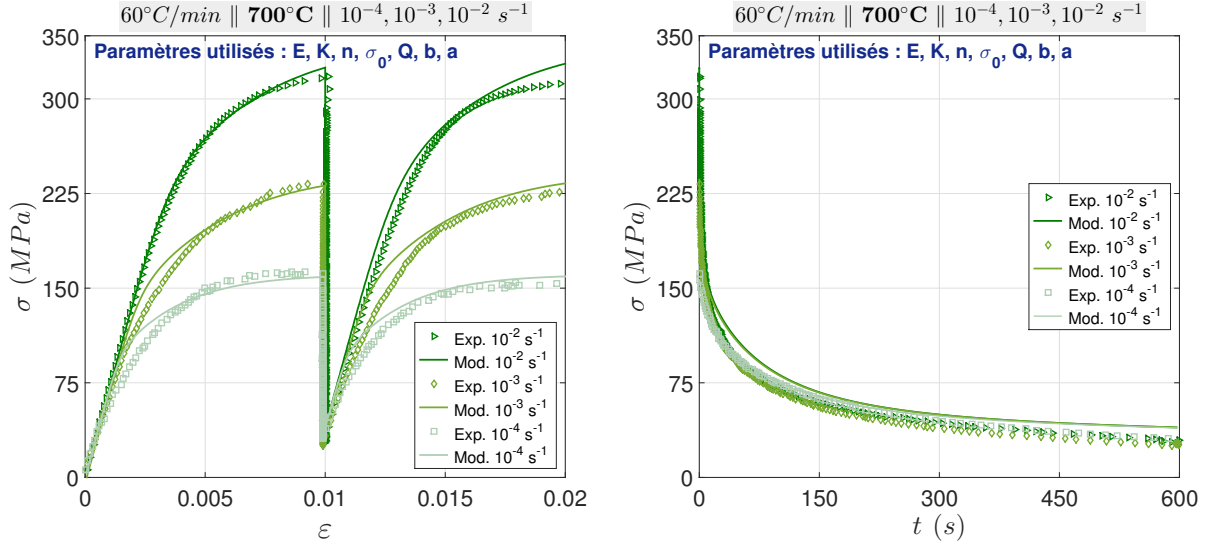
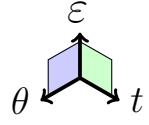


FIG. IV.2 – Résultat de l'identification des paramètres du modèle unifié à 700°C pour une vitesse de refroidissement de $60^\circ\text{C}/\text{min}$ (étape 3) sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite)



Vérification de l'identification : Les différents paramètres du modèle unifié sont donc identifiés. Le modèle simulé peut être comparé aux données de relaxation des contraintes comme cela a été réalisé pour l'identification des paramètres de viscosité (FIG. IV.1). Le résultat est présenté sur la figure IV.3.

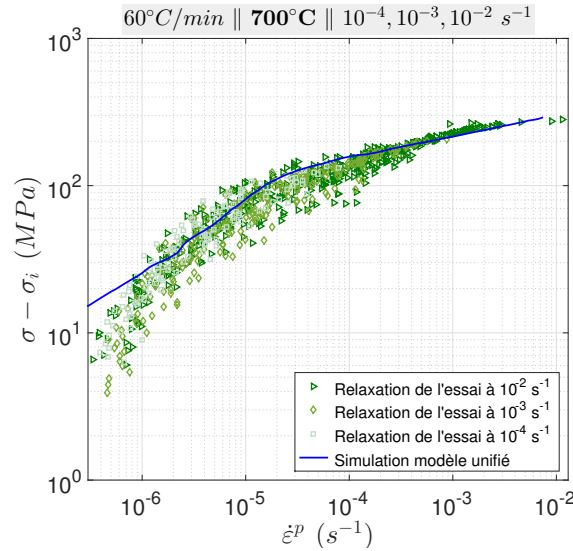
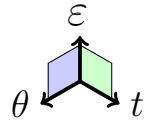


FIG. IV.3 – Simulation de la relaxation grâce au modèle unifié et comparaison avec l'expérimental



Le modèle prédit globalement bien le comportement. Il est cependant limité, dans le cas présenté, quand les vitesses sont inférieures à 10^{-6} s^{-1} . C'est la raison pour laquelle il y a un faible décalage de contraintes internes entre celles prédites par le modèle et celles obtenues grâce aux essais mécaniques.

Un jeu de paramètres est alors identifié à 700°C et pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min. La formulation du modèle unifié permet de tenir compte de la viscosité et de l'écrouissage incluant un terme de restauration statique activé à hautes températures. Les coefficients du modèle unifié sont donnés dans le tableau A.3 en annexe. La dernière étape s'intéresse à la prise en compte de l'influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement.

Étape 4 (identification de K_2 , L , n_L) : Il a été montré précédemment (section III.2) que la vitesse de refroidissement influence l'épaisseur des lamelles α_{II} . Cela a pour effet une résistance mécanique différente de l'alliage Ti-6Al-4V (sous-section III.2.3). L'évolution de l'épaisseur des lamelles avec la vitesse de refroidissement est connue et décrite par l'équation (IV.20). La relation entre le paramètre de résistance K et l'épaisseur de lamelles α_{II} a été proposée avec l'équation (IV.21) ($K = K_2 L^{-n_L}$). Deux paramètres sont alors à déterminer K_2 et n_L . Pour cela, les valeurs de K identifiées aux différentes vitesses de refroidissement et à différentes températures sont reliées aux épaisseurs des lamelles α_{II} (FIG. IV.4). Une régression par la méthode des moindres carrés est alors effectuée à chacune des températures étudiées afin de déterminer les valeurs de K_2 et n_L .

Comme cela sera présenté par la suite (FIG. IV.7 – (a)), le paramètre K évolue avec la température. De ce fait, on peut supposer qu'il en est de même pour le paramètre K_2 . En revanche, l'exposant n_L est associé à une épaisseur de lamelles qui n'évolue plus en dessous de 800°C (sous-section III.2.2). Il sera donc considéré comme constant.

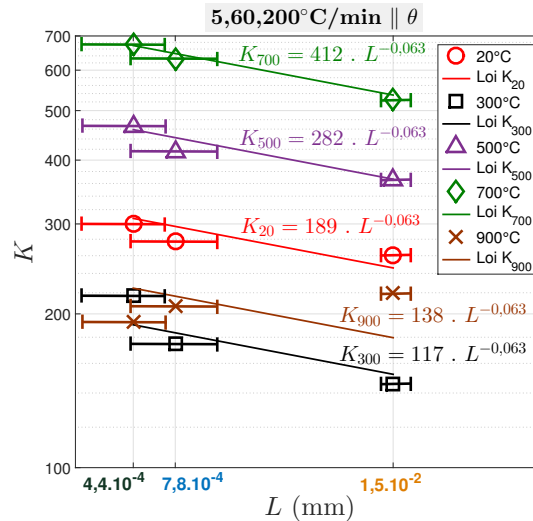
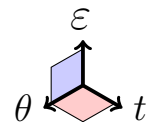


FIG. IV.4 – Variation du paramètre de résistance K en fonction de l'épaisseur de lamelles L à différentes températures



À 900°C, l'alliage se situe dans le domaine de germination et de croissance des lamelles α_{II} (voir diagramme TRC, FIG. I.10). À cette température, la microstructure évolue donc durant l'essai (section III.2) ce qui rend difficile la détermination de l'épaisseur des lamelles

(sous-section II.3.3). De plus, il semblerait que les lamelles ne soient pas assez développées lors du premier chargement de l'essai de traction, ce qui a un effet sur la réponse mécanique (sous-section III.2.3). L'alliage apparaît plus résistant lors d'un refroidissement lent, soit le contraire des phénomènes observés aux températures inférieures à 800°C. En conséquence, l'évolution du paramètre K avec la vitesse de refroidissement est inversée par rapport aux autres températures. La loi $K = f(L)$ (Eq. (IV.21)) avec un paramètre n_L constant à toutes les températures, ne permet pas de prédire l'évolution de K en fonction de l'épaisseur des lamelles L à 900°C.

En revanche, pour les autres températures étudiées, la prise en compte de la micro-structure permet de prédire correctement le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V ayant subi différents refroidissements. Pour exemple, le comportement à 700°C après différents refroidissements est présenté sur la figure IV.5.

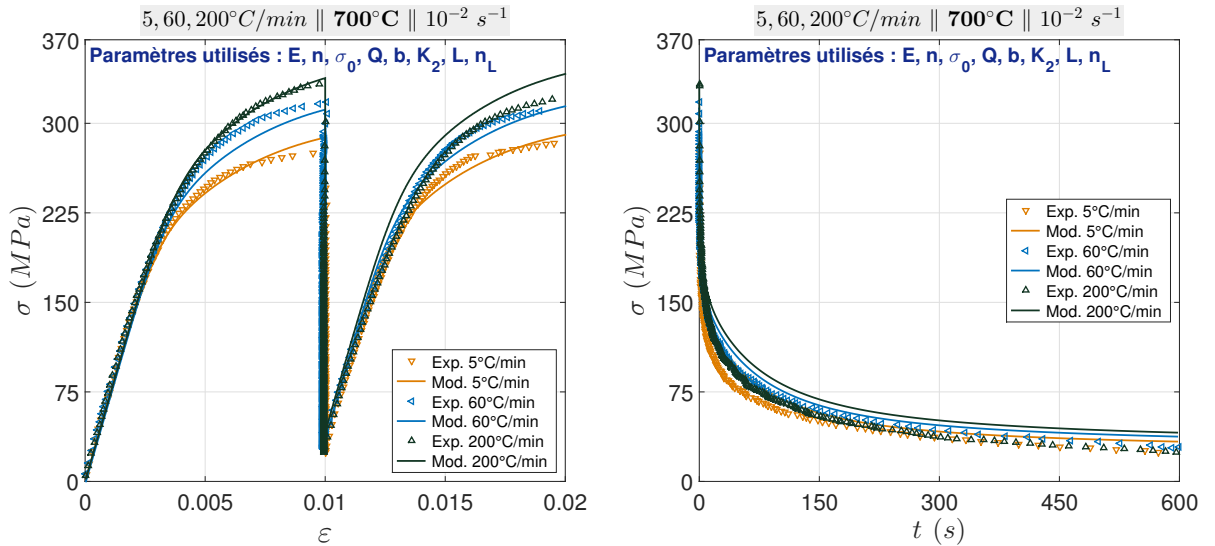
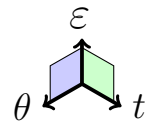


FIG. IV.5 – Simulation des paramètres du modèle unifié à 700°C pour différentes vitesses de refroidissement (étape 4) sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite)



Les évolutions de ces paramètres avec la température issues de cette méthodologie d'identification sont présentées dans les sous-sections suivantes.

IV.1.2.2 Propriétés élastiques

Les valeurs du module d'Young sont obtenues par mesure directe sur les courbes des essais de traction (sous-section III.1.1). Elles sont présentées en figure IV.6 – (a). La limite d'élasticité est identifiée à différentes températures. Elle est faible au-dessus de 700°C et augmente progressivement entre 600°C et 20°C (FIG. IV.6 – (b)).

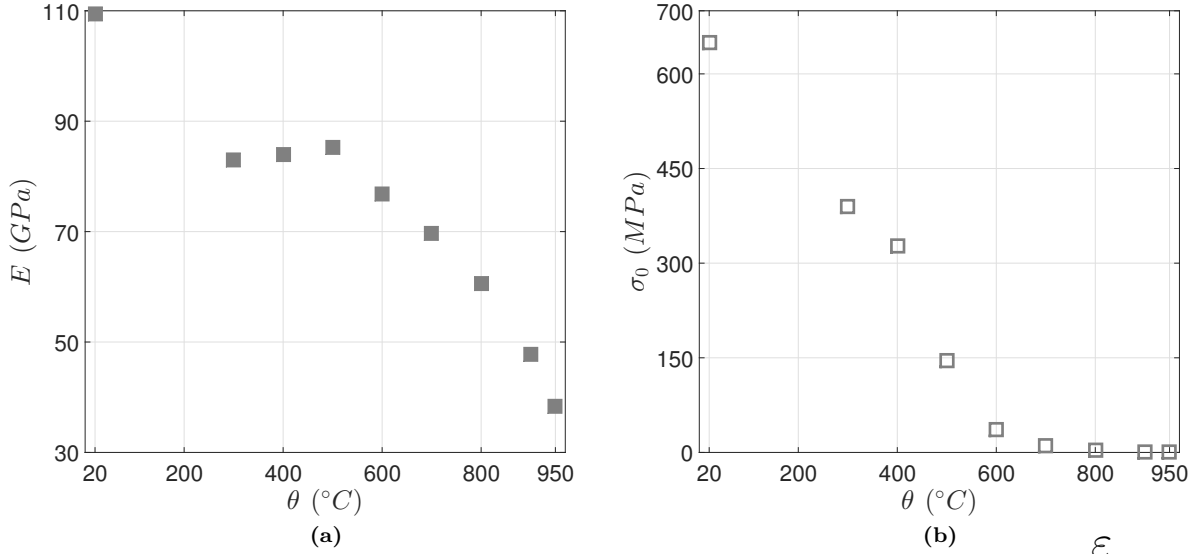
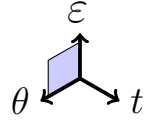


FIG. IV.6 – Évolution (a) du module d'Young et (b) de la limite d'élasticité avec la température



IV.1.2.3 Paramètres de viscosité

Les paramètres K et n de la loi de viscosité sont utilisés pour décrire le comportement visco-plastique de l'alliage Ti-6Al-4V. L'évolution du paramètre K avec la température a été déterminée. Celui-ci agit d'une part sur l'augmentation des contraintes (écrouissage) et d'autre part sur la diminution des contraintes (relaxation) dans le matériau. Comme cela est présenté sur la figure IV.7 – (a), un parallèle peut être fait entre K et le niveau de contraintes relaxées ($\sigma_{1\%} - \sigma_i$). Entre 950 $^{\circ}\text{C}$ et 900 $^{\circ}\text{C}$, le comportement du matériau est essentiellement visco-plastique. Comme il n'y a pas d'écrouissage qui intervient (section III.3.1), seul le paramètre K agit sur la relaxation des contraintes du matériau. Par hypothèse, les deux courbes sont ajustées pour être confondues à ces températures afin de mettre en évidence la corrélation entre K et le niveau de contrainte relaxées.

Entre 800 $^{\circ}\text{C}$ et 20 $^{\circ}\text{C}$, un décalage est observé entre les valeurs du paramètre K et le niveau de relaxation des contraintes. Cela signifie que le paramètre K n'est plus suffisant pour prédire la relaxation des contraintes dans le matériau. L'ajout d'un paramètre de restauration statique a a permis d'améliorer les résultats fournis par le modèle. Son évolution est présentée en sous-section suivante.

L'évolution du paramètre K avec la température présente un pic qui est semblable à celui observé sur certains alliages métalliques [Lemaitre 2009]. Cependant, il n'est pas courant de voir des valeurs de K plus basses à 400 $^{\circ}\text{C}$ et 300 $^{\circ}\text{C}$ qu'à 20 $^{\circ}\text{C}$. Cette évolution à 400 $^{\circ}\text{C}$ et 300 $^{\circ}\text{C}$ est peut-être à mettre en lien avec l'évolution singulière du module d'élasticité présentée en section III.1.1 et observée pour ces mêmes températures. En effet, si le module est plus faible alors les contraintes atteintes dans le domaine plastique pour une même déformation seront plus basses. Le paramètre K identifié sera alors plus petit.

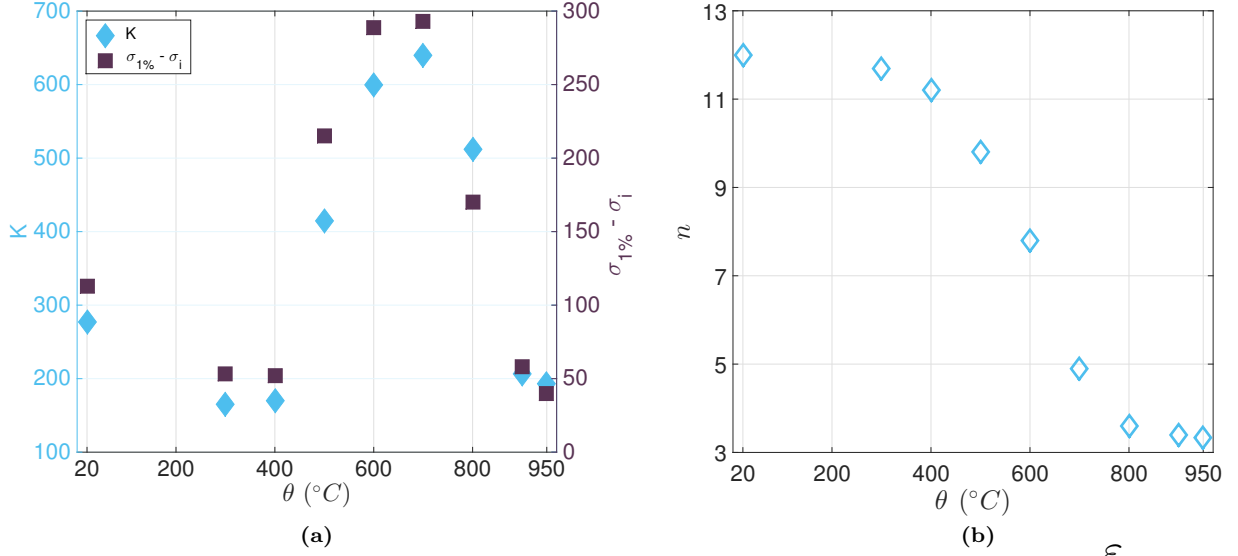


FIG. IV.7 – Évolution (a) du paramètre K et du niveau de contraintes relaxées et (b) du paramètre n avec la température

L'évolution du paramètre n avec la température a également été déterminée (FIG. IV.7 – (b)). La forme sigmoïdale de cette courbe traduit bien le fait qu'aux hautes températures l'alliage a un comportement visqueux plus marqué et dépendant de la vitesse de déformation alors qu'aux basses températures la viscosité diminue.

IV.1.2.4 Paramètres d'écrouissage isotrope

Les variations des paramètres Q et b , décrivant l'écrouissage isotrope, avec la température sont reportées sur les figures IV.8 – (a & b). Ces évolutions traduisent bien l'augmentation progressive de l'écrouissage dont l'effet est visible dès 800 $^{\circ}\text{C}$.

Le paramètre a diminue lorsque la température baisse (FIG. IV.8 – (c)). Il permet une meilleure description de la réponse mécanique aux basses vitesses de déformation ainsi que des relaxations de contraintes pour les températures comprises entre 800 $^{\circ}\text{C}$ et 500 $^{\circ}\text{C}$. La valeur de celui-ci à 400 $^{\circ}\text{C}$ et 300 $^{\circ}\text{C}$ ne semble pas suivre la tendance des autres températures. La contrainte interne en fin de relaxation dépend du traitement thermique et du refroidissement qui lui sont associés (sous-sections I.1.4, III.2). Au cours du processus d'identification, la valeur de la contrainte interne obtenue est influencée par les paramètres E , σ_0 , K , Q , b et a . Le module d'élasticité E et le paramètre de résistance K montrent des évolutions singulières qui influencent la valeur du paramètre de restauration statique a . En effet, des valeurs de E et de K plus petites entraînent l'obtention d'un niveau de contraintes en fin de relaxation plus faible. L'effet du paramètre de restauration a doit alors être moins important pour atteindre le niveau de contrainte interne expérimentalement obtenu.

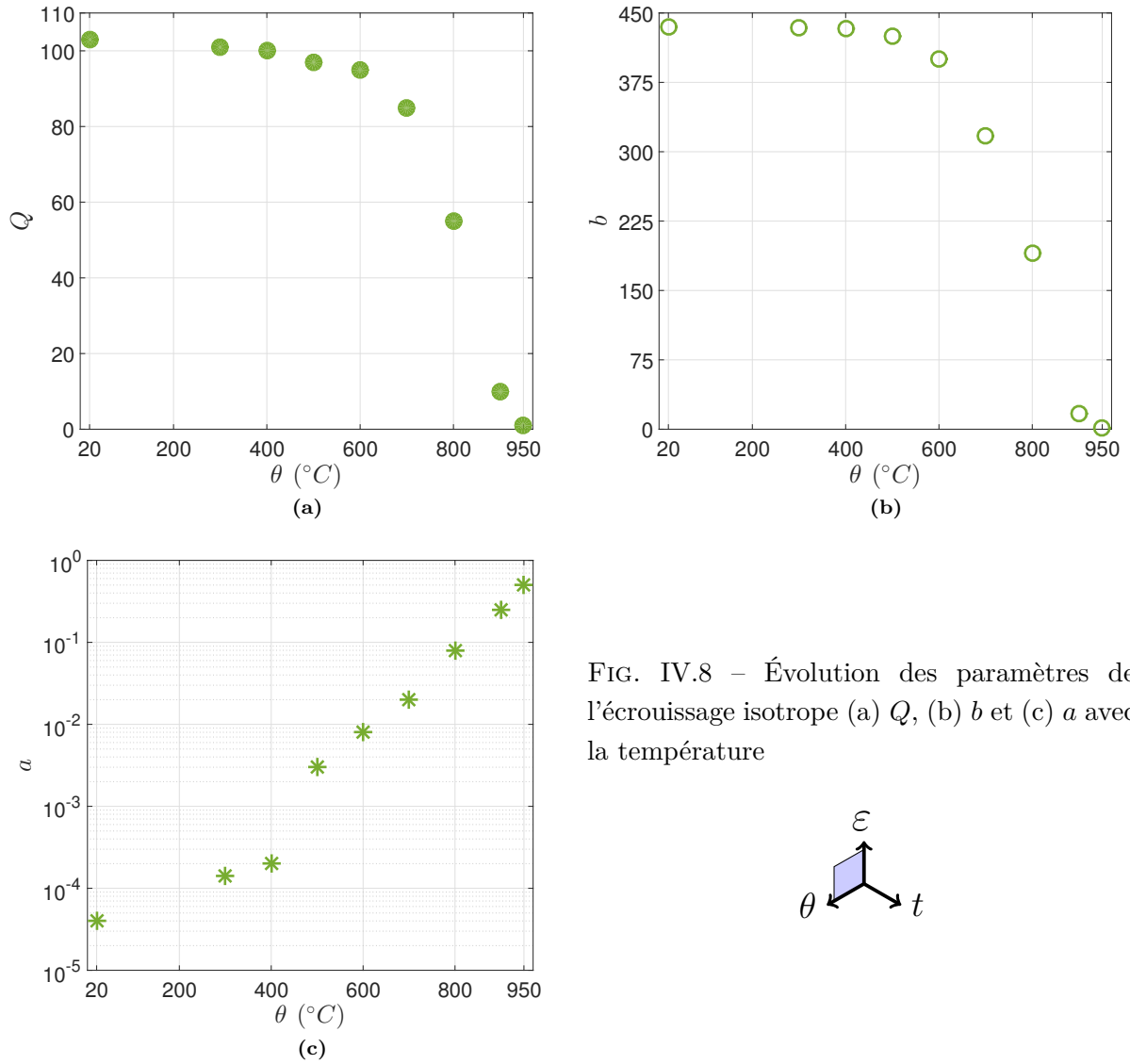
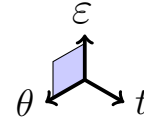
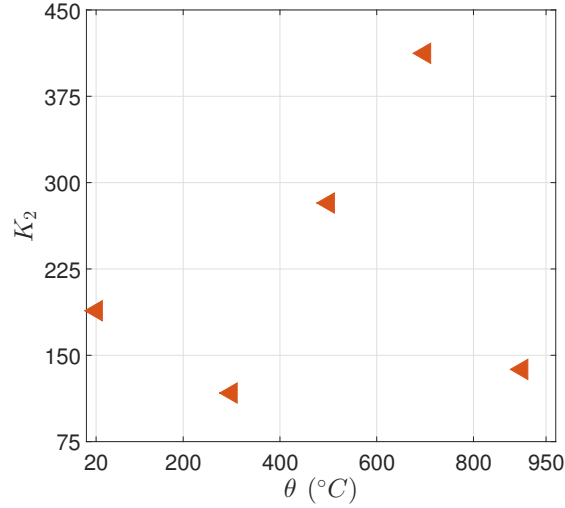
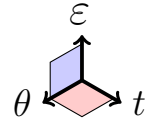


FIG. IV.8 – Évolution des paramètres de l'écrouissage isotrope (a) Q , (b) b et (c) a avec la température



IV.1.2.5 Paramètres microstructuraux en lien avec la vitesse de refroidissement

Comme évoqué précédemment, les trois vitesses de refroidissement (5, 60 et 200°C/min) induisent des épaisseurs de lamelles L différentes. Le paramètre de résistance K est relié à l'épaisseur de lamelles L via deux variables K_2 et n_L (EQ. (IV.21)). Ces coefficients ont été identifiés en fonction de la température (FIG. IV.4). Le paramètre n_L a été considéré comme constant. L'évolution de K_2 avec la température ainsi identifiée est donnée sur la figure IV.9. Elle est analogue à celle du paramètre K identifié précédemment.

FIG. IV.9 – Évolution du paramètre K_2 en fonction de la température

Les valeurs des différents coefficients du modèle unifié sont données en annexe A dans les tableaux A.3 et A.4.

IV.1.3 Résultats issus de l'étape d'identification

Les simulations fournies par le modèle de comportement sont présentées température par température et sont comparées avec les résultats expérimentaux. Dans un premier temps, les résultats des essais mécaniques en considérant une vitesse de refroidissement préalable de 60°C/min sont présentés. Ils sont suivis par les résultats issus de différentes vitesses de refroidissement.

IV.1.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min

Les réponses contraintes – déformations expérimentales et simulées pour les essais réalisés à différentes températures et différentes vitesses de déformation sont reportées sur les figures IV.10, IV.11 et IV.12.

Les essais à 950°C et 900°C sont présentés sur les figures IV.10 – (a & b). L'alliage présente un phénomène de *yield point*, généralement observé pour certains matériaux cubiques centrés [Hull 2011, Smallman 2014] comme c'est le cas de l'alliage Ti-6Al-4V dont la phase β (CC) est prédominante à ces températures élevées. Comme évoqué précédemment (sous-section III.4.2), ce phénomène représente en général un ancrage/déancrage de dislocations dans une atmosphère de Cottrell [Cottrell 1948]. En effet, la température est suffisamment haute pour piéger les dislocations jusqu'à une certaine contrainte seuil [Johnston 1959] (sous-section III.4.2). Le modèle développé ne permet pas de décrire ce type de phénomène. Dans la majorité des cas, le modèle permet cependant de prédire de manière satisfaisante les niveaux de contrainte après le pic.

À 900°C, le temps de maintien de 10 minutes favorise l'épaississement des lamelles α_{II} , ce qui a pour effet une augmentation de la résistance de l'alliage. Cette évolution n'est pas prise en compte dans le modèle de comportement.

Le modèle décrit bien le comportement du matériau pour les températures de 800°C, 700°C et 500°C. En revanche, le modèle reproduit moins bien le comportement à 600°C (FIG. IV.11 – (b)). Sur le premier chargement, des écarts sont observés entre les réponses $\sigma - \varepsilon$ expérimentales et simulées. Le modèle, au travers du paramètre de viscosité n , permet de prédire l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement. Une vitesse de déformation plus grande rendra le matériau plus résistant. À 900°C, 800°C et 700°C, cela se traduit par un écart de contrainte plus important entre les essais conduits à 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} qu'entre les essais effectués à 10^{-4} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} . À 600°C, l'écart de contrainte observé est plus important entre les essais à 10^{-3} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} , ce que le modèle ne peut reproduire. Les mêmes écarts sont observés lors du second chargement ce que le modèle ne peut également pas reproduire. La relaxation quant à elle est bien prédite. Le modèle décrit de manière satisfaisante le comportement aux températures de 400°C, 300°C et 20°C (FIG. IV.12), le phénomène PLC n'étant pas modélisé.

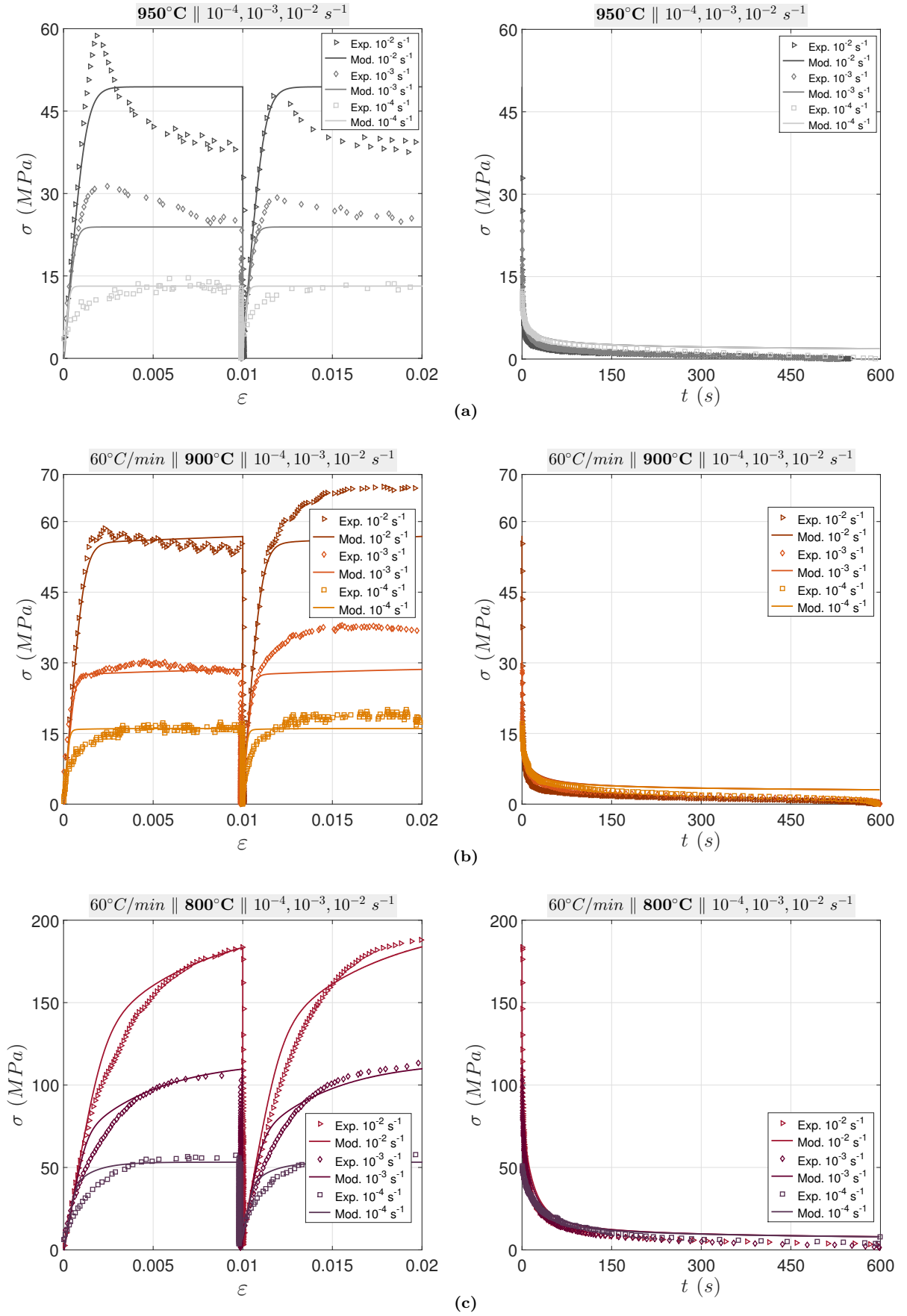
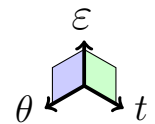


FIG. IV.10 – Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



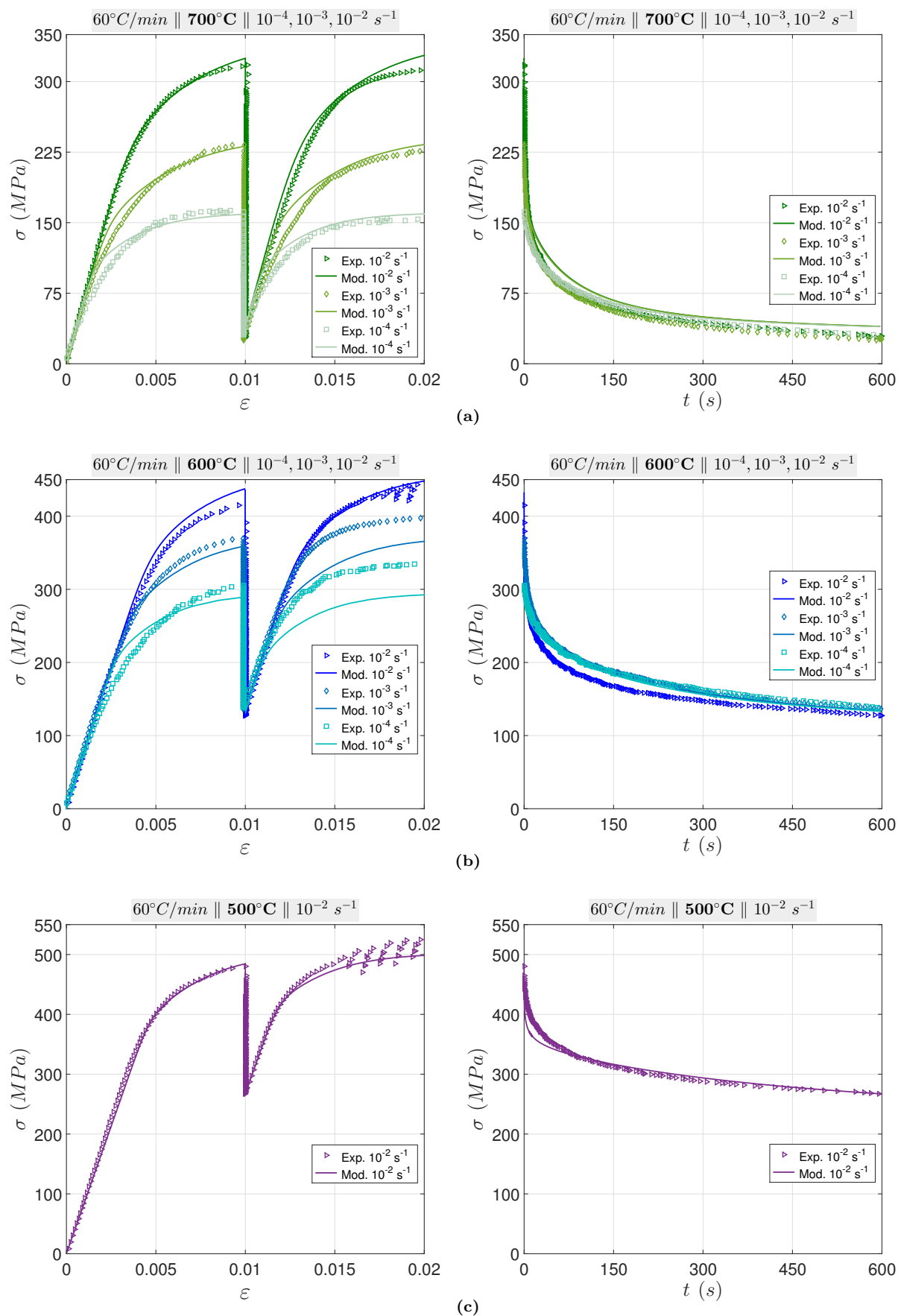
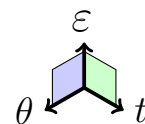


FIG. IV.11 – Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 700°C, (b) 600°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



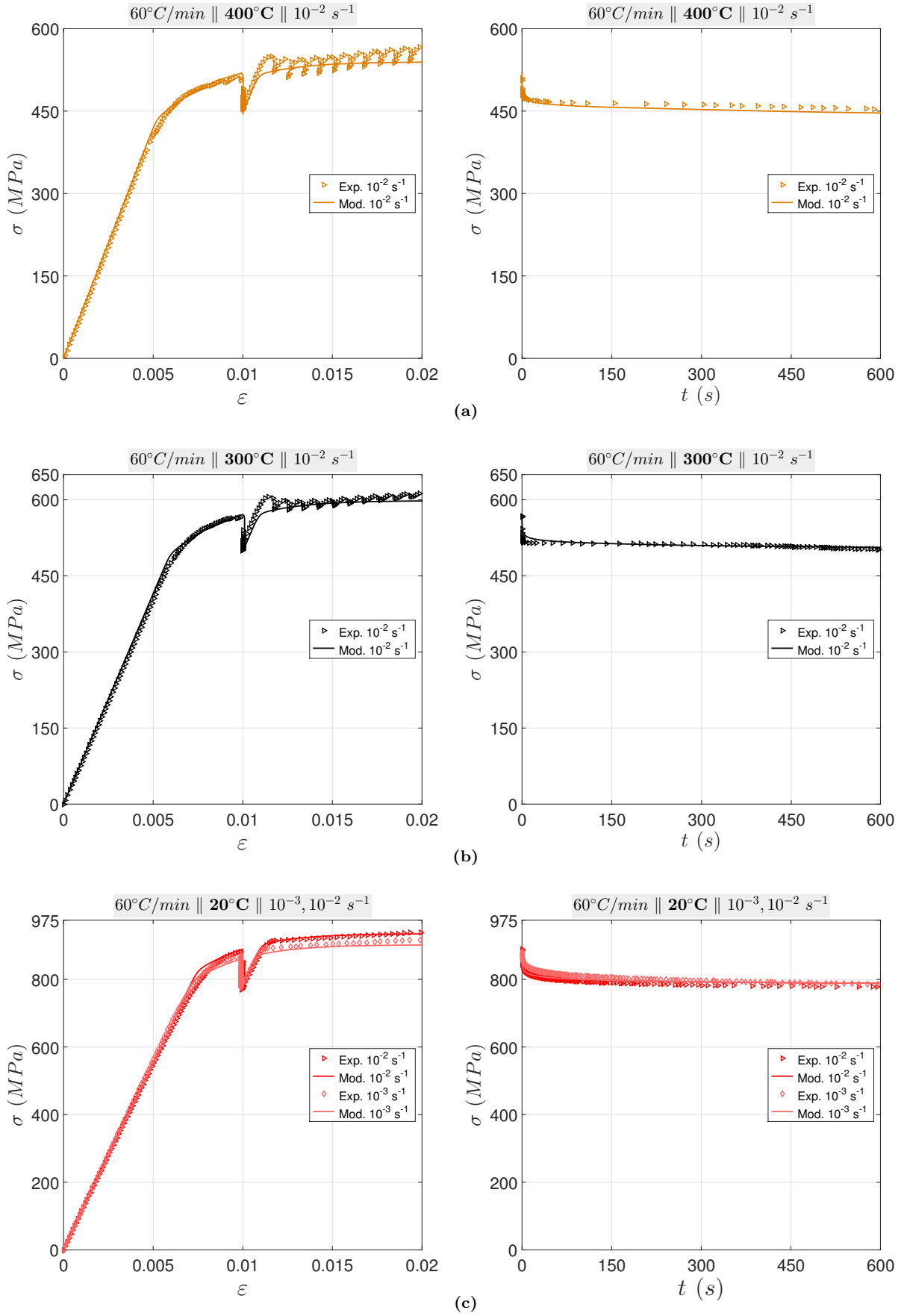
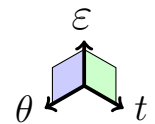


FIG. IV.12 – Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 400°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.1.3.2 Résultats à différentes vitesses de refroidissement

Cette partie présente la capacité du modèle proposé à tenir compte de l'influence de la vitesse de refroidissement sur la réponse contrainte – déformation. Les réponses fournies par le modèle de comportement sont comparées avec les résultats expérimentaux sur les figures IV.13 et IV.14.

La prise en compte de l'évolution de l'épaisseur des lamelles dans le modèle (FIG. IV.4) ne permet pas de bien décrire le comportement à 900°C durant le premier chargement (FIG. IV.13 – (a)) pour les raisons évoquées précédemment (sous-sections II.3.3, III.2.2 et III.2.3). La relaxation de contraintes durant la phase de maintien en déformation est correctement reproduite. Durant le temps de maintien en déformation, les lamelles α_{II} grossissent entraînant une augmentation de la résistance de l'alliage lors du second chargement (sous-section III.2.3) que le modèle ne peut prédire.

Le comportement à 700°C est globalement bien reproduit pour les trois vitesses de refroidissement (FIG. IV.13 – (b)).

Pour les températures inférieures ou égales à 500°C, la première montée en charge est bien décrite pour toutes les conditions examinées (FIG. IV.13 – (c)). La relaxation de contraintes semble moins bien prédite par le modèle. L'écart de contrainte interne observé en fin de relaxation pourrait être attribué à un fluage primaire du titane [Ankem 1986] (sous-section III.2.3.3). Ce fluage a pour effet une relaxation des contraintes qui peut dépendre de l'épaisseur des lamelles α_{II} [Imam 1979, Suri 1997] et de la taille des nodules α_I [Ramesh 2002, Doraiswamy 2003, Aiyangar 2005]. Le modèle proposé ne peut prédire ce phénomène.

Les réponses mécaniques du second chargement pour les essais à 300°C sont moins bien décrites. Ceci en raison d'une mauvaise prédiction de la relaxation de contraintes ainsi que d'une contrainte expérimentale supérieure au premier chargement provenant du phénomène PLC.

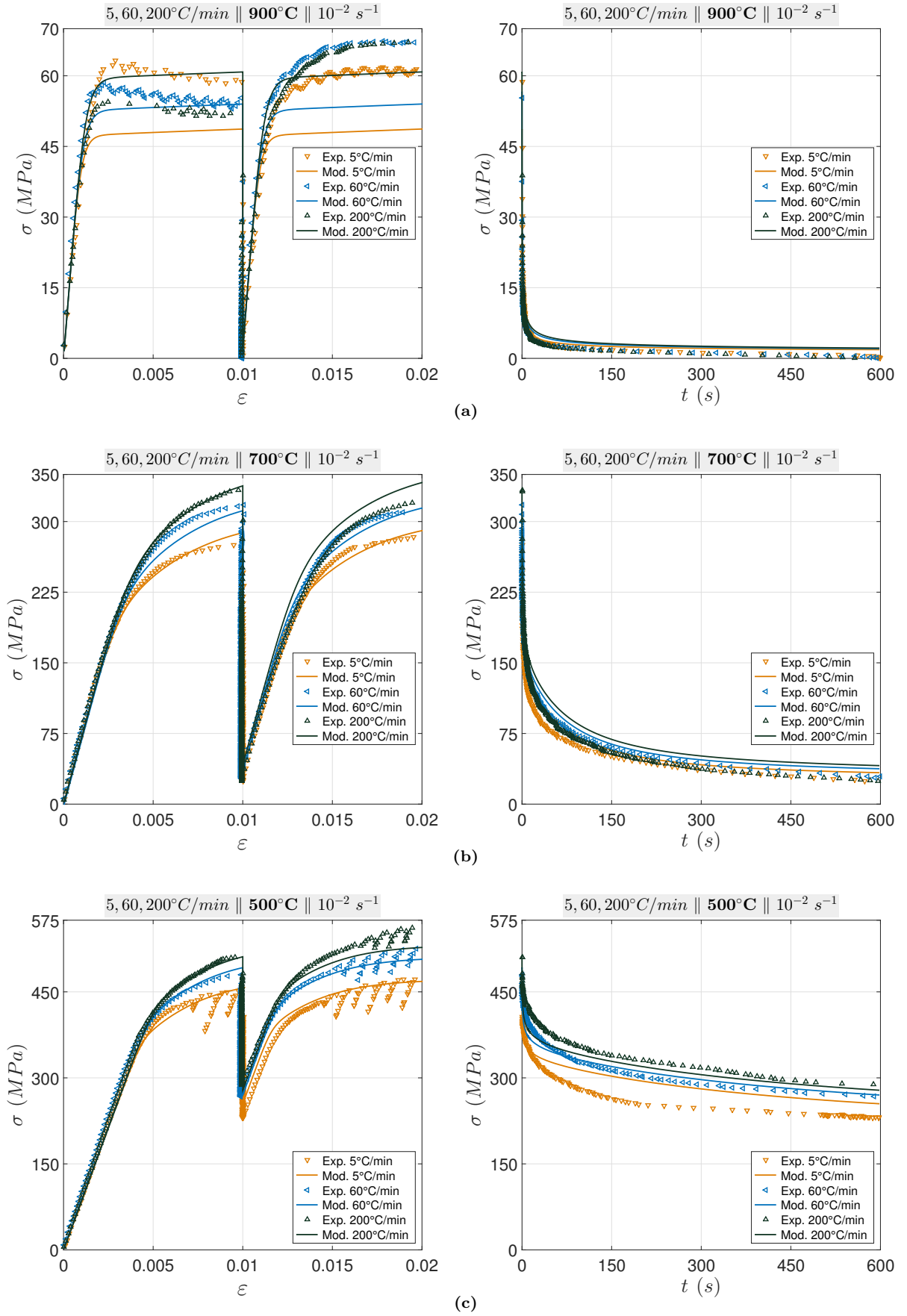
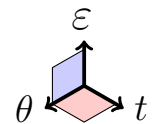


FIG. IV.13 – Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



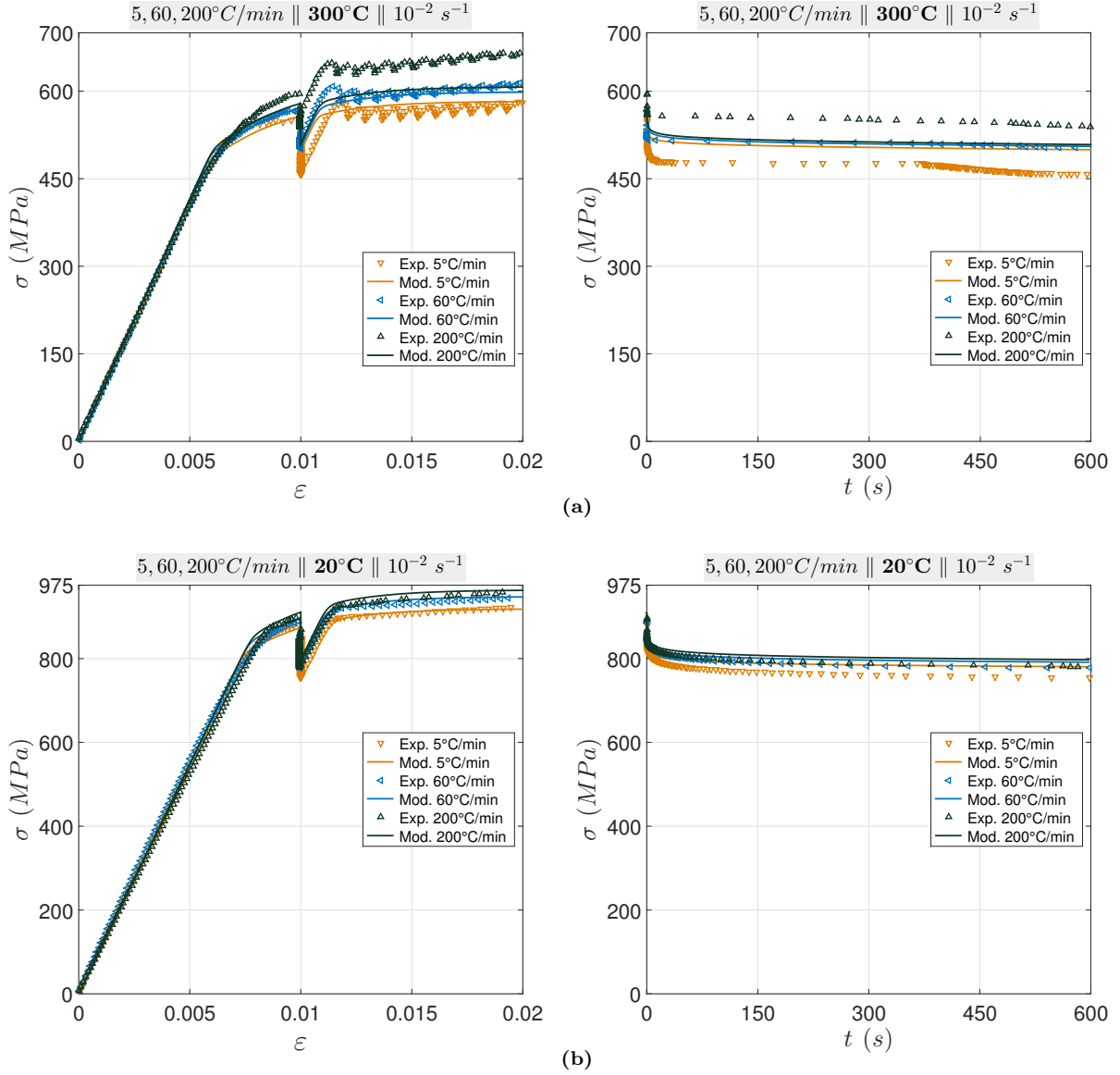
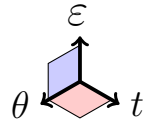


FIG. IV.14 – Comparaison des résultats du modèle unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 300°C, (b) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.1.4 Analyse du processus d'identification

L'analyse du processus d'identification des paramètres du modèle unifié est présentée dans cette sous-section. Tout d'abord, les calculs des erreurs commises permettent de montrer les limites du modèle unifié et de mettre en évidence des pistes d'améliorations pour le modèle non-unifié. Par ailleurs, une interpolation des coefficients du modèle avec la température permet de simuler l'essai de traction/relaxation/traction à des niveaux de températures intermédiaires qui n'ont pas été considérés dans la procédure d'identification. La comparaison des courbes obtenues avec celles utilisées pour la détermination des coefficients permet de vérifier la cohérence de la réponse fournie par le modèle pour différents niveaux de température.

IV.1.4.1 Estimation des erreurs commises sur les identifications réalisées

Pour déterminer la validité et la pertinence du modèle il est intéressant de calculer l'erreur commise par la simulation par rapport aux résultats des essais mécaniques. Le critère suivant compare les contraintes expérimentales σ_{exp} et les contraintes calculées par le modèle σ_{cal} tel que :

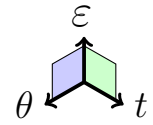
$$erreur = \frac{\| \sigma_{cal} - \sigma_{exp} \|_2}{\| \sigma_{exp} \|_2} \times 100 , \quad (IV.31)$$

$$\text{avec } \| x \|_2 = \left(\sum_{i=1}^N |x_i|^2 \right)^{\frac{1}{2}} . \quad (IV.32)$$

N est le nombre de points considérés dans le calcul. Les erreurs calculées sont reportées dans le tableau IV.2. Elles sont données température par température à différentes vitesses de déformation. Elles sont calculées pour les différentes étapes du chargement mécanique.

θ (°C)	10^{-2} s^{-1}				10^{-3} s^{-1}				10^{-4} s^{-1}			
	C ²	R ²	Rc ²	EC ²	C	R	Rc	EC	C	R	Rc	EC
950	21,1	55,7	22,9	29,7	10,7	37,1	7,3	10,8	14,8	18,5	12,9	14,8
900	4,6	19,5	15,6	20,2	5,2	21,2	18,7	15,3	10,4	16,7	14,5	13,5
800	5,2	15,9	6,7	15,7	9,1	19,1	8,3	10,2	12,1	10,8	7,9	9,9
700	1,3	7,3	4,6	5	7,3	9,2	7,4	9,4	8,5	4,1	6,1	6,6
600	5,1	4,8	2,6	9,5	3,4	4,6	8,3	5,5	9,7	4	10,4	8,8
500	1,4	6,8	2,4	6,6	—	—	—	—	—	—	—	—
400	3,5	1,4	2,6	3,9	—	—	—	—	—	—	—	—
300	3,1	2,5	2	3,6	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2,5	0,9	1,3	2,8	2,2	1,3	1,8	1,6	—	—	—	—

TAB. IV.2 – Estimations des erreurs commises [%] par le modèle unifié pour chaque température et chaque vitesse de déformation étudiées, obtenues par le critère $\| \cdot \|_2$



Comme le modèle ne permet pas de décrire le phénomène de *yield point*, les erreurs sont donc importantes à 950°C. L'erreur sur la relaxation est impactée par les écarts de contraintes en début de maintien en déformation. Cet écart est grand sur l'essai mené à 10^{-2} s^{-1} . Il diminue pour les vitesses de déformations de 10^{-3} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} . La modélisation du phénomène de *yield point* devrait permettre une prédiction plus juste du comportement mécanique. Aux hautes températures, les contraintes internes mesurées sont très faibles. Un écart de quelques méga-pascals entre l'expérience et la simulation entraîne rapidement une augmentation du pourcentage d'erreur aux hautes températures.

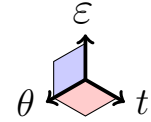
2. **C** : Chargement ($\varepsilon^t = 0$ à 1%), **R** : Relaxation (maintien à $\varepsilon^t = 1\%$), **Rc** : Rechargement ($\varepsilon^t = 1$ à 2%), **EC** : Essai complet ($\varepsilon^t = 0$ à 2%)

Les effets de la température et de la vitesse de déformation sont globalement bien prédits.

Les erreurs d'estimation de la simulation pour les essais issus de différentes vitesses de refroidissement sont données dans le tableau IV.3.

θ (°C)	5°C/min				60°C/min				200°C/min			
	C ³	R ³	Rc ³	EC ³	C	R	Rc	EC	C	R	Rc	EC
900	19,3	17	19,5	24,7	4,4	18,3	16	19,2	14,2	28,1	11,4	20,6
700	1,8	9,9	4,9	12,3	3,4	5	4,2	4,2	1,8	9,9	7,2	13,4
500	4,7	5,3	4,2	7,8	1,9	6	1,7	6,7	1,4	7,8	3,2	7,1
300	2,6	5,9	5,9	7,5	3,1	2,1	2,5	3,3	3,5	4,5	8,4	4,4
20	2,3	1,8	0,9	3,2	2,5	0,9	0,9	3	4,3	1,5	1,4	3,7

TAB. IV.3 – Estimations des erreurs commises [%] par le modèle unifié pour chaque température et chaque vitesse de refroidissement étudiées, obtenues par le critère $\|\cdot\|_2$



Les erreurs à 900°C pour les essais ayant subi un refroidissement de 5°C/min ou 200°C/min sont importantes car la loi d'évolution de l'épaisseur des lamelles avec la vitesse de refroidissement n'est pas adaptée à cette température pour les raisons évoquées précédemment (sous-sections III.2.2, III.2.3 et IV.1.2.1). Dans son état actuel, le modèle ne peut pas correctement prédire les étapes de chargement et de rechargement à 900°C pour ces deux vitesses de refroidissement. L'effet de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique est globalement bien reproduit aux autres températures.

IV.1.4.2 Validité d'une interpolation linéaire des coefficients

Lorsque l'on souhaite décrire un chargement anisotherme (ce qui est le cas dans le procédé industriel), l'approche la plus simple est de considérer une interpolation linéaire des paramètres du modèle entre deux niveaux de températures utilisés dans le processus d'identification. Ainsi le comportement peut être prédit pour n'importe quelle température. La figure IV.15 illustre les réponses contraintes – déformations et contraintes – temps pour des essais de traction/relaxation/traction à une vitesse de sollicitation de 10^{-2} s^{-1} . On constate une bonne hiérarchie des courbes quelle que soit la température considérée.

Les tendances des résultats issus des interpolations linéaires vont dans le sens du comportement du matériau tel qu'il a été analysé dans le chapitre III. L'écrouissage est

3. **C** : Chargement ($\varepsilon^t = 0$ à 1%), **R** : Relaxation (maintien à $\varepsilon^t = 1\%$), **Rc** : Rechargement ($\varepsilon^t = 1$ à 2%), **EC** : Essai complet ($\varepsilon^t = 0$ à 2%)

négligeable au-dessus de 900°C et augmente jusqu'à une certaine saturation aux basses températures (FIG. IV.15 – (a)) tel que les évolutions des paramètres Q et b le suggèrent (FIG. IV.8 – (a et b)).

La transition de températures de 500°C vers 400°C témoigne d'une chute de la viscosité du matériau visible sur la relaxation (FIG. IV.15 – (b)). L'hypothèse ici est que la chute de viscosité est linéaire entre 500°C et 400°C. Cela est assez proche de l'évolution du paramètre de viscosité n identifié précédemment (FIG. IV.7 – (b)).

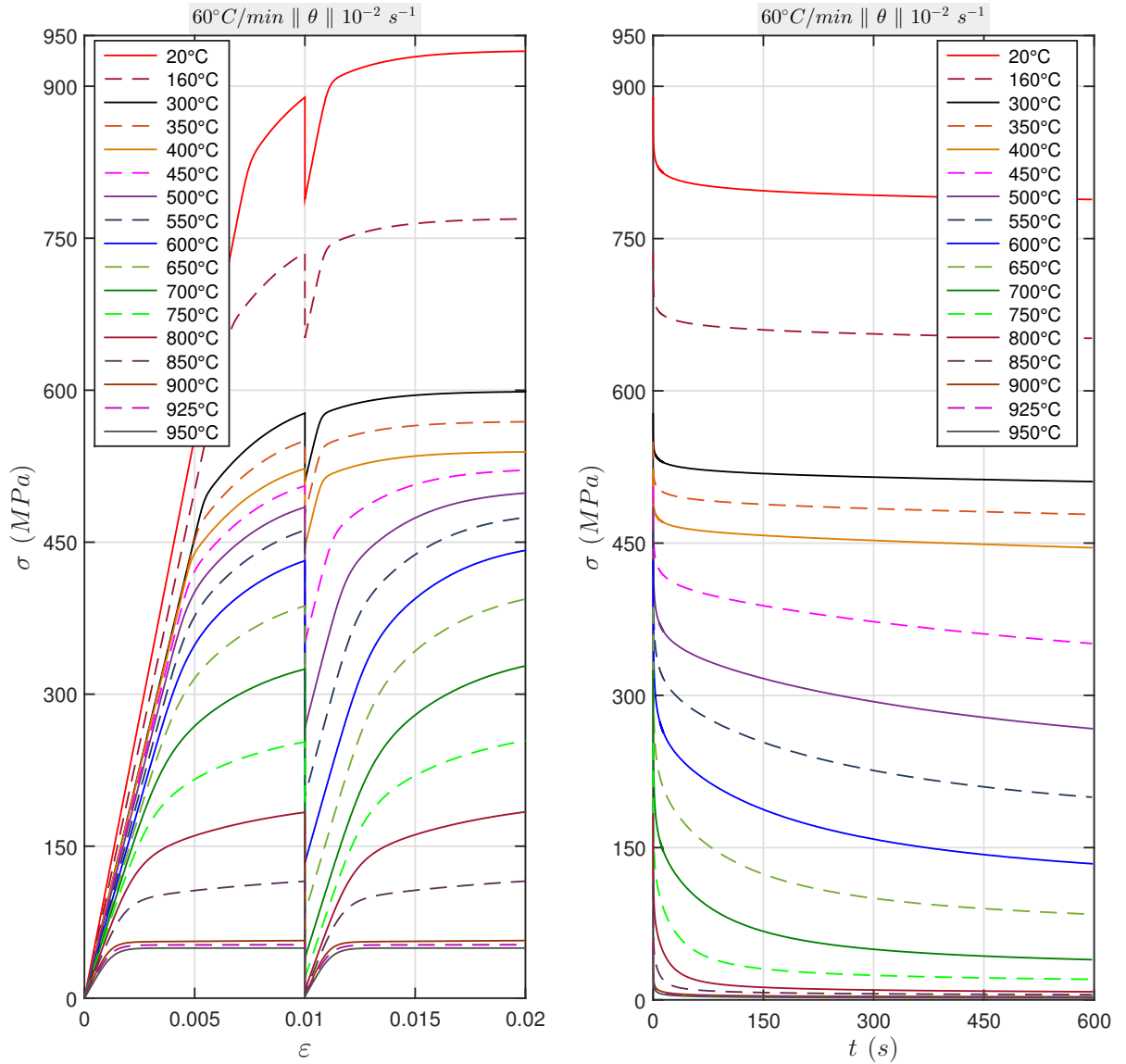
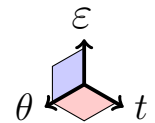


FIG. IV.15 – Simulation du comportement pour des températures intermédiaires (tirets) fournies par interpolation linéaire des coefficients obtenus aux températures d'identification (traits pleins). Réponses $\sigma - \varepsilon$ (gauche) et $\sigma - t$ pour les relaxations (droite)



IV.2 Approche non-unifiée

Les analyses du chapitre III ont permis de dégager trois contributions au comportement mécanique liées aux deux phases (α et β) de l'alliage Ti-6Al-4V. La première est liée à la phase β et les deux autres à la phase α au travers des nodules (α_I) et des lamelles (α_{II}). Par soucis de clarté dans les discussions et pour simplifier l'écriture des équations qui suivent, le terme phase sera employé pour parler de α_I , α_{II} , et β .

En s'appuyant sur le modèle précédent qui décrit le comportement global de l'alliage (section IV.1), on s'intéresse dans cette partie à un modèle considérant plusieurs mécanismes de déformation, un par phase identifiée (α_I , α_{II} , et β). Il s'agit ici d'incorporer des variables physiques dans le modèle permettant de prendre en compte la microstructure, les phases en présence et le mouvement des dislocations. En effet, la modélisation du comportement mécanique local de l'alliage permet de mieux reproduire certains phénomènes analysés dans le chapitre III (résistance mécanique accrue due aux lamelles α_{II} , phénomène de *yield point* liée à la plasticité de la phase β ...).

Dans un premier temps, la formulation du modèle non-unifié est présentée. Les nouveaux paramètres identifiés sont ensuite présentés et les résultats issus de l'étape d'identification sont exposés et discutés. Enfin, une analyse du processus d'identification est discutée.

IV.2.1 Formulation du modèle de comportement

Les hypothèses d'isotropie et d'homogénéité de l'alliage Ti-6Al-4V, faite pour le modèle unifié (sous-section IV.1.1), sont préservées.

IV.2.1.1 Partition de la déformation

La déformation totale $\underline{\varepsilon}^t$ peut être décomposée en une composante élastique $\underline{\varepsilon}^e$ et une composante plastique $\underline{\varepsilon}^p$ (EQ. (IV.1)). Nous supposons désormais que le matériau se déforme homogènement dans chaque phase (α_I , α_{II} , β) [Teixeira 2014]. C'est une approche de type Voigt [Voigt 1889]. Le tenseur des déformations peut donc s'écrire de la manière suivante :

$$\underline{\varepsilon}^t = \underline{\varepsilon}_{\alpha_I}^t = \underline{\varepsilon}_{\alpha_{II}}^t = \underline{\varepsilon}_{\beta}^t, \quad (\text{IV.33})$$

$$\text{avec } \underline{\varepsilon}_{\phi}^t = \underline{\varepsilon}_{\phi}^e + \underline{\varepsilon}_{\phi}^p, \quad \forall \phi = \alpha_I, \alpha_{II}, \beta. \quad (\text{IV.34})$$

La loi de Hooke donnant la relation contrainte – déformation en régime élastique pour chaque phase est donnée par :

$$\underline{\sigma}_{\phi} = \underline{\underline{C}}_{\phi} \left(\underline{\varepsilon}_{\phi}^t - \underline{\varepsilon}_{\phi}^p \right), \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.35})$$

Les fractions de chaque phase Z_ϕ permettent d'associer les phénomènes observés en considérant les phases concernées :

$$\sum_{\phi} Z_{\phi} = 1 , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.36})$$

Les déformations élastique et plastique de l'alliage sont alors obtenues en pondérant l'apport de chaque phase dans la déformation :

$$\underline{\varepsilon}^e = \sum_{\phi} Z_{\phi} \underline{\varepsilon}_{\phi}^e , \quad (\text{IV.37})$$

$$\underline{\varepsilon}^p = \sum_{\phi} Z_{\phi} \underline{\varepsilon}_{\phi}^p , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.38})$$

IV.2.1.2 Seuil et critère de plasticité

Le critère de plasticité de von Mises présenté en équation (IV.3) peut être affecté à chaque phase tel que :

$$f_{\phi} = \sigma_{\phi}^{eq} - \sigma_{\phi}^0 = 0 , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.39})$$

σ_{ϕ}^{eq} et σ_{ϕ}^0 sont respectivement la contrainte équivalente, et la limite d'élasticité associées à la phase ϕ .

IV.2.1.3 Écrouissage et loi d'évolution

L'évolution de la surface seuil de plasticité (EQ. IV.39) sous l'effet de l'écrouissage isotrope de chaque phase R_{ϕ} est donnée par :

$$f_{\phi} = \sigma_{\phi}^{eq} - R_{\phi} - \sigma_{\phi}^0 , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.40})$$

Le formalisme thermodynamique permet de décomposer le potentiel d'énergie libre ψ en des composantes élastique ψ^e et inélastique ψ^{in} (EQ. (IV.6)). Leurs formulations sont données par :

$$\varrho \psi^e = \frac{1}{2} \sum_{\phi} Z_{\phi}^2 \underline{\underline{C}}_{\phi} \underline{\varepsilon}_{\phi}^e : \underline{\varepsilon}_{\phi}^e , \quad (\text{IV.41})$$

$$\varrho \psi^{in} = \frac{1}{2} \sum_{\phi} Z_{\phi}^2 b_{\phi} Q_{\phi} r_{\phi}^2 , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.42})$$

Les lois d'état sont définies à partir du potentiel d'énergie libre de la manière suivante :

$$\underline{\sigma} = \varrho \frac{\partial \psi^e}{\partial \underline{\varepsilon}^e} = \sum_{\phi} Z_{\phi} \underline{\sigma}_{\phi} , \quad (\text{IV.43})$$

$$R = \varrho \frac{\partial \psi^{in}}{\partial r} = \sum_{\phi} Z_{\phi} R_{\phi} = \sum_{\phi} Z_{\phi} b_{\phi} Q_{\phi} r_{\phi} , \quad \forall \phi , \quad (\text{IV.44})$$

avec r_{ϕ} la variable interne de la composante isotrope.

IV.2.1.4 Lois d'écoulement additives

Le potentiel d'écoulement visco-plastique Ω permettant de décrire l'évolution des variables internes se présente ainsi :

$$\Omega = \sum_{\phi} Z_{\phi}^2 \left(\Omega_{\phi}^p + \Omega_{\phi}^r \right), \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.45})$$

Les potentiels d'écoulement avec écrouissage Ω^p et de restauration Ω^r sont déterminés par les équations suivantes. Leurs expressions peuvent dépendre de la phase considérée :

$$\Omega_{\alpha}^p = \frac{K_{\alpha}}{n_{\alpha} + 1} \left\langle \frac{f_{\alpha}}{K_{\alpha}} \right\rangle^{n_{\alpha} + 1}, \quad \forall \alpha = \alpha_I, \alpha_{II}, \quad (\text{IV.46})$$

$$\Omega_{\phi}^r = \frac{a_{\phi} R_{\phi}^2}{2 b_{\phi} Q_{\phi}}, \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.47})$$

K_{α} et n_{α} sont les paramètres de viscosité de la phase α ($= \alpha_I, \alpha_{II}$). Q_{ϕ} , b_{ϕ} et a_{ϕ} sont les paramètres de l'écrouissage isotrope pour chaque phase ($\alpha_I, \alpha_{II}, \beta$). Le potentiel d'écoulement avec écrouissage associé à la phase β est différent de celui associé à la phase α (Eq. (IV.46)). Il permet de prendre en compte les mouvements de dislocations à l'origine du phénomène de *yield point* :

$$\Omega_{\beta}^p = \frac{b_{\rho} \rho_m}{M} \frac{D}{n_{\beta} + 1} \left\langle \frac{f_{\beta}}{D} \right\rangle^{n_{\beta} + 1}, \quad (\text{IV.48})$$

avec D le paramètre de résistance, b_{ρ} le vecteur de Burgers, ρ_m la densité de dislocations mobiles et M le facteur de Taylor. Le potentiel d'écoulement est alors dérivé par rapport à la contrainte pour obtenir la vitesse de déformation plastique $\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \partial \Omega / \partial \underline{\sigma}$. Le développement de cette équation donne :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \sum_{\phi} Z_{\phi} \frac{3}{2} \frac{S_{\phi}}{\sigma_{\phi}^{eq}} \dot{p}_{\phi} = \sum_{\phi} Z_{\phi} \underline{\dot{\varepsilon}}_{\phi}^p, \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.49})$$

La vitesse de déformation plastique de l'alliage dépend donc des vitesses de déformation plastique des différentes phases présentes. Les vitesses de déformation plastique cumulée des phases α_I , α_{II} et β sont alors obtenues :

$$\dot{p}_{\alpha} = \Omega'_{\alpha}(f_{\alpha}) = \left\langle \frac{f_{\alpha}}{K_{\alpha}} \right\rangle^{n_{\alpha}}, \quad \forall \alpha = \alpha_I, \alpha_{II}, \quad (\text{IV.50})$$

$$\dot{p}_{\beta} = \Omega'_{\beta}(f_{\beta}) = \frac{b_{\rho} \rho_m}{M} \left\langle \frac{f_{\beta}}{D} \right\rangle^{n_{\beta}}. \quad (\text{IV.51})$$

On retrouve alors la loi d'écoulement de la phase α telle qu'elle a été suggérée par Teixeira et al. [Teixeira 2014, Teixeira 2016]. La loi d'écoulement de la phase β , proposée par Yoshida et al. [Yoshida 2000, Yoshida 2008], permet de prendre en compte le phénomène de *yield point*. En effet, des paramètres issus des mécanismes de mouvement des dislocations sont introduits pour reproduire ce phénomène. Comme cela a été montré précédemment

(sous-section III.4.2), le pic apparaît préférentiellement dans les matériaux cubiques centrés comme la phase β . Le pic résultant de ce phénomène a été relié à un ancrage des dislocations mobiles jusqu'à une contrainte seuil suivi d'un désancrage de celles-ci. Dans un monocristal, la vitesse de propagation des dislocations v dépend d'une contrainte seuil que Johnston et Gilman [Johnston 1959] ont définie comme étant la contrainte de cisssion critique τ_c telle que :

$$v = \left\langle \frac{\tau - \tau_c}{D_\tau} \right\rangle^{n_v}, \quad (\text{IV.52})$$

avec D_τ la contrainte du réseau cristallin et n_v l'exposant de la vitesse des dislocations. Orowan [Orowan 1948] montre que la vitesse de déformation plastique de cisaillement $\dot{\gamma}^p$ dépend de la vitesse des dislocations mobiles v :

$$\dot{\gamma}^p = b_\rho \rho_m \left\langle \frac{\tau - \tau_c}{D_\tau} \right\rangle^{n_v}. \quad (\text{IV.53})$$

Cette équation peut être transposée à un polycristal par l'intermédiaire du facteur de Taylor M [Yoshida 2000, Yoshida 2008, Wang 2009a] pour retrouver l'équation (IV.51) de la loi d'écoulement de la phase β .

Connaissant la vitesse de déformation plastique $\underline{\dot{\varepsilon}}^p$, la vitesse de déformation élastique $\underline{\dot{\varepsilon}}^e$ peut alors être déduite :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^e = \underline{\dot{\varepsilon}}^t - \underline{\dot{\varepsilon}}^p = \sum_{\phi} Z_{\phi} \underline{\dot{\varepsilon}}_{\phi}^e, \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.54})$$

Les vitesses de déformation élastiques des différentes phases participent donc à la vitesse de déformation élastique de l'alliage. C'est un modèle de type Taylor/Voigt car la condition $\underline{\dot{\varepsilon}} = \underline{\dot{\varepsilon}}_{\phi}$, $\forall \phi$ est respectée [Montheillet 2012].

De manière analogue au modèle unifié, la restauration statique de l'écrouissage est prise en compte en dérivant le potentiel d'écoulement viscoplastique par l'écrouissage isotrope : $\dot{r} = -\partial\Omega/\partial R$, tel que :

$$\dot{r} = - \sum_{\phi} Z_{\phi}^2 \frac{\partial\Omega^p}{\partial R} - \sum_{\phi} Z_{\phi}^2 \frac{\partial\Omega^r}{\partial R}. \quad (\text{IV.55})$$

Le développement de cette équation donne :

$$\dot{r} = \sum_{\phi} Z_{\phi} \dot{r}_{\phi}, \quad (\text{IV.56})$$

$$\text{avec } \dot{r}_{\phi} = \dot{p}_{\phi} (1 - b_{\phi} r_{\phi}) - a_{\phi} r_{\phi}, \quad \forall \phi. \quad (\text{IV.57})$$

IV.2.1.5 Paramètres microstructuraux et métallurgiques permettant de décrire la plasticité des différentes phases

Avec le modèle unifié, des paramètres microstructuraux en lien avec l'épaisseur des lamelles α_{II} ont été utilisés (sous-section IV.1.1.5). Ils permettent de prendre en compte la différence de résistance mécanique provoquée par les différents refroidissements (section III.2).

Pour le modèle non-unifié, il convient de bien séparer l'effet de chaque phase (α_I , α_{II} , β) sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V. L'hypothèse retenue dans le chapitre III et appuyée par l'étude bibliographique (sous-section I.2.1.2) montre que la déformation plastique de l'alliage Ti-6Al-4V s'effectue essentiellement dans la phase α . Les lamelles α_{II} et les nodules α_I participent donc à la plasticité du matériau et sont traités séparément. Aux hautes températures (950°C et 900°C), la phase β prédomine. Le phénomène de *yield point* apparaît en raison de mécanismes liés à la mobilité des dislocations [Hull 2011]. Cet effet est introduit dans la loi d'écoulement de la phase β .

Phase α_I : La phase α_I est présente sous forme de nodules (sous-sections I.1.3 et III.3.2), ces nodules participant à la plasticité de l'alliage. Dans le modèle unifié, la résistance mécanique proposée pour la phase α_{II} fait intervenir l'épaisseur des lamelles au travers du paramètre K (sous-section IV.1.1.5). De manière analogue, le paramètre K_{α_I} est relié à la taille des nodules d_{α_I} selon une relation de type Hall et Petch [Chandra 2002, Dubiez-Le Goff 2003, Gollapudi 2007, Vanderhastén 2007] tel que :

$$K_{\alpha_I} = K_1 d_{\alpha_I}^{-n_d} , \quad (\text{IV.58})$$

avec K_1 un paramètre matériau évoluant avec la température et n_d le coefficient de Hall et Petch tel que $n_d = 1/2$.

Phase α_{II} : La loi $K = K_2 L^{-n_L}$ (Eq. (IV.21)) proposée précédemment avec le modèle unifié a un effet sur la prédiction du comportement global de l'alliage. Avec le modèle non-unifié, chaque mécanisme de déformation est associé à la phase dont il est issu. L'épaisseur des lamelles est donc associée à la phase α_{II} seulement, tel que :

$$K_{\alpha_{II}} = K_2 L^{-n_L} . \quad (\text{IV.59})$$

Les paramètres K_2 et n_L sont différents de ceux du modèle unifié. En effet, le mécanisme de résistance issu des lamelles α_{II} agit seulement sur une partie du comportement de l'alliage ($Z_{\alpha_{II}} = 0,6$ à 20°C). Les paramètres K_2 et n_L sont donc identifiés à nouveau pour prendre en compte cette modification du comportement.

Phase β : Les dislocations mobiles sont à l'origine du phénomène de *yield point* (sous-section III.4.2.1). La densité de ces dislocations ρ_m représente une fraction f_m de la densité des dislocations totales ρ_t [Yoshida 2000], tel que :

$$\rho_m = f_m \rho_t . \quad (\text{IV.60})$$

Cette fraction de la densité des dislocations mobiles évolue entre une valeur initiale f_{m0} présente avant l'essai et une valeur asymptotique f_{ma} [Yoshida 2012].

De manière empirique, Hahn [Hahn 1962] relie la densité totale de dislocations avec la déformation plastique cumulée :

$$\rho_t = \rho_0 + C_\rho p_\beta^{a_\rho} . \quad (\text{IV.61})$$

C_ρ et a_ρ sont des paramètres matériau.

La littérature [Orowan 1948, Johnston 1959] (sous-section III.4.2.1) montre que le nombre de dislocations mobiles augmente durant la déformation plastique de la phase β , ce qui est à l'origine du phénomène de *yield point*. Comme analysé précédemment (section III.4), la vitesse de déformation imposée a un effet sur la hauteur du pic. L'évolution de la fraction de densité de dislocations mobiles devrait donc dépendre du temps, de la vitesse de déformation et des extrêmes fixés (f_{m0} et f_{ma}). Elle est donnée par :

$$\dot{f}_m = -\lambda \underline{\dot{p}_\beta}^\kappa (f_m - f_{ma}) , \quad (\text{IV.62})$$

$$\text{avec } f_m(t=0) = f_{m0} , \quad (\text{IV.63})$$

λ et κ étant des paramètres matériaux. L'expression (IV.62) est différente de celle proposée par Yoshida [Yoshida 2000]. Le phénomène de *yield point* de l'alliage Ti-6Al-4V présente une sensibilité à la vitesse de déformation plus importante que pour l'acier utilisé par Yoshida et al. [Yoshida 2000, Yoshida 2008] ou pour les alliages de titane β -métastables utilisés par Wang et al. [Wang 2009a, Wang 2009b] ou Teixeira et al. [Teixeira 2014, Teixeira 2016]. L'expression proposée est présentée ici sous forme différentielle afin de tenir compte de cette sensibilité à la vitesse de déformation accrue du phénomène de *yield point* de l'alliage Ti-6Al-4V.

IV.2.1.6 Formulation dans un cas uni-axial

La formulation du modèle dans le cas uni-axial est présentée dans cette partie. Le critère de charge proposé avec l'équation (IV.40) s'écrit alors :

$$f_\phi = |\sigma_\phi| - R_\phi - \sigma_\phi^0 , \quad \forall \phi . \quad (\text{IV.64})$$

La loi d'élasticité est donnée par :

$$\sigma_\phi = E_\phi \left(\varepsilon_\phi^t - \varepsilon_\phi^p \right) , \quad \forall \phi , \quad (\text{IV.65})$$

avec E_ϕ le module d'élasticité associé à la phase ϕ .

Les lois d'écoulement s'écrivent alors :

$$\dot{\varepsilon}^p = \sum_\phi Z_\phi \dot{p}_\phi \frac{\sigma_\phi}{|\sigma_\phi|} = \sum_\phi Z_\phi \dot{p}_\phi \text{sign}(\sigma_\phi) \Rightarrow |\dot{\varepsilon}^p| = \sum_\phi Z_\phi \dot{p}_\phi , \quad \forall \phi , \quad (\text{IV.66})$$

$$\text{avec } \dot{p}_\alpha = \left\langle \frac{f_\alpha}{K_\alpha} \right\rangle^{n_\alpha} , \quad \forall \alpha = \alpha_I, \alpha_{II} , \quad (\text{IV.67})$$

$$\text{et } \dot{p}_\beta = \frac{b_\rho \rho_m}{M} \left\langle \frac{f_\beta}{D} \right\rangle^{n_\beta} . \quad (\text{IV.68})$$

Les formulations de l'écrouissage isotrope et des évolutions des paramètres métallurgiques et microstructuraux sont les mêmes que pour le modèle unifié.

IV.2.1.7 Résumé

Les formulations multi-axiale et uni-axiale du modèle non-unifié sont résumées dans le tableau IV.1.

	Formulation multi-axiale	Formulation uni-axiale
Critère de plasticité	$f_\phi = \sigma_{eq \phi} - R_\phi - \sigma_\phi^0 , \quad \forall \phi$	$f_\phi = \sigma_\phi - R_\phi - \sigma_\phi^0 , \quad \forall \phi$
Loi de Hooke	$\underline{\sigma}_\phi = \underline{\underline{C}}_\phi \left(\underline{\varepsilon}_\phi^t - \underline{\varepsilon}_\phi^p \right) , \quad \forall \phi$	$\sigma_\phi = E_\phi \left(\varepsilon_\phi^t - \varepsilon_\phi^p \right) , \quad \forall \phi$
Lois d'écoulement	$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \sum_\phi Z_\phi^2 \frac{3}{2} \frac{S_\phi}{\sigma_\phi^{eq}} \dot{p}_\phi , \quad \forall \phi$ avec $\dot{p}_\alpha = \left\langle \frac{f_\alpha}{K_\alpha} \right\rangle^{n_\alpha} , \quad \forall \alpha = \alpha_I, \alpha_{II}$ et $\dot{p}_\beta = \frac{b_\rho \rho_m}{M} \left\langle \frac{f_\beta}{D} \right\rangle^{n_\beta}$	$\dot{\varepsilon}^p = \sum_\phi Z_\phi \dot{p}_\phi \text{sign}(\sigma_\phi) , \quad \forall \phi$ avec $\dot{p}_\alpha = \left\langle \frac{f_\alpha}{K_\alpha} \right\rangle^{n_\alpha}$ et $\dot{p}_\beta = \frac{b_\rho \rho_m}{M} \left\langle \frac{f_\beta}{D} \right\rangle^{n_\beta}$
Paramètres microstructuraux	$K_{\alpha_I} = K_1 d_{\alpha_I}^{-n_d}$ $K_{\alpha_{II}} = K_2 L^{-n_L} \quad \text{avec } L = 66,7 \cdot 10^{-3} \dot{\theta}^{-1}$	
Paramètres métallurgiques	$\rho_m = f_m \rho_t , \quad \rho_t = \rho_0 + C_\rho p_\beta^{a_\rho} ,$ $\dot{f}_m = - \lambda \dot{p}_\beta^\kappa (f_m - f_{ma}) , \quad f_m(0) = f_{m0}$	
Écrouissage isotrope	$\dot{r} = - \sum_\phi Z_\phi \dot{r}_\phi , \quad \text{avec } \dot{r}_\phi = \dot{p}_\phi (1 - b_\phi r_\phi) - a_\phi r_\phi$ $\text{et } R_\phi = b_\phi Q_\phi r_\phi , \quad \forall \phi$	

TAB. IV.4 – Tableau récapitulatif de la formulation du modèle non-unifié

IV.2.2 Identification des paramètres

Les phases α et β ont des compositions chimiques différentes leur conférant des propriétés différentes. Le modèle non-unifié, présenté dans la sous-section précédente (sous-section IV.2.1), propose de dissocier la part de chaque phase dans le comportement de l'alliage Ti-6Al-4V. Cela se traduit au travers des modules d'élasticité et des paramètres de résistance et d'écrouissage qui seront présentés dans cette sous-section. L'évolution de la fraction de dislocations mobiles, liée à la plasticité de la phase β et permettant la prédiction du phénomène de *yield point*, sera également présentée.

IV.2.2.1 Modules d'élasticité

Les modules d'élasticité des phases α et β obtenus dans la littérature sont donnés sur la figure IV.16 – (a). Ce sont des modules pour le titane pur [Joshi 2006, Brandes 2012, Balcaen 2013] et pour des alliages de titane [Fréour 2006, Teixeira 2014]. Une valeur du module d'Young de la phase β à 1030°C a également été déterminée durant ces travaux.

À température ambiante, les modules de la phase α sont plus grands que ceux de la phase β . Ce qui n'est pas le cas à hautes températures où, par extrapolation linéaire, le module de la phase α semble plus faible ($\theta = 950^\circ\text{C}$), leurs valeurs étant très proches à 900°C .

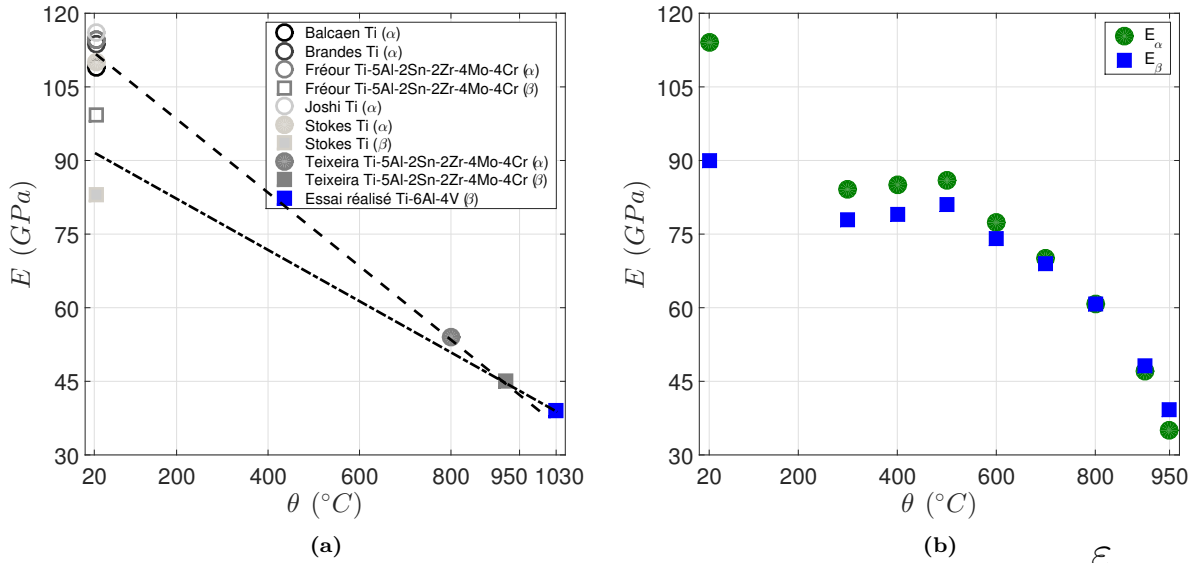
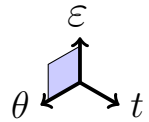


FIG. IV.16 – Évolution des modules d'élasticité des phases α et β avec la température : (a) données de la littérature, (b) modules utilisés



Cette étude bibliographique a permis d'obtenir les valeurs des modules d'Young des phases α et β (FIG. IV.16 – (b)) pour l'alliage Ti-6Al-4V étudié. Pour identifier les modules d'élasticité des différentes phases on utilise le module d'élasticité du matériau obtenu avec le modèle unifié tel que :

$$\text{en régime élastique : } E = (Z_{\alpha I} + Z_{\alpha II}) E_\alpha + Z_\beta E_\beta . \quad (\text{IV.69})$$

On fait alors l'hypothèse que le module d'élasticité de la phase α est valable pour les morphologies α_I et α_{II} en raison de compositions chimiques très proches (sous-section I.1.3.1) et d'une même structure cristallographique (sous-section I.1.1.2).

L'hypothèse choisie au départ pour l'identification est de prendre comme valeur du module de la phase β à 950°C la même que celle obtenue à 1030°C où seule la phase β est présente. Grâce à la loi (IV.69) il est possible d'obtenir le module de la phase α à 950°C. Les modules aux différentes températures sont obtenus par la même loi. Les valeurs sont en accord avec la littérature à température ambiante et très proches à la température de 800°C.

IV.2.2.2 Paramètres liés à la résistance mécanique

Les évolutions des paramètres de résistances K_1 et K_2 de la phase α et D de la phase β sont présentées en figure IV.17. Pour identifier les paramètres K_1 et K_2 , une condition supplémentaire, issue du modèle unifié, est ajoutée aux lois d'écoulement additives des phases α :

$$K = K_{\alpha_I} = K_1 d_{\alpha_I}^{-n_d} , \quad (\text{IV.70})$$

$$K = K_{\alpha_{II}} = K_2 L^{-n_L} , \quad (\text{IV.71})$$

n_d et n_L sont supposés constants quelle que soit la température d'essai.

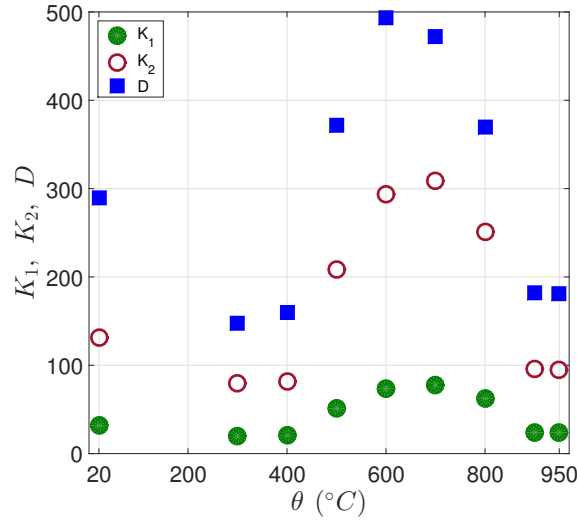
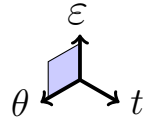


FIG. IV.17 – Évolution des paramètres K_1 , K_2 et D avec la température



Le paramètre D est obtenu en posant $Z_\beta = 1$. La phase α n'a alors plus d'effet sur la prédiction du comportement mécanique ce qui permet d'identifier D à partir des essais ayant subi un refroidissement de 60°C/min. La loi des mélanges permet, par la suite de pondérer l'apport de chaque phase dans le comportement mécanique et de prendre en compte l'effet de la vitesse de refroidissement. Les évolutions des paramètres de résistance K_1 , K_2 et D alors obtenues sont les mêmes que celle de K .

L'effet de la vitesse de déformation est modélisé grâce aux paramètres n_ϕ qui sont valables pour les différentes lois d'écoulement auxquelles ils sont associés. L'influence de chaque phase sur la viscosité de l'alliage ne peut pas être obtenue avec les essais réalisés. Les valeurs du coefficient n issues du modèle unifié sont donc utilisées pour chaque phase.

IV.2.2.3 Paramètres liés à la plasticité de la phase β

La loi d'écoulement de la phase β fait intervenir des paramètres de la loi de viscosité ainsi que des variables métallurgiques relatives aux dislocations (EQ. (IV.51)) qui vont être discutés ici.

Pour modéliser le pic du phénomène de *yield point*, des paramètres complémentaires sont nécessaires pour déterminer la loi d'écoulement de la phase β . Les valeurs du vecteur de Burgers b_ρ ainsi que du facteur de Taylor pour un matériau polycristallin M utilisés sont issus des travaux de Wang et al. pour un alliage de titane [Wang 2009a]. De plus, les paramètres liés aux densités de dislocations ρ_0 , C_ρ et f_{m0} sont également issus de données de la littérature [Wang 2009b]. Enfin, les paramètres a_ρ , λ et κ sont constants et identifiés à 950°C et 900°C. L'exposant a_ρ est compris entre 0,7 et 1,5 d'après la littérature [Hahn 1962, Yoshida 2000, Hull 2011]. Celui-ci ayant assez peu d'effet sur la modélisation du pic, au regard de la formulation de la multiplication des dislocations avec la fraction de densité de dislocations mobiles f_m , il est considéré comme égal à 1. Les paramètres λ et κ sont alors identifiés aux températures d'observation du phénomène de *yield point*, soit 950°C et 900°C.

La fraction de densité de dislocations mobiles f_m évolue entre une valeur initiale f_{m0} et une valeur asymptotique f_{ma} [Yoshida 2000, Yoshida 2012]. La valeur de f_{m0} est supposée constante à n'importe quelle température et n'évolue pas sous l'effet du chargement, soit $f_{m0} = 4.10^{-4}$. L'abaissement de la température fait qu'il y a moins de dislocations susceptibles de se déplacer. La fraction asymptotique des dislocations mobiles f_{ma} doit donc diminuer avec la baisse de température. Il y a également une température à partir de laquelle la fraction des dislocations mobiles n'évolue plus. Nous faisons alors l'hypothèse qu'à cette température $f_{ma} = f_{m0}$. Cela permet de ne plus prendre en compte le phénomène de *yield point*. L'évolution de la fraction f_{ma} est donnée en figure IV.18.

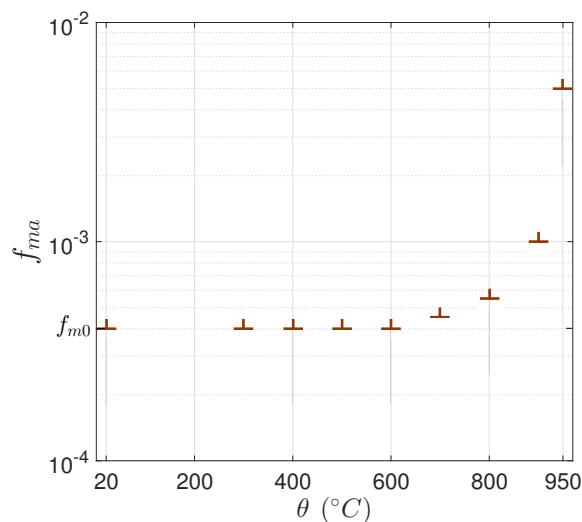
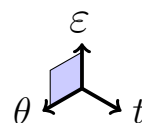


FIG. IV.18 – Évolution de la fraction asymptotique des dislocation mobiles f_{ma} avec la température



Cette évolution montre que le phénomène de *yield point* n'est plus pris en compte par le modèle à partir de 600°C lorsque la fraction f_{ma} n'évolue plus. En réalité, dès 800°C, le phénomène n'est plus activé lors de la modélisation en raison d'une fraction de phase β trop faible ($Z_{\beta} = 0,18$). C'est alors principalement les mécanismes issus de la plasticité de la phase α qui déterminent la prédiction du comportement thermomécanique.

IV.2.2.4 Paramètres d'écrouissage isotrope

Il est difficile de déterminer pour chaque phase (α_I , α_{II} , β) l'influence de l'écrouissage isotrope sur le comportement mécanique global de l'alliage Ti-6Al-4V. Les paramètres Q , b et a du modèle unifié ont donc été réutilisés pour les trois phases étudiées.

Les valeurs des différents coefficients du modèle non-unifié sont résumées dans le tableau A.5 en annexe.

IV.2.3 Résultats de la simulation

Comme pour le modèle unifié, les résultats de la simulation sont comparés température par température avec les résultats issus des essais mécaniques. La prise en compte par le modèle de l'effet de la température, de la vitesse de déformation et de la vitesse de refroidissement est présentée et discutée.

IV.2.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min

Les résultats des simulations pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min sont présentés sur les figures IV.19, IV.20 et IV.21.

Aux hautes températures, l'ajout de paramètres en lien avec les dislocations dans la loi d'écoulement de la phase β permet de reproduire le phénomène de *yield point* observé à 950°C et 900°C (sous-section III.4.2). Le premier chargement ainsi que la relaxation sont alors mieux reproduits qu'avec le modèle unifié. Le second chargement en revanche est mal reproduit. Une solution d'amélioration est proposée en sous-section IV.2.5 pour prendre en compte l'évolution de la densité de dislocations sous l'effet de la température et du temps lors du temps de maintien en déformation de 10 minutes (phénomène décrit dans la sous-section III.4.2.1).

Aux autres températures, les résultats sont proches de ceux obtenus avec le modèle unifié. Cela est dû à l'utilisation de certains paramètres du modèle unifié pour identifier les paramètres du modèle non-unifié.

Le modèle non-unifié prédit correctement le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V après un refroidissement de 60°C/min.

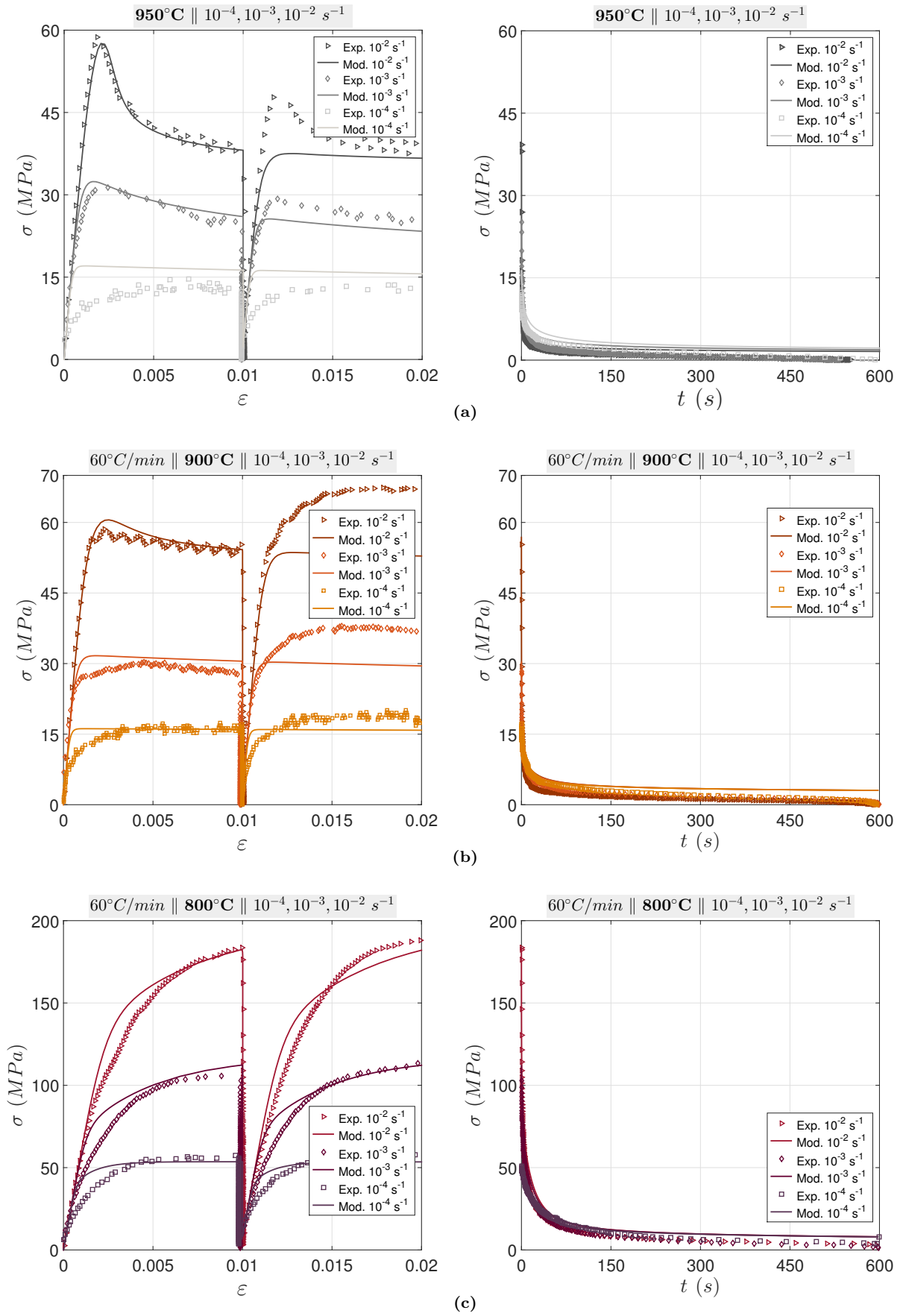
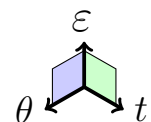


FIG. IV.19 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



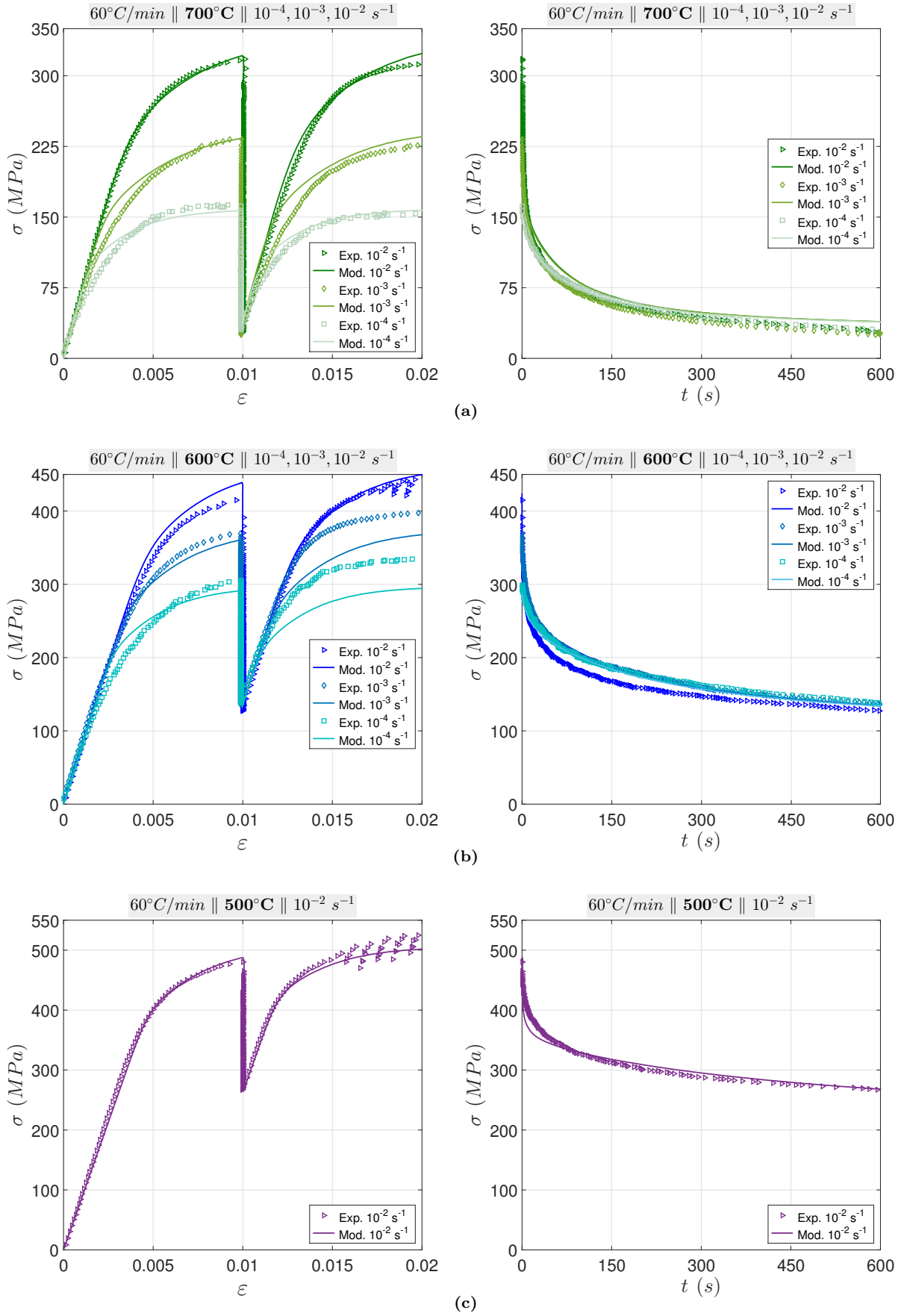


FIG. IV.20 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 700°C, (b) 600°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)

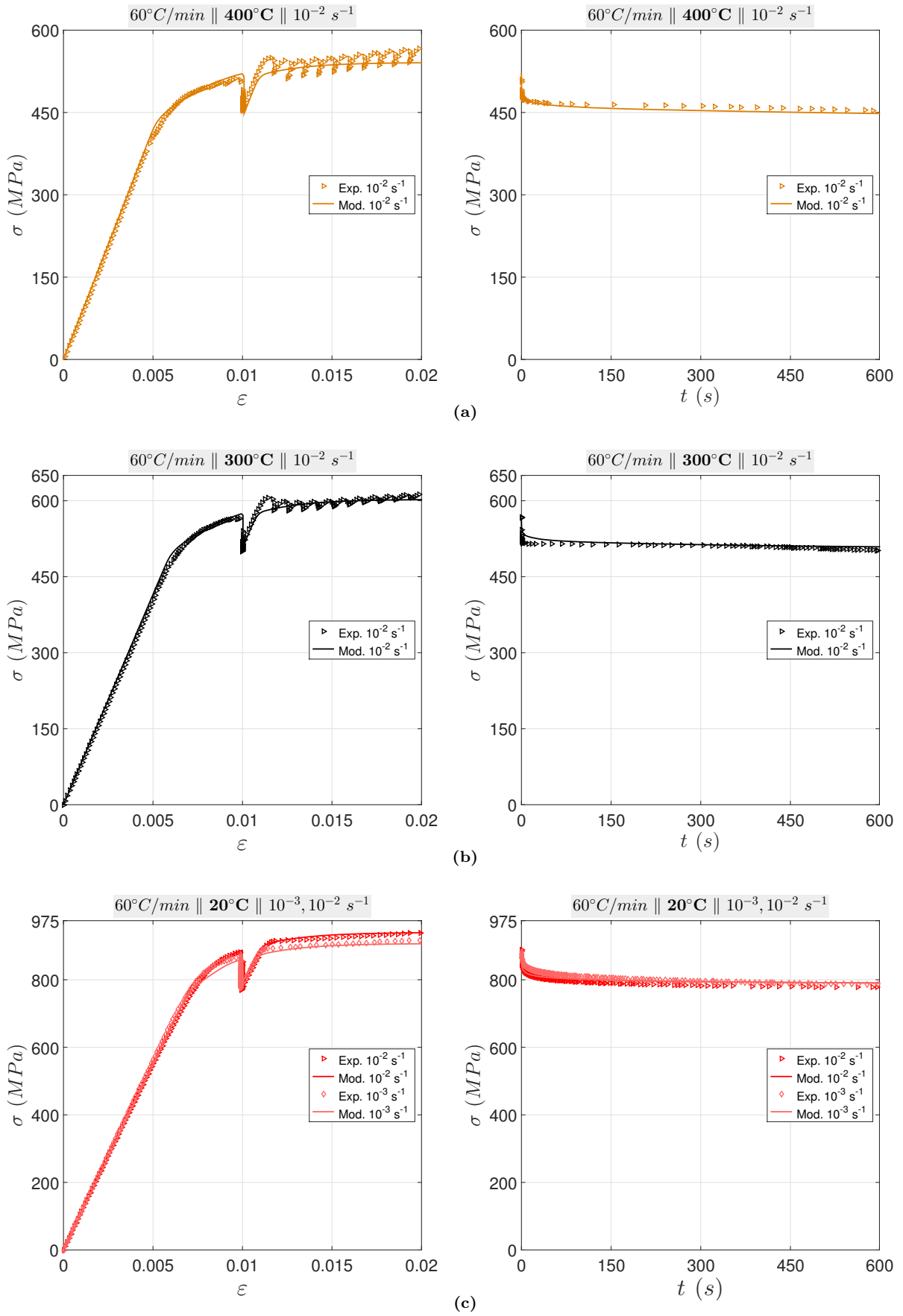
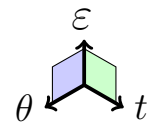


FIG. IV.21 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 400°C , (b) 300°C , (c) 20°C . Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.2.3.2 Résultats à différentes vitesses de refroidissement

Les simulations de l'effet de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V sont présentées sur les figures IV.22 et IV.23.

À 900°C, comme pour le modèle unifié, le chargement est globalement moins bien reproduit pour les essais à 5 et 200°C/min (FIG. IV.22 – (a)) car la loi d'évolution de l'épaisseur des lamelles n'est pas adaptée aux phénomènes de croissance de lamelles induits à cette température (sous-sections II.3.3 et III.2.3).

Le comportement mécanique est globalement bien prédit pour toutes les vitesses de refroidissement à 700°C (FIG. IV.22 – (b)) .

À 500°C, 300°C et 20°C, le premier chargement est reproduit de manière satisfaisante (FIG. IV.22 – (c), IV.23). Des écarts de réponses contraintes – temps sont observés durant la relaxation. Ils proviendraient d'un mécanisme de fluage primaire du titane activé à basses températures (sous-sections III.2.3.3 et IV.1.3.2) que le modèle ne peut reproduire. Le second chargement est moins bien prédit en raison de la mauvaise reproduction de la relaxation de contraintes et du phénomène PLC qui n'est pas pris en compte.

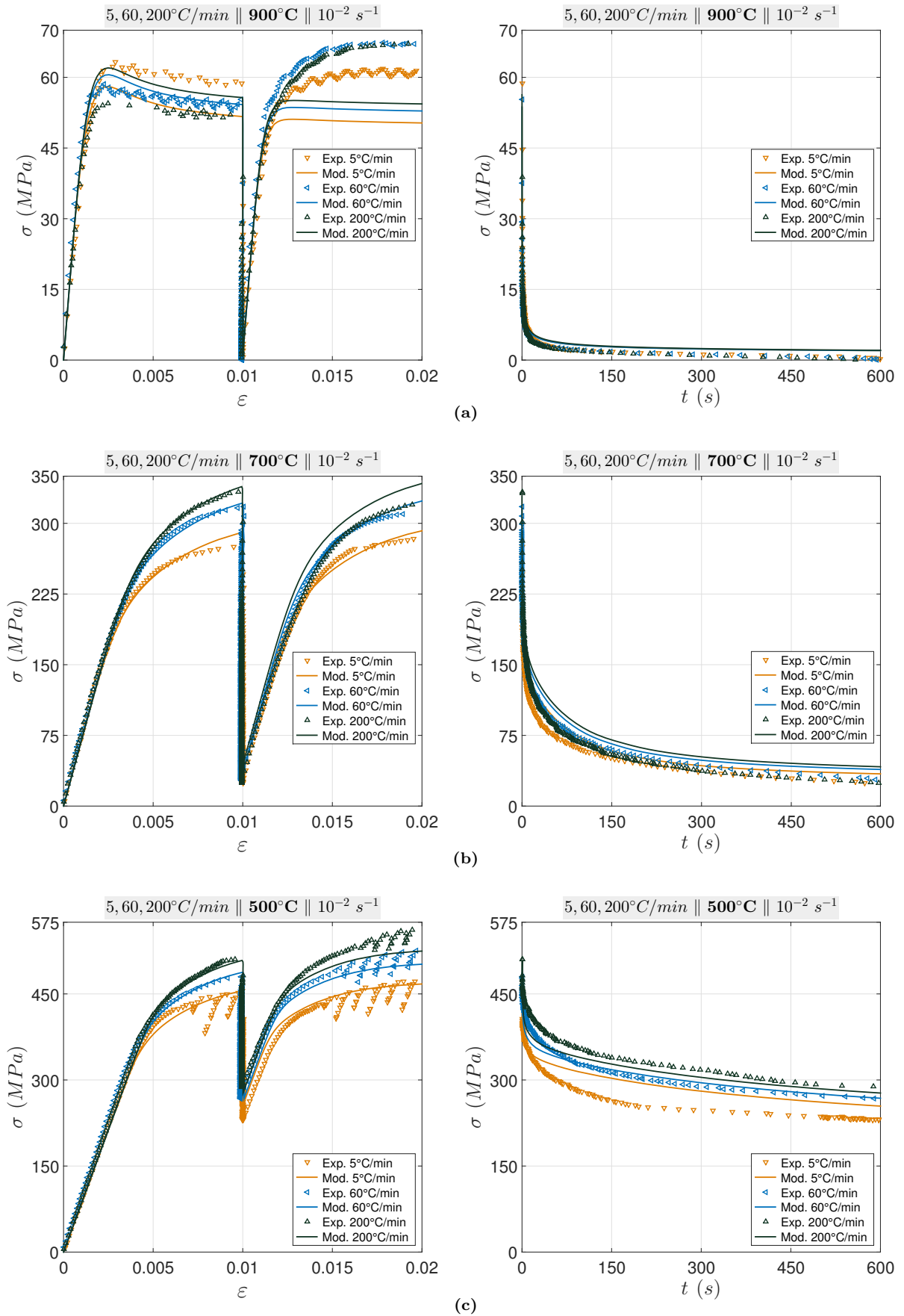
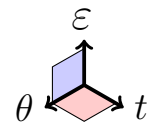


FIG. IV.22 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C, (c) 500°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



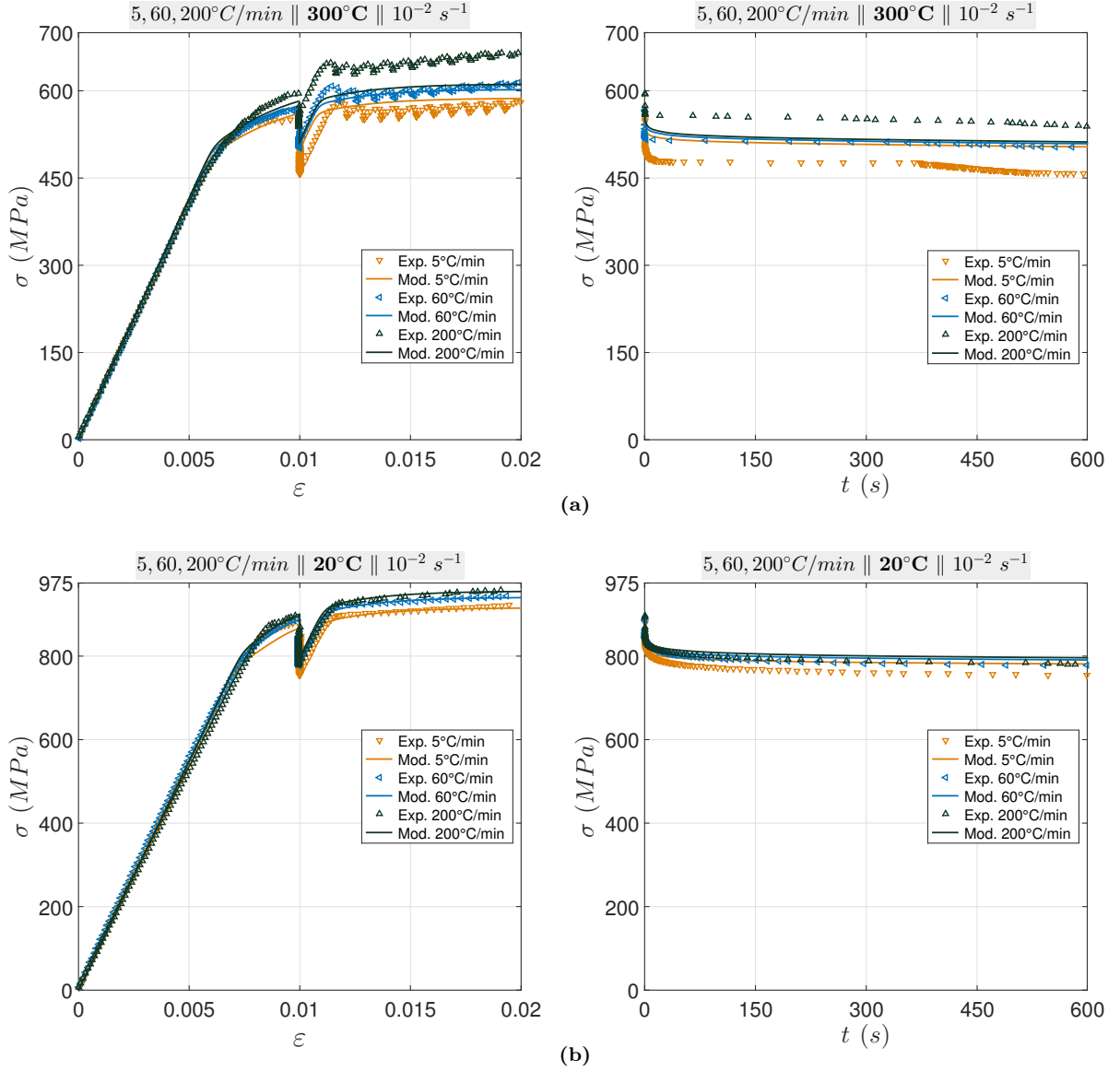
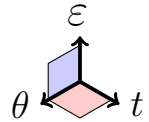


FIG. IV.23 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 300°C, (b) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.2.4 Analyse du processus d'identification

Les mêmes analyses que pour le modèle unifié sont présentées. Elles concernent la mise en place d'un critère d'estimation de l'erreur sur la prédiction des essais par le modèle non-unifié et la validité de sa réponse pour des températures intermédiaires en faisant l'hypothèse d'une interpolation linéaire des coefficients avec la température.

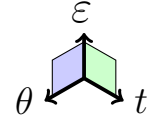
IV.2.4.1 Estimation des erreurs commises sur les identifications

Les erreurs commises par le modèle non-unifié sur les essais à différentes vitesses de déformation, issus d'un refroidissement de 60°C/min, sont présentées dans le tableau IV.5.

La prédiction du premier chargement et de la relaxation est améliorée à 950°C et 900°C du fait de la prise en compte du phénomène de *yield point*. Les erreurs sont faibles. Les autres températures sont globalement bien reproduites.

θ (°C)	$10^{-2} s^{-1}$				$10^{-3} s^{-1}$				$10^{-4} s^{-1}$			
	C ⁴	R ⁴	Rc ⁴	EC ⁴	C	R	Rc	EC	C	R	Rc	EC
950	8,4	9,5	17	26,6	9,7	10,9	12,9	14,8	24,3	19	27	28,8
900	4,4	3,5	15,4	19,2	7,6	6,5	14,7	13,9	19,6	9,3	22,6	22,9
800	8,1	8,1	9,1	14,1	8,3	12,2	8,9	10,7	10,9	8,2	9,7	9,6
700	2,2	5,1	4,9	4,4	8,1	7,4	12,2	11,5	11,9	4,1	12,8	12,5
600	5,1	5,1	3,9	10,7	3,1	3,9	8	5	10,4	3,5	9,9	8,3
500	1,4	5,1	2,2	6,4	—	—	—	—	—	—	—	—
400	2,3	1,4	2,4	3,9	—	—	—	—	—	—	—	—
300	3,1	2,5	2	3,6	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2,1	0,8	2,1	3,7	2,6	1,9	1,8	2,3	—	—	—	—

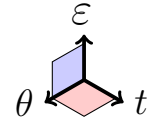
TAB. IV.5 – Estimations des erreurs commises [%] par le modèle non-unifié pour chaque température et chaque vitesse de déformation, obtenues par le critère $\|\cdot\|_2$



Les erreurs commises sur les essais issus de refroidissements différents sont données dans le tableau IV.6.

θ (°C)	5°C/min				60°C/min				200°C/min			
	C ⁴	R ⁴	Rc ⁴	EC ⁴	C	R	Rc	EC	C	R	Rc	EC
900	9,3	13,9	12,1	24,7	4,4	3,5	15,4	19,2	12,4	6,4	13,1	26,9
700	5	9	6,4	12,5	2,2	4,5	5	4,5	2,8	8,1	13,1	11
500	4	4,9	4,6	10,3	1,4	5,1	2,2	6,4	2,4	5,6	4,9	8
300	2,3	6,8	6,9	7,6	3,1	2,5	2	3,6	1,4	4	7,4	3,6
20	3	1,5	3,3	4,3	2,1	0,8	2,1	3,7	3,9	0,8	2,7	4,6

TAB. IV.6 – Estimations des erreurs commises [%] par le modèle non-unifié pour chaque température et chaque vitesse de refroidissement, obtenues par le critère $\|\cdot\|_2$



Pour les vitesses de refroidissement de 5°C/min et 200°C/min, une amélioration de la prédiction du comportement mécanique à 900°C est observée sur le premier chargement en raison de la modélisation du phénomène de *yield point*. Cependant, les erreurs à 5°C/min et 200°C/min restent importantes car l'épaisseur de lamelles α_{II} n'est pas correctement

4. **C** : Chargement ($\varepsilon^t = 0$ à 1%), **R** : Relaxation (maintien à $\varepsilon^t = 1\%$), **Rc** : Rechargement ($\varepsilon^t = 1$ à 2%), **EC** : Essai complet ($\varepsilon^t = 0$ à 2%)

prise en considération. Aux autres températures, le modèle reproduit correctement le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V.

IV.2.4.2 Validité d'une interpolation linéaire des coefficients

Les coefficients du modèle sont interpolés linéairement à des températures intermédiaires à celles utilisées pour l'identification afin de vérifier la robustesse du modèle pour une utilisation dans un code de calculs par éléments finis.

De 950°C à 900°C le résultat de l'interpolation linéaire montre une diminution progressive du phénomène de *yield point* (FIG. IV.24).

Aux autres températures, les tendances des résultats de cette interpolation sont en adéquation avec le comportement mécanique analysé dans le chapitre III.

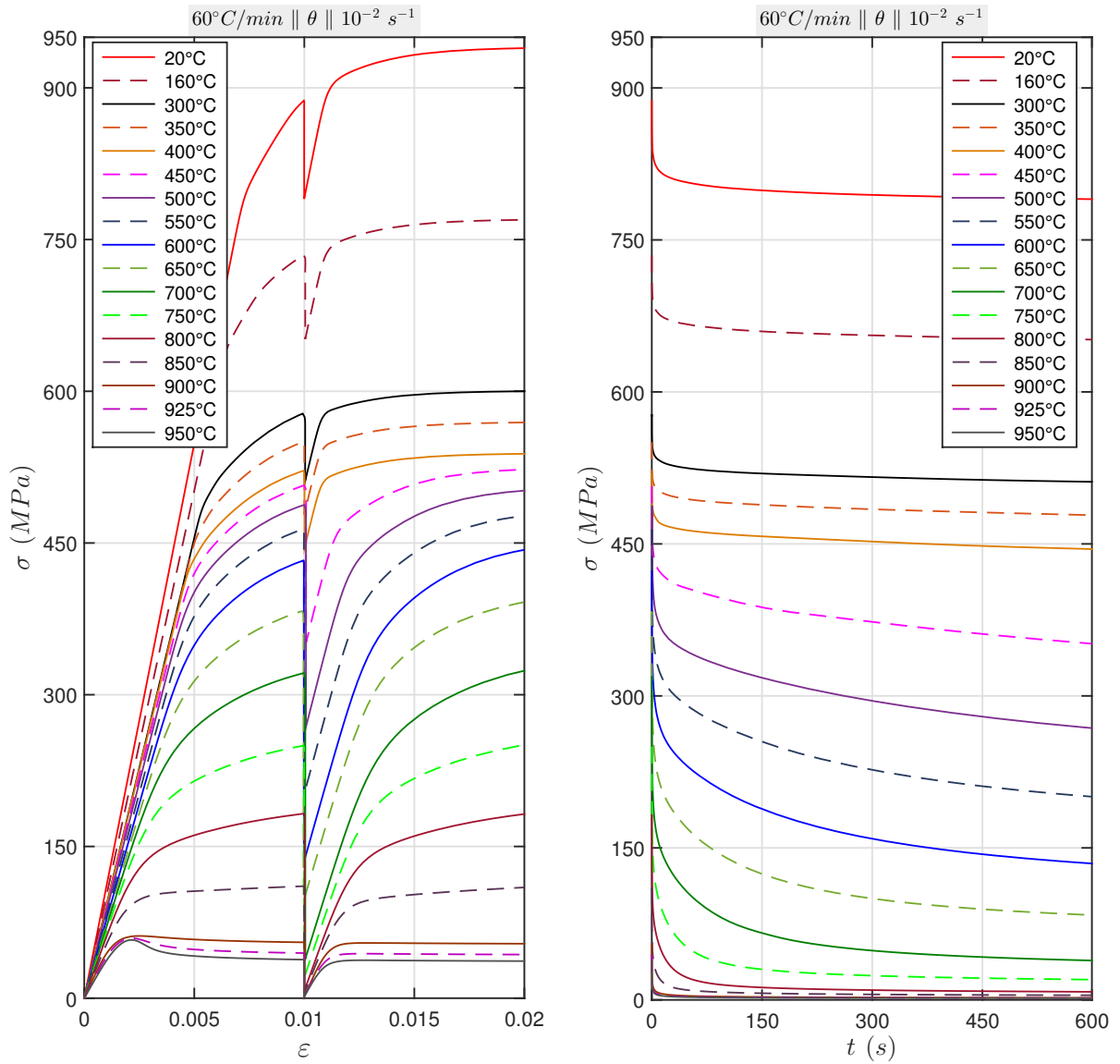
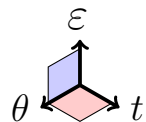


FIG. IV.24 – Simulation des températures intermédiaires par interpolation linéaire des coefficients du modèle non-unifié . Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.2.5 Extension du modèle pour 950°C : effet du temps

Comme il a été discuté précédemment (sous-section IV.2.3.1), le pic issu du phénomène de *yield point* lors du second chargement n'est pas prédit.

D'un point de vue physique, durant le temps de maintien (relaxation), le matériau subit une restauration statique comme cela a été discuté dans le chapitre précédent (sous-section III.3.3.2). Les dislocations se réarrangent sous l'effet du temps et de la température, entraînant une baisse de la densité des dislocations [Hull 2011, Kerisit 2012]. Le matériau se retrouve alors avec une densité de dislocations proche de celle présente juste avant le début de l'essai [Smallman 2014], ce qui entraîne l'apparition d'un nouveau pic de contraintes lors du second chargement.

Dans le modèle non-unifié, la densité de dislocations mobiles ρ_m intervient dans la loi d'écoulement de la phase β (Eq. (IV.51)). La fraction des dislocations mobiles f_m , associée à cette densité, évolue pendant le pic du phénomène de *yield point*. Certains auteurs font état de la présence d'une restauration statique aux hautes températures associée au mouvement des dislocations [Jaffee 1958, Lagneborg 1968, Lagneborg 1973, Sandström 1974, McQueen 1984]. Cependant, dans l'état actuel du modèle, il n'y a pas de restauration statique associée à la fraction des dislocations mobiles. De manière analogue à l'écroutissage isotrope, la restauration statique est ajoutée à l'équation (IV.62) pour prendre en compte l'évolution du nombre des dislocations mobiles durant le temps de maintien en déformation, tel que :

$$\dot{f}_m = -\lambda \underline{\dot{p}}_\beta^\kappa (f_m - f_{ma}) - \mu f_m^\delta, \quad (\text{IV.72})$$

avec μ et δ des paramètres liés à la restauration statique et identifiés sur le second pic. Le résultat de cette nouvelle formulation du modèle est présenté sur la figure IV.25 avec les essais réalisés à 950°C.

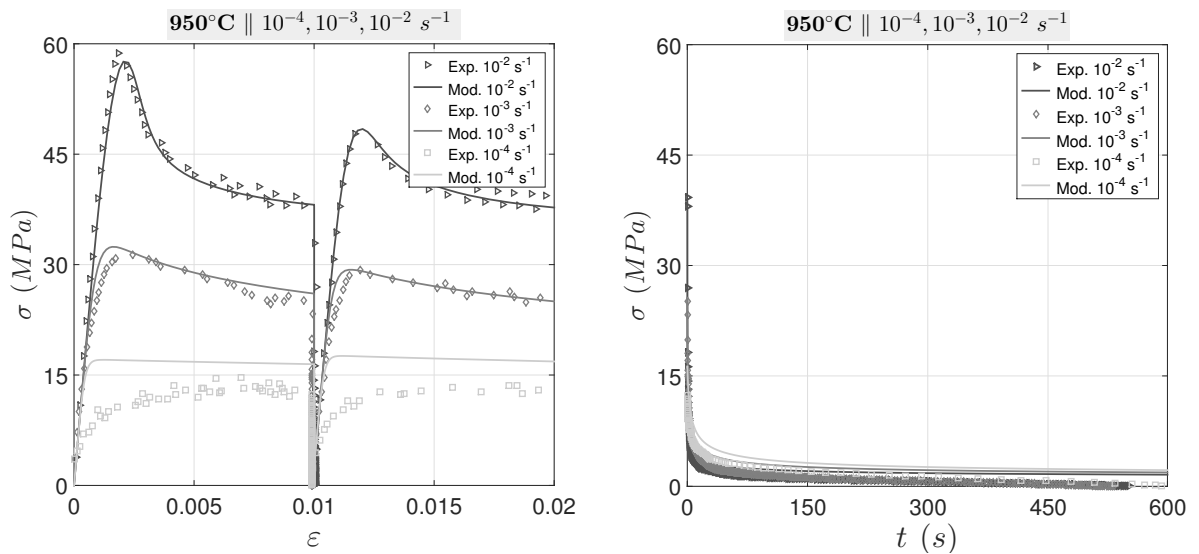
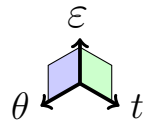


FIG. IV.25 – Prédiction du comportement à 950°C après ajout d'un terme de restauration statique. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



IV.3 Conclusions partielles

Dans ce chapitre, le comportement mécanique monotone quasi-statique de l'alliage Ti-6Al-4V lors d'une trempe a été prédit par deux modèles de comportement différents :

- un modèle unifié qui permet une simulation du comportement de l'alliage dans son ensemble,
- un modèle non-unifié qui utilise des paramètres microstructuraux afin de produire des résultats de simulation plus fidèles à la réalité physique du comportement thermomécanique du matériau.

Modèle unifié

Un modèle de comportement élasto-visco-plastique est proposé et ses paramètres sont identifiés à différentes températures. Des conditions de temps/température et temps/déformation ($\dot{\theta}$, θ et $\dot{\varepsilon}$) ont été modélisées.

Le modèle décrit bien l'effet de la température et de la vitesse de déformation pour le domaine de températures compris entre 800°C et 20°C.

L'ajout d'un paramètre de restauration statique dans le modèle permet de mieux décrire le comportement à chaud du matériau notamment durant le maintien en déformation et lors des essais sous sollicitation mécanique lente.

L'ajout de variables microstructurales décrivant l'évolution de l'épaisseur des lamelles α_{II} permet de prendre en compte l'effet de la vitesse de refroidissement sur la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V.

Modèle non-unifié

Un modèle de comportement non-unifié, basé sur une loi des mélanges de phases (α_I , α_{II} , β) a été proposé et identifié pour différentes conditions thermiques et mécaniques ($\dot{\theta}$, θ et $\dot{\varepsilon}$).

Le modèle prédit bien le comportement du matériau sur toute la gamme de températures et de vitesses de déformation. L'effet de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique est correctement reproduit à l'exception de l'adoucissement du matériau (relaxation des contraintes) aux basses températures.

Une loi des mélanges a été proposée afin de décomposer plus fidèlement le comportement inélastique de chaque phase. La taille de nodules α_I et l'épaisseur de lamelles α_{II} permettent de reproduire la résistance mécanique de l'alliage. Une loi d'évolution de la densité de dislocations mobiles a été introduite dans la loi d'écoulement de la phase β pour modéliser le phénomène de *yield point*. La formulation de cette loi a été modifiée afin de prendre en compte le phénomène de restauration statique ainsi que la grande sensibilité à la vitesse de déformation du phénomène de *yield point* de l'alliage Ti-6Al-4V.

Conclusion générale et perspectives

Sommaire

Conclusion générale	139
Comportement mécanique et évolution microstructurale	139
Modélisation du comportement mécanique	140
Perspectives	141
Comportement mécanique et évolution microstructurale	141
Modélisation et simulation du comportement mécanique	142
Prédiction du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V traité β	142

Conclusion générale

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du FUI TiMaS (Titanium Machining and Simulation). L'objectif de ce projet est de prédire et d'anticiper la création de contraintes résiduelles au cours de l'ensemble du procédé d'obtention d'une pièce en alliage Ti-6Al-4V (mise en forme, usinage et détensionnement). Ces travaux se sont focalisés sur l'étude du refroidissement après matriçage (lors de la mise en forme).

Dans ce manuscrit, nous avons présenté une méthodologie de caractérisation et d'analyse de l'évolution microstructurale et du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors d'un refroidissement contrôlé depuis une température sub-transus β . Les conclusions de ces résultats expérimentaux nous ont permis, par la suite, de proposer deux modèles de comportement mécanique prenant en compte l'évolution de la microstructure afin de prédire au mieux la réponse mécanique d'une pièce industrielle massive soumise à un gradient de température durant le refroidissement.

Comportement mécanique et évolution microstructurale

Des essais de traction/relaxation/traction avec un traitement thermique in-situ ont été mis en place afin de caractériser le comportement mécanique et l'évolution microstructurale en température de l'alliage Ti-6Al-4V lors du refroidissement. Une étude expérimentale a été menée sous différentes conditions thermiques et mécaniques (vitesse

de refroidissement, température et vitesse de déformation différentes). Une méthodologie de préparation métallographique et d'analyse des phases et de leurs morphologies a été proposée afin de quantifier l'évolution microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V durant le refroidissement.

Dans un premier temps, les propriétés élastiques (module d'Young et dilatation thermique) ont été exposées. Le comportement mécanique a ensuite montré deux mécanismes de déformation principaux régissant la réponse mécanique de l'alliage en température. En effet, le matériau présente un comportement visqueux au-dessus de 500°C (grande sensibilité à la vitesse de déformation) et un comportement plastique avec écrouissage en dessous de 800°C. L'effet de la restauration statique sur la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V a été déterminé. De plus, un phénomène de *yield point* a été observé à très hautes températures et son origine physique a été discutée. Enfin, des écarts de résistance mécanique ont été observés sur des essais menés à une même température et ayant subi un refroidissement préalable à une vitesse différente. Cet écart de contrainte a été relié à des épaisseurs de lamelles α_{II} différentes dont la finesse et le nombre important provoquent un blocage plus conséquent du mouvement des dislocations entraînant une résistance de l'alliage plus importante.

Les épaisseurs des lamelles α_{II} ont alors été mesurées par analyse d'images et une loi d'évolution de celles-ci avec la vitesse de refroidissement a été proposée. La taille des nodules α_I a également été déterminée, celle-ci n'évolue pas au cours du refroidissement. Les fractions de phases α (α_I et α_{II}) et β ont aussi été obtenues par analyse d'images. Elles évoluent rapidement pendant le refroidissement dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, entre 950°C et 800°C, puis n'évoluent plus aux températures inférieures.

Modélisation du comportement mécanique

Durant ces travaux, deux approches de la modélisation du comportement mécanique ont été proposées. Une approche unifiée a été mise en place afin de modéliser et prédire le comportement mécanique global de l'alliage Ti-6Al-4V. Une approche non-unifiée a également été mise en place afin de relier des mécanismes de déformation avec les phases auxquelles ils sont associés et de pondérer, par une loi de mélanges, l'apport local de chacun sur la prédiction de la réponse mécanique de l'alliage. Les hypothèses permettant l'identification des paramètres des modèles ont été présentées. Les résultats des simulations des modèles ont ensuite été comparés aux résultats expérimentaux pour les différentes conditions d'essais menées et la validité des modèles a été discutée.

L'approche unifiée utilisée considère un modèle élasto-visco-plastique avec écrouissage isotrope. Un paramètre de restauration statique a été ajouté à la loi d'écrouissage afin de prendre en compte l'accommodation du matériau aux hautes températures se traduisant généralement par une baisse du nombre de dislocations et donc une diminution de l'écrouissage. La loi d'évolution reliant l'épaisseur des lamelles α_{II} avec la vitesse de

refroidissement a été intégrée à la loi d'écoulement additive proposée afin de prédire le comportement mécanique de l'alliage lors de refroidissements à des vitesses différentes. Le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V est globalement bien décrit sur l'ensemble des températures à l'exception des hautes températures où le phénomène de *yield point* ne peut être reproduit avec le premier modèle proposé.

L'approche non-unifiée permet d'intégrer, dans le modèle de comportement, des paramètres microstructuraux (fractions de phase, épaisseur de lamelles, densité de dislocations...) aux lois d'écoulement des phases auxquelles ils sont associés afin de prédire la réponse mécanique de l'alliage de manière plus fidèle. La phase α et ses interfaces avec les autres phases (ou avec elle même) sont généralement reliées à la plasticité des alliages de titane. Les paramètres microstructuraux de la phase α ont donc été associés aux paramètres de résistance du matériau. Une loi d'évolution de la fraction de dislocations mobiles a été intégrée dans la loi d'écoulement de la phase β permettant ainsi de modéliser le phénomène de *yield point*. De plus, une piste d'amélioration de cette loi d'évolution des dislocations mobiles a été proposée avec l'ajout de paramètres de restauration statique permettant de prédire le second pic du phénomène de *yield point*. Celui-ci apparaît après un temps de maintien en température sans déformation importante (relaxation de contraintes). Le comportement mécanique est globalement bien reproduit avec le modèle non-unifié pour toutes les températures, vitesses de refroidissement et de déformations étudiées.

Perspectives

Comportement mécanique et évolution microstructurale

Les travaux présentés proposent de relier le comportement mécanique avec les phases et les morphologies présentes à la température d'essai. Cela permet notamment d'expliquer et de modéliser certains mécanismes de déformation. Toutefois, l'évolution microstructurale observée à 900°C, dans le domaine de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, nécessiterait une étude approfondie. En particulier, il serait intéressant de déterminer, en fonction du temps passé à cette température d'essai, le taux de transformation et les dimensions des morphologies des phases. Ainsi, il serait possible de modéliser de manière plus juste le comportement mécanique à 900°C pour différentes vitesses de refroidissement durant tout l'essai de traction/relaxation/traction.

L'étude du comportement mécanique en traction et relaxation a été réalisée sur des éprouvettes prélevées dans la direction longitudinale du lopin. Il serait intéressant d'étudier l'effet d'anisotropie et de texture, induit par le procédé de forge, sur la réponse mécanique en traction/relaxation de l'alliage Ti-6Al-4V.

Lors d'un refroidissement depuis de hautes températures, différentes parties d'une pièce industrielle peuvent être soumises alternativement à des contraintes de traction et de compression sous l'effet du changement de température. Afin d'étudier cet aspect du refroidissement, des essais cycliques de traction/compression, de compression/traction et de traction/relaxation/compression en température devraient être entrepris. Cela permettrait d'étendre la gamme d'utilisation du modèle de comportement.

Modélisation et simulation du comportement mécanique

Une validation des modèles a été proposée au travers d'une estimation des erreurs commises par le modèle et d'une interpolation linéaire des coefficients du modèle à des températures intermédiaires non utilisées pour l'identification des paramètres. Pour s'assurer de la robustesse des modèles proposés pour la prédiction du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors du refroidissement, il serait intéressant de confronter ces résultats pour des conditions de chargements anisothermes.

Pour valider de manière expérimentale et industrielle la démarche de modélisation proposée, une implantation des modèles dans un code de calcul par éléments finis serait nécessaire. Cela permettrait d'enrichir les simulations réalisées par Aubert & Duval afin de déterminer de manière plus juste le niveau de contraintes résiduelles dans leurs pièces industrielles.

Prédiction du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V traité β

Une méthodologie d'identification et de modélisation du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V, ayant subi un traitement thermique différent (mise en solution dans le domaine β), est proposée en annexe D. Cette méthodologie est basée sur l'approche non-unifiée proposée précédemment pour prédire le comportement de l'alliage Ti-6Al-4V traité $\alpha+\beta$. Cette annexe montre qu'il est possible, en changeant simplement les paramètres microstructuraux du modèle de prédire de manière plutôt correcte la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V traité β .

Cependant, il serait nécessaire de réaliser une étude approfondie des évolutions de microstructure et de comportement mécanique durant le refroidissement (comme pour le traitement $\alpha+\beta$) pour confirmer la bonne prédiction du modèle et les hypothèses d'identification proposées.

Bibliographie

- [Abbasi 2015] S.M. Abbasi, A. Momeni, A. Akhondzadeh et S.M. Ghazi Mirsaed. *Microstructure and mechanical behavior of hot compressed Ti-6V-6Mo-6Fe-3Al*. Materials Science and Engineering A, vol. 639, pages 21–28, 2015.
- [Abrivard 2015] G. Abrivard. *Livrable 2.6 : Rapport sur l'influence de la stratégie d'usinage sur les contraintes résiduelles - Rapport interne FUI TiMaS*. Rapport technique, Airbus Group Innovations, 2015.
- [Adenstedt 1949] H. Adenstedt. *Creep of titanium at room temperature*. Metal Progress, vol. 56, 1949.
- [Aerospace Valley 2005] Aerospace Valley. <http://www.aerospace-valley.com/>, 2005.
- [AFNOR 2013] NORME AFNOR. NF EN 3813 : Série aérospatiale – Alliage de titane TI-P64001 (Ti-6Al-4V) – Recuit – Barre et fil pour éléments de fixations forgées – De $\phi \leq 50$ mm. 2013.
- [Aiyangar 2005] A.K. Aiyangar, B.W. Neuberger, P.G. Oberson et S. Ankem. *The Effects of Stress Level and Grain Size on the Ambient Temperature Creep Deformation Behavior of an Alpha Ti-1.6 Wt Pct V Alloy*. vol. 36, pages 637–644, 2005.
- [Ambard 2001] A. Ambard, L. Guétaz, F. Louchet et D. Guichard. *Role of interphases in the deformation mechanisms of an α/β titanium alloy at 20 K*. Materials Science and Engineering A, vol. 319-321, pages 404–408, 2001.
- [Ankem 1986] S. Ankem et H. Margolin. *A rationalization of stress-strain behavior of two-ductile phase alloys*. Metallurgical Transactions A, vol. 17, pages 2209–2226, 1986.
- [Ankem 2006] S. Ankem, H. Margolin, C.A. Greene, B.W. Neuberger et P.G. Oberson. *Mechanical properties of alloys consisting of two ductile phases*. Progress in Materials Science, vol. 51, no. 5, pages 632–709, 2006.
- [Ashby 1972] M.F. Ashby. *A first report on deformation-mechanism maps*. Acta Metallurgica, vol. 20, pages 887–897, 1972.
- [Aubert & Duval 2012] Aubert & Duval. *Alliage Titane TA6V, Ti-6Al-4V*; http://www.aubertduval.fr/uploads/tx_obladygestionproduit/TA6V_FR.pdf, consulté en 2016. Rapport technique, 2012.
- [Balcaen 2013] Y. Balcaen. *Etude des mécanismes de déformation du titane T40 en formage incrémental*. thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2013.
- [Banerjee 2007] S. Banerjee et P. Mukhopadhyay. *Phase transformations : Examples from titanium and zirconium alloys*. Elsevier, pergamon materials series édition, 2007.
- [Banerjee 2013] D. Banerjee et J.C. Williams. *Perspectives on Titanium Science and Technology*. Acta Materialia, vol. 61, no. 3, pages 844–879, 2013.

- [Barkia 2015] B. Barkia, V. Doquet, J.P. Couzinié et I. Guillot. *Room-temperature creep and stress relaxation in commercial purity titanium-Influence of the oxygen and hydrogen contents on incubation phenomena and aging-induced rejuvenation of the creep potential*. Materials Science and Engineering A, vol. 624, pages 79–89, 2015.
- [Baur 1980] G. Baur et P. Lehr. *Influence spécifique de l'oxygène sur quelques propriétés physiques, les caractéristiques mécaniques et la dynamique de déformation plastique du titane de haute pureté*. Journal of Less-Common Metals, vol. 69, pages 203–218, 1980.
- [Bein 1996] S. Bein. *Transformations de phases dans les alliages de titane $\alpha+\beta$ quasi β . Approches comparatives des évolutions morphologiques et des mécanismes de précipitation observés dans l'alliage β -CEZ*. thèse de Doctorat, CNAM de Paris, 1996.
- [Besson 2001] J. Besson, G. Cailletaud, J.L. Chaboche et S. Forest. *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermes Science Publications, 2001.
- [Bhattacharyya 2003] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer et H.L. Fraser. *The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy*. Acta Materialia, vol. 51, no. 16, pages 4679–4691, 2003.
- [Bhattacharyya 2007] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan et H.L. Fraser. *Crystallographic and morphological relationships between β phase and the Widmanstätten and allotriomorphic α phase at special β grain boundaries in an α/β titanium alloy*. Acta Materialia, vol. 55, no. 20, pages 6765–6778, 2007.
- [Bieler 2002] T.R. Bieler et S.L. Semiatin. *The origins of heterogeneous deformation during primary hot working of Ti-6Al-4V*. International Journal of Plasticity, vol. 18, pages 1165–1189, 2002.
- [Bouaziz 2012] O. Bouaziz. *Revisited storage and dynamic recovery of dislocation density evolution law : Toward a generalized kocks-mecking model of strain-hardening*. Advanced Engineering Materials, vol. 14, no. 9, pages 759–761, 2012.
- [Bourgeois 1997] M. Bourgeois. *Etude du comportement viscoplastique à 773 K d'alliages de titane biphasés Ti-6246*. thèse de Doctorat, UTC, 1997.
- [Boyer 2007] R. Boyer, E.W. Collings et G. Welsch. *Materials Properties Handbook : Titanium Alloys*. ASM International, 4ème édition, 2007.
- [Bramfitt 1998] B.L. Bramfitt. *Structure / Property Relationships in Irons and Steels*. ASM International, 1998.
- [Brandes 2012] M.C. Brandes, M. Baughman, M.J. Mills et J.C. Williams. *The effect of oxygen and stress state on the yield behavior of commercially pure titanium*. Materials Science and Engineering A, vol. 551, pages 13–18, 2012.
- [Brushi 2015] S. Brushi, G. Buffa, A. Ducato, L. Fratini et A. Ghiotti. *Phase evolution in hot forging of dual phase titanium alloys : Experiments and numerical analysis*. Journal of Manufacturing Processes, vol. 20, pages 382–388, 2015.
- [Burgers 1934] W.G. Burgers. *On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium*. Physica, vol. 1, no. 7-12, pages 561–586, 1934.
- [Campbell 2006] F.C. Campbell. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*. Elsevier, 2006.

- [Castany 2007] P. Castany. *Étude des Micromécanismes de Déformation d'un Alliage Ti-6Al-4V par Déformation MET in situ : Influence d'un Traitement de Surface*. thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2007.
- [Castro 1966] R. Castro et L. Seraphin. *Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V*. Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, vol. 63, no. 12, pages 1025–1056, 1966.
- [Chandra 2002] N. Chandra. *Constitutive behavior of superplastic materials*. International Journal of Non-Linear Mechanics, vol. 37, pages 461–484, 2002.
- [Charles 2008] C. Charles. *Modelling microstructure evolution of weld deposited Ti-6Al-4V*. thèse de Licence, Luleå University of Technology, 2008.
- [Cheong 2001] B.H. Cheong, J. Lin et A.A. Ball. *Modelling of hardening due to grain growth for a superplastic alloy*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 119, pages 361–365, 2001.
- [Christian 1964] J.W. Christian. *The stress dependence of dislocation velocity, and its relation to the strain rate sensitivity*. Acta Metallurgica, vol. 12, no. 1, pages 99–102, 1964.
- [Chu 1997] H.P. Chu. *Low Temperature Alloy Creep of a Titanium Alloy Ti-6Al-2Cb-1Ta-0.8Mo*. Rapport technique, NASA, Greenbelt, 1997.
- [Chumachenko 2005] E.N. Chumachenko, V.K. Portnoi, L. Paris et T. Billaudeau. *Analysis of the SPF of a titanium alloy at lower temperatures*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 170, no. 1-2, pages 448–456, 2005.
- [Coër 2013] J. Coër, P.Y. Manach, H. Laurent, M.C. Oliveira et L.F. Menezes. *Piobert-Lüders plateau and Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg alloy in simple shear*. Mechanics Research Communications, vol. 48, pages 1–7, 2013.
- [Collings 2007] E.W. Collings. *Materials Properties Handbook : Titanium Alloys*. ASM International, 4ème édition, 2007.
- [Combres 1991] Y. Combres et B. Champin. *Traitements Thermiques des Alliages de Titane*. Techniques de l'Ingénieur, vol. M 1335, pages 1–27, 1991.
- [Combres 2012] Y. Combres. *Propriétés du titane et de ses alliages*. Techniques de l'Ingénieur, vol. M 557, pages 1–18, 2012.
- [Conrad 1981] H. Conrad. *Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium*. Progress in Materials Science, vol. 26, no. 2-4, pages 123–403, 1981.
- [Cope 1986] M.T. Cope et D.R. Evetts. *Superplastic deformation characteristics of two microduplex titanium alloys*. Journal of Materials Science, vol. 21, pages 4003–4008, 1986.
- [Cottrell 1948] A.H. Cottrell et B.A. Bilby. *Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron*. Proceedings of the Physical Society. Section A, vol. 62, no. 1, pages 49–62, 1948.
- [Dąbrowski 2011a] R. Dąbrowski. *The Kinetics of Phase Transformations during Continuous Cooling of Ti6Al4V Alloy from the Diphasic $\alpha+\beta$ Range*. Archives of Metallurgy and Materials ([licence Creative Commons : CC BY-NC-ND 3.0](#)), vol. 56, no. 2, pages 217–221, 2011.
- [Dąbrowski 2011b] R. Dąbrowski. *The Kinetics of Phase Transformations during Continuous Cooling of Ti6Al4V Alloy from the Single-phase β Range*. Archives of Metallurgy and

- Materials ([licence Creative Commons : CC BY-NC-ND 3.0](#)), vol. 56, no. 3, pages 703–707, 2011.
- [David 1997] F. David, I. Aubert, X. Lemoine et M. Berveiller. *Modelling of elastoplastic polycrystals and aspects of applications*. Computational Materials Science, vol. 9, no. 1-2, pages 188–198, 1997.
- [Deleuze 2010] C. Deleuze. *Méthodologie d’analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d’alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al*. thèse de Doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2010.
- [Deleuze 2011] C. Deleuze, L. Barrallier, A. Fabre, O. Molinas et C. Esberard. *Microstructure characterisation of biphasic titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al and effects induced by heterogeneities on X-ray diffraction peak’s broadening*. Materials Science and Technology, vol. 27, pages 1574–1581, 2011.
- [Desalos 2012] Y. Desalos. *Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages*. Techniques de l’Ingénieur, vol. m1105, pages 1–20, 2012.
- [Dieter 1986] G.E. Dieter et D. Bacon. *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill Book Company, 3ème édition, 1986.
- [Donachie 2000] M.J. Donachie. *Titanium : a technical guide*. ASM International, 2000.
- [Doraiswamy 2003] D. Doraiswamy et S. Ankem. *The effect of grain size and stability on ambient temperature tensile and creep deformation in metastable beta titanium alloys*. Acta Materialia, vol. 51, no. 6, pages 1607–1619, 2003.
- [Duan 2007] Y-P. Duan, P. Li, K-M. Xue, Q. Zhang et X-X. Wang. *Flow behavior and microstructure evolution of TB8 alloy during hot deformation process*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 17, pages 1199–1204, 2007.
- [Dubiez-Le Goff 2003] S. Dubiez-Le Goff. *Comportement et endommagement d’un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*. thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [Dubus 1998] J.-P. Dubus. *Mesures par analyse d’image : analyse statistique et texturale*. Techniques de l’Ingénieur, vol. R630, pages 1–25, 1998.
- [Duvelleroy 2011] M. Duvelleroy. *EADS Innovation Works et l’Institut Clément Ader créent un Groupe de Recherches Concertées dans le domaine de l’Analyse Avancée des Structures Aéronautiques*; http://www.airbusgroup.com/int/en/news-media/press-releases/Airbus-Group/Financial_Communication/2011/12/20111216_eads_iw_clement_ader.html, consulté en 2016, 2011.
- [Elmer 2005] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu et E.D. Specht. *In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V*. Materials Science and Engineering A, vol. 391, no. 1-2, pages 104–113, 2005.
- [Elwazri 2005] A.M. Elwazri, P. Wanjara et S. Yue. *The effect of microstructural characteristics of pearlite on the mechanical properties of hypereutectoid steel*. Materials Science and Engineering A, vol. 404, no. 1-2, pages 91–98, 2005.
- [Escalé 2012] N. Escalé. *Étude par Microscopie Electronique en Transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d’alliages de titane bétamétastables*. thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2012.

- [Estrin 1984] Y. Estrin et H. Mecking. *A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models*. Acta Metallurgica, vol. 32, no. 1, pages 57–70, 1984.
- [Estrin 1996] Y. Estrin. *Dislocation-Density-Related Constitutive Modeling*. In Unified Constitutive Laws of Plastic Deformation, chapitre 2, pages 69–106. Academic Press, 1996.
- [Fabrègue 2000] P. Fabrègue. *Métallurgie du laminage à chaud*. Techniques de l'Ingénieur, vol. m7860, pages 1–25, 2000.
- [Fan 2011] X.G. Fan et H. Yang. *Internal-state-variable based self-consistent constitutive modeling for hot working of two-phase titanium alloys coupling microstructure evolution*. International Journal of Plasticity, vol. 27, no. 11, pages 1833–1852, 2011.
- [Fisher 1956] J.C. Fisher et H.C. Rogers. *Propagation of Lüder's bands in steel wires*. Acta Metallurgica, vol. 4, pages 180–185, 1956.
- [Forestier 2016] R. Forestier, Y. Dahan et A. Xayasenh. *Livrable 1.5 : Rapport sur la comparaison modélisation/mesures expérimentales - Rapport interne FUI TiMaS*. Rapport technique, Aubert & Duval, 2016.
- [François 2015] D. François. *Lois de comportement des métaux - Élastoplasticité. Viscoplasticité*. Techniques de l'Ingénieur, vol. 33, pages 1–28, 2015.
- [Fréour 2006] S. Fréour, D. Gloaguen, M. François et R. Guillén. *Application of inverse models and XRD analysis to the determination of Ti-17 β -phase coefficients of thermal expansion*. Scripta Materialia, vol. 54, pages 1475–1478, 2006.
- [Frost 1982] H.J. Frost et M.F. Ashby. *Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Pergamon Press, 1982.
- [Galindo-Nava 2012] E.I. Galindo-Nava, J. Sietsma et P.E.J. Rivera-Díaz-del Castillo. *Dislocation annihilation in plastic deformation : II. Kocks-Mecking Analysis*. Acta Materialia, vol. 60, no. 6-7, pages 2615–2624, 2012.
- [Gaudillère 2011] D. Gaudillère. *Kick Off Meeting : TiMaS*, 2011.
- [Gil 2001] F.J. Gil, M.P. Ginebra, J.M. Manero et J.A. Planell. *Formation of α -Widmanstätten structure : effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy*. Journal of Alloys and Compounds, vol. 329, pages 142–152, 2001.
- [Gollapudi 2007] S. Gollapudi. *Creep mechanisms in Titanium alloy tubing*. thèse de Doctorat, North Carolina State University, 2007.
- [Greim 2012] J. Greim et K.A. Schwetz. *Boron Carbide, Boron Nitride, and Metal Borides*. In Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, volume 6, pages 219–236. WILEY-VCH, 2012.
- [Hahn 1962] G.T Hahn. *A model for yielding with special reference to the yield-point phenomena of iron and related BBC metals*. Acta Metallurgica, vol. 10, no. 8, pages 727–738, 1962.
- [Hall 1951] E.O. Hall. *The Deformation and Ageing of Mild Steel : III Discussion of Results*. Proceedings of the Physical Society. Section B, vol. 64, no. 9, pages 747–753, 1951.
- [Hall 1970] E.O. Hall. *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*. Plenum Press, 1970.
- [Hertzberg 1996] R.W. Hertzberg. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*. John Wiley & Sons, Inc, 4ème édition, 1996.

- [Hill 1998] R. Hill. *The Mathematical Theory of Plasticity*. Oxford Classics series, 1998.
- [Hocheid 1970] B. Hocheid, R. Klima, C. Beauvais, M. Rapin et C. Roux. *Contribution à l'Étude des transformations de l'alliage de titane TA6V en conditions isothermes*. Mémoires et Études scientifiques, Revue de Métallurgie LXVII, vol. 9, 1970.
- [Hull 2011] D. Hull et D.J. Bacon. *Introduction to Dislocations*, volume 36. Elsevier, 5ème édition, 2011.
- [Imam 1979] M.A. Imam et C.M. Gilmore. *Room temperature creep of Ti-6Al-4V*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 10, pages 419–425, 1979.
- [Ishii 2003] H. Ishii, K. Ohkubo, S. Miura et T. Mohri. *Mechanical Properties of $\alpha + \kappa$ Two-phase Lamellar Structure in Fe-Mn-Al-C Alloy*. Materials Transactions, vol. 44, no. 9, pages 1679–1681, 2003.
- [Jaffee 1958] R.I. Jaffee. *The physical metallurgy of titanium alloys*. Progress in Metal Physics, vol. 7, pages 65–163, 1958.
- [Janghorban 1991] K. Janghorban et S. Esmaeili. *Deformation-mechanism map for Ti-6wt% Al alloy*. Journal of Materials Science, vol. 26, no. 12, pages 3362–3365, 1991.
- [Jia 2011] W. Jia, W. Zeng, Y. Zhou, J. Liu et Q. Wang. *High-temperature deformation behavior of Ti60 titanium alloy*. Materials Science and Engineering : A, vol. 528, no. 12, pages 4068–4074, 2011.
- [Johnston 1959] W.G. Johnston et J.J. Gilman. *Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals*. Journal of Applied Physics, vol. 30, no. 2, page 129, 1959.
- [Joshi 2006] V.A. Joshi. *Titanium Alloys : An Atlas of Structures and Fracture Features*. CRC Taylor & Francis, 2006.
- [Jousset 2008] H. Jousset. *Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation*. thèse de Doctorat, École des Mines de Paris, 2008.
- [Kar 2006] S.K. Kar, T.K. Searles, E. Lee, G.B. Viswanathan, J. Tiley, R. Banerjee et H.L. Fraser. *Modeling the tensile properties in β -processed α/β Ti alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 37, no. 3, pages 559–566, 2006.
- [Katzarov 2002] I. Katzarov, S. Malinov et W. Sha. *Finite Element Modeling of the Morphology of β to α Phase Transformation in Ti-6Al-4V Alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, no. 4, pages 1027–1040, 2002.
- [Kerisit 2012] C. Kerisit. *Analyse des mécanismes de recristallisation statique du tantale déformé à froid pour une modélisation en champ moyen*. thèse de Doctorat, École des Mines de Paris, 2012.
- [Khan 2007] A.S. Khan, R. Kazmi, B. Farrokh et M. Zupan. *Effect of oxygen content and microstructure on the thermo-mechanical response of three Ti-6Al-4V alloys : Experiments and modeling over a wide range of strain-rates and temperatures*. International Journal of Plasticity, vol. 23, no. 7, pages 1105–1125, 2007.
- [Khelifa 2003] M. Khelifa, E. Aeby-Gautier, S. Denis, P. Archambault et J.P. Sarteaux. *Analysis of the mechanical behavior of metastable β titanium alloys - Influence of the phase transformation*. In Ti-2003, Proceeding of the 10th World Conference on Titanium, pages 1599–1606, Hambourg, 2003.

- [Kim 2003] J.H. Kim, S.L. Semiatin et C.S. Lee. *Constitutive analysis of the high-temperature deformation of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure*. Acta Materialia, vol. 51, no. 18, pages 5613–5626, 2003.
- [Kim 2005] J.H. Kim, S.L. Semiatin et C.S. Lee. *Constitutive analysis of the high-temperature deformation mechanisms of Ti-6Al-4V and Ti-6.85Al-1.6V alloys*. Materials Science and Engineering A, vol. 394, pages 366–375, 2005.
- [Kocks 1975] U.F. Kocks, A.S. Argon et M.F. Ashby. *Thermodynamics and kinetics of slip*. Progress in Materials Science, 1975.
- [Kocks 1976] U.F. Kocks. *Laws for work-hardening and low-temperature creep*. Journal of Engineering Materials and Technology, vol. 98, pages 16–85, 1976.
- [Laasraoui 1991] A. Laasraoui et J.J. Jonas. *Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates*. Metallurgical Transactions A, vol. 22A, no. 7, pages 1545–1558, 1991.
- [Lagneborg 1968] R. Lagneborg. *Recovery creep in materials hardened by a second phase*. Journal of Materials Science, vol. 3, pages 596–602, 1968.
- [Lagneborg 1973] R. Lagneborg et B.H. Forsen. *A model based on dislocation distributions for work-hardening and the density of mobile and immobile dislocations during plastic flow*. Acta Metallurgica, vol. 21, pages 781–790, 1973.
- [Langford 1977] G. Langford. *Deformation of pearlite*. Metallurgical Transactions A, vol. 8, no. 6, pages 861–875, 1977.
- [Le Maitre 1970] F. Le Maitre. *Étude des transformations en refroidissement continu de l’alliage de titane TA6V*. Mémoires et Études scientifiques, Revue de Métallurgie LXVII, vol. 9, pages 563–574, 1970.
- [Lecomte 2000] J-S. Lecomte. *Etude de la Plasticité de l’Alliage TA6V entre 25 ° C et 800 ° C*. thèse de Doctorat, Université de Metz, 2000.
- [Lemaitre 2009] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, A. Benallal et R. Desmorat. *Mécanique des Matériaux Solides*. Dunod, Paris, 3ème édition, 2009.
- [Les pôles de compétitivité 2016] Les pôles de compétitivité. *Les résultats du 12ème appel à projets FUI*; <http://competitivite.gouv.fr/le-12e-appel-a-projets/les-resultats-du-12e-appel-a-projets-fui-819.html>, 2011, consulté en 2016.
- [Leyens 2003] C. Leyens et M. Peters. *Titanium and Titanium Alloys : Fundamentals and Applications*. WILEY-VCH, 2003.
- [Li 2002] L.X. Li, Y. Lou, L.B. Yang, D.S. Peng et K.P. Rao. *Flow stress behavior and deformation characteristics of Ti-3Al-5V-5Mo compressed at elevated temperatures*. Materials & Design, vol. 23, no. 5, pages 451–457, 2002.
- [Li 2007] M. Li, H. Pan, Y. Lin et J. Luo. *High temperature deformation behavior of near alpha Ti-5.6Al-4.8Sn-2.0Zr alloy*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 183, no. 1, pages 71–76, 2007.
- [Li 2009] A.B. Li, L.J. Huang, Q.Y. Meng, L. Geng et X.P. Cui. *Hot working of Ti-6Al-3Mo-2Zr-0.3Si alloy with lamellar $\alpha+\beta$ starting structure using processing map*. Materials & Design, vol. 30, pages 1625–1631, 2009.

- [Lin 1999] J. Lin et J. Yang. *GA-based multiple objective optimisation for determining viscoplastic constitutive equations for superplastic alloys*. International Journal of Plasticity, vol. 15, no. 11, pages 1181–1196, 1999.
- [Lin 2005] J. Lin et T.A. Dean. *Modelling of microstructure evolution in hot forming using unified constitutive equations*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 167, pages 354–362, 2005.
- [Lodini 2000] A. Lodini. *The recent development of the neutronic techniques for the determination of the residual stresses*. In Nouvelles techniques de mesures des contraintes résiduelles - Applications industrielles, volume 47, pages 70–78, 2000.
- [Lonardelli 2007] I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S.C. Vogel et L. Lutterotti. *In situ observation of texture evolution during $\alpha \rightarrow \beta$ and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction*. Acta Materialia, vol. 55, no. 17, pages 5718–5727, 2007.
- [Lu 2002] J. Lu. *Prestress Engineering of Structural Material : A Global Design Approach to the Residual Stress Problem*. In ASM Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel, pages 11–26. ASM International, 2002.
- [Lütjering 1998] G. Lütjering. *Influence of processing on microstructure and mechanical properties of $(\alpha+\beta)$ titanium alloys*. Materials Science and Engineering : A, vol. 243, pages 32–45, 1998.
- [Lütjering 2007] G. Lütjering et J.C. Williams. *Engineering Materials and Processes – Titanium*. Springer, 2ème édition, 2007.
- [Majorell 2002] A. Majorell, S. Srivatsa et R.C. Picu. *Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperatures—Part I : Experimental results*. Materials Science and Engineering : A, vol. 326, no. 2, pages 297–305, 2002.
- [Malinov 2000] S. Malinov, W. Sha et Z. Guo. *Application of artificial neural network for prediction of time-temperature-transformation diagrams in titanium alloys*. Materials Science and Engineering : A, vol. 283, no. 1-2, pages 1–10, 2000.
- [Malinov 2002] S. Malinov, W. Sha, Z. Guo, C.C.C. Tang et A.E.E. Long. *Synchrotron X-ray diffraction study of the phase transformations in titanium alloys*. Materials Characterization, vol. 48, no. 4, pages 279–295, 2002.
- [Matsunaga 2009] T. Matsunaga, T. Kameyama, K. Takahashi et E. Sato. *Intragranular Deformation Mechanisms during Ambient-Temperature Creep in Hexagonal Close-Packed Metals*. Materials Transactions, vol. 50, no. 12, pages 2865–2872, 2009.
- [McQueen 1984] H.J. McQueen et J.J. Jonas. *Recent advances in hot working : Fundamental dynamic softening mechanisms*. Journal of Applied Metalworking, vol. 3, pages 233–241, 1984.
- [Mecking 1981a] H. Mecking. *Strain hardening and dynamic recovery*. In Dislocation Modelling of Physical Systems, pages 197–211. Pergamon, 1981.
- [Mecking 1981b] H. Mecking et U.F. Kocks. *Kinetics of flow and strain-hardening*. Acta Metallurgica, vol. 10, pages 1865–1875, 1981.
- [Mecking 1986] H. Mecking, B. Nicklas, N. Zarubova et U.F. Kocks. *A “universal” temperature scale for plastic flow*. Acta Metallurgica, vol. 34, no. 3, pages 527–535, 1986.

- [Meilland 2005] R. Meilland. *Spectrométrie d'émission optique à source étincelle (partie 2)*. Techniques de l'Ingénieur, vol. P2756 V1, pages 1–12, 2005.
- [Meyers 2001] M.A. Meyers, O. Vöhringer et V.A. Lubarda. *The onset of twinning in metals : A constitutive description*. Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 4025–4039, 2001.
- [Meyers 2009] M.A. Meyers et K.K. Chawla. *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge University Press, New York, 2ème édition, 2009.
- [Modi 2001] O.P. Modi, N. Deshmukh, D.P. Mondal, A.K. Jha, A.H. Yegneswaran et H.K. Khaira. *Effect of interlamellar spacing on the mechanical properties of 0.65% C steel*. Materials Characterization, vol. 46, no. 5, pages 347–352, 2001.
- [Moiseyev 2005] V.N. Moiseyev. *Titanium Alloys : Russian Aircraft and Aerospace Applications*. Taylor & Francis, 2005.
- [Molinari 1997] A. Molinari, S. Ahzi et R. Kouddane. *On the self-consistent modeling of elastic-plastic behavior of polycrystals*. Mechanics of Materials, vol. 26, no. 1, pages 43–62, 1997.
- [Momeni 2015] A. Momeni, S.M. Abbasi, M. Morakabati et A. Akhondzadeh. *Yield point phenomena in TIMETAL 125 beta Ti alloy*. Materials Science and Engineering : A, vol. 643, pages 142–148, 2015.
- [Montheillet 2009] F. Montheillet. *Métallurgie en mise en forme à chaud*. Techniques de l'Ingénieur, vol. m3031, pages 1–20, 2009.
- [Montheillet 2012] F. Montheillet. *Comportement rhéologique des matériaux métalliques multiphasés*. Techniques de l'Ingénieur, vol. m3010, page 24, 2012.
- [Murgau 2012] C.C. Murgau, R. Pederson et L.E. Lindgren. *A model for Ti–6Al–4V microstructure evolution for arbitrary temperature changes*. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, vol. 20, no. 5, pages 1–23, 2012.
- [Murry 2000] G. Murry. *Traitements thermiques dans la masse des aciers. Partie 2*. Techniques de l'Ingénieur, vol. m1127, pages 1–16, 2000.
- [Neeraj 2000] T. Neeraj, D.H. Hou, G.S. Daehn et M.J. Mills. *Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys*. Acta Materialia, vol. 48, no. 6, pages 1225–1238, 2000.
- [Neeraj 2001] T. Neeraj et M.J. Mills. *Short-range order (SRO) and its effect on the primary creep behavior of a Ti-6wt.%Al alloy*. Materials Science and Engineering A, vol. 319-321, pages 415–419, 2001.
- [Nemat-Nasser 1999] S. Nemat-Nasser, W.G. Guo et J.Y. Cheng. *Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium*. Acta Materialia, vol. 47, no. 13, pages 3705–3720, 1999.
- [Nemat-Nasser 2001] S. Nemat-Nasser, W-G. Guo, V.F. Nesterenko, S.S. Indrakanti et Y-B. Gu. *Dynamic response of conventional and hot isostatically pressed Ti–6Al–4V alloys : experiments and modeling*. Mechanics of Materials, vol. 33, pages 425–439, 2001.
- [Noroy-Nadal 2002] M-H. Noroy-Nadal. *Caractérisation des matériaux et contrôle non destructif par ultrasons : Modélisation, simulation et validation expérimentale*. Habilitation à Diriger des Recherches, CEA Valduc, 2002.

- [Oberson 2009] P.G. Oberson et S. Ankem. *The effect of time-dependent twinning on low temperature ($<0.25 * T_m$) creep of an alpha-titanium alloy*. International Journal of Plasticity, vol. 25, no. 5, pages 881–900, 2009.
- [Odegard 1974] B.C. Odegard et A.W. Thompson. *Low temperature creep of Ti-6Al-4V*. Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 5, pages 1207–1213, 1974.
- [Odenberger 2008] E.-L. Odenberger, R. Pederson et M. Oldenburg. *Thermo-mechanical material response and hot sheet metal forming of Ti-6242*. Materials Science and Engineering : A, vol. 489, no. 1-2, pages 158–168, 2008.
- [Okazaki 1973] K. Okazaki et H. Conrad. *Effects of interstitial content and grain size on the strength of titanium at low temperatures*. Acta Metallurgica, vol. 21, pages 1117–1129, 1973.
- [Okazaki 1977] K. Okazaki, T. Odawara et H. Conrad. *Deformation mechanism map for titanium*. Scripta Metallurgica, vol. 11, no. 6, pages 437–440, 1977.
- [Orowan 1948] E. Orowan. In Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys, page 451, London, 1948. Institute of Metals.
- [Paton 1979] N.E. Paton et C.H. Hamilton. *Microstructural influences on superplasticity in Ti-6Al-4V*. Metallurgical Transactions A, vol. 10, pages 241–250, 1979.
- [Pederson 2002] R. Pederson. *Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V*. thèse de Licence, Luleå University of Technology, 2002.
- [Perdrix 1999] F. Perdrix, M.F. Trichet, J.L. Bonnentien, M. Cornet et J. Bigot. *Influence of cooling rate on microstructure and mechanical properties of a Ti-48Al alloy*. Intermetallics, vol. 7, no. 12, pages 1323–1328, 1999.
- [Perdrix 2001] F. Perdrix, M. Trichet, J. Bonnentien, M. Cornet et J. Bigot. *Influence of nitrogen on the microstructure and mechanical properties of Ti-48Al alloy*. Intermetallics, vol. 9, pages 147–155, 2001.
- [Petch 1953] N.J. Petch. *The Cleavage Strength of Polycrystals*. Journal of the Iron and Steel Institute, London, vol. 173, pages 25–28, 1953.
- [Pham 2014] K.N. Pham. Effet des conditions de traitements thermomécaniques sur l'évolution de la microstructure d'un alliage de titane. Rapport de stage, 2014.
- [Philibert 2002] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade. *Métallurgie, Du minerai au matériau*. Dunod, 2ème édition, 2002.
- [Picu 2002] R.C. Picu et A. Majorell. *Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperatures—Part II : constitutive modeling*. Materials Science and Engineering : A, vol. 326, pages 306–316, 2002.
- [Polmear 2006] I.J. Polmear. *Light alloys : from traditional alloys to nanocrystals*. Elsevier, 4ème édition, 2006.
- [Prasad 1998] Y.V.R.K. Prasad et T. Seshacharyulu. *Processing maps for hot working of titanium alloys*. Materials Science and Engineering A, vol. 243, pages 82–88, 1998.
- [Qu 2012] Y. Qu, M. Wang, L. Lei, X. Huang, L. Wang, J. Qin, W. Lu et D. Zhang. *Behavior and modeling of high temperature deformation of an $\alpha+\beta$ titanium alloy*. Materials Science and Engineering : A, vol. 555, pages 99–105, 2012.

- [Ramesh 2002] A. Ramesh et S. Ankem. *The effect of grain size on the ambient temperature creep deformation behavior of a beta Ti-14.8 V alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, pages 1137–1144, 2002.
- [Rappaz 1998] M. Rappaz, M. Bellet et M. Deville. *Modélisation Numérique en Sciences et Génie des Matériaux*. Traité des Matériaux vol. 10, Presses polytechniques et universitaires romandes, 1ère édition, 1998.
- [Ray 1991] K.K. Ray et D. Mondal. *The effect of interlamellar spacing on strength of pearlite in annealed eutectoid and hypoeutectoid plain carbon steels*. Acta Metallurgica et Materialia, vol. 39, no. 10, pages 2201–2208, 1991.
- [Rivera-Díaz del Castillo 2012] P.E.J. Rivera-Díaz del Castillo et M. Huang. *Dislocation annihilation in plastic deformation : I . Multiscale irreversible thermodynamics*. Acta Materialia, vol. 60, pages 2606–2614, 2012.
- [Robert 2007] Y. Robert. *Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsional : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associés à ce procédé*. thèse de Doctorat, École des Mines de Paris, 2007.
- [Roters 2010] F. Roters, P. Eisenlohr, L. Hantcherli, D.D. Tjahjanto, T.R. Bieler et D. Raabe. *Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling : Theory, experiments, applications*. Acta Materialia, vol. 58, no. 4, pages 1152–1211, 2010.
- [Roy 2013] S. Roy et S. Suwas. *The influence of temperature and strain rate on the deformation response and microstructural evolution during hot compression of a titanium alloy Ti-6Al-4V-0.1B*. Journal of Alloys and Compounds, vol. 548, pages 110–125, 2013.
- [Salishchev 2001] G.A. Salishchev et S.Y. Mironov. *Effect of Grain Size on Mechanical Properties of Commercially Pure Titanium*. Russian Physics Journal, vol. 44, no. 6, pages 596–601, 2001.
- [Sandfeld 2011] S. Sandfeld, T. Hochrainer, M. Zaiser et P. Gumbsch. *Continuum modeling of dislocation plasticity : Theory, numerical implementation, and validation by discrete dislocation simulations*. Journal of Materials Research, no. 5, pages 623–632, 2011.
- [Sandström 1974] R. Sandström et R. Lagneborg. *A model for hot working occuring by recrystallization*. Scripta Metallurgica, vol. 8, pages 387–398, 1974.
- [Sargent 1982] P.M. Sargent et M.F. Ashby. *Deformation maps for titanium and zirconium*. Scripta Metallurgica, vol. 16, no. 12, pages 1415–1422, 1982.
- [Sauer 2001] C. Sauer et G. Luetjering. *Thermo-mechanical processing of high strength β -titanium alloys and effects on microstructure and properties*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 117, no. 3, pages 311–317, 2001.
- [Savage 2004] M.F. Savage, J. Tatalovich et M.J. Mills. *Anisotropy in the room-temperature deformation of α - β colonies in titanium alloys : role of the α - β interface*. Philosophical Magazine, vol. 84, no. 11, pages 1127–1154, 2004.
- [Semiati 1999] S.L. Semiati, V. Seetharaman et I. Weiss. *Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure*. Materials Science and Engineering : A, vol. 263, no. 2, pages 257–271, 1999.

- [Semiatin 2001] S.L. Semiatin et T.R. Bieler. *The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of Ti-6Al-4V with a transformed microstructure*. Acta Materialia, vol. 49, pages 3565–3573, 2001.
- [Semiatin 2002] S.L. Semiatin, F. Montheillet, G. Shen et J.J. Jonas. *Self-consistent modeling of the flow behavior of wrought alpha/beta titanium alloys under isothermal and non-isothermal hot-working conditions*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, pages 2719–2727, 2002.
- [Semiatin 2003] S.L. Semiatin, S.L. Knisley, P.N. Fagin, F. Zhang et D.R. Barker. *Microstructure Evolution during Alpha-Beta Heat Treatment of Ti-6Al-4V*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 34A, pages 2377–2386, 2003.
- [Seshacharyulu 2000] T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, J.T. Morgan, J.C. Malas, W.G. Frazier et Y.V.R.K. Prasad. *Hot deformation and microstructural damage mechanisms in extra-low interstitial (ELI) grade Ti-6Al-4V*. Materials Science and Engineering A, vol. 279, pages 289–299, 2000.
- [Seshacharyulu 2002] T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, W.G. Frazier et Y.V.R.K. Prasad. *Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure*. Materials Science and Engineering A, vol. 325, no. 1-2, pages 112–125, 2002.
- [Sha 2009] W. Sha et S. Malinov. *The Johnson–Mehl–Avrami method adapted to continuous cooling*. In Titanium alloys : modelling of microstructure, properties and applications, chapitre 7, pages 165–202. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 2009.
- [Sheikhali 2013] A.H. Sheikhali, M. Morakkabati, S.M. Abbasi et A. Rezaei. *Superplasticity of coarse-grained Ti-13V-11Cr-3Al alloy*. International Journal of Materials Research, vol. 104, pages 1122–1127, 2013.
- [Sieniawski 2013] J. Sieniawski, W. Ziaga, K. Kubiak et M. Motyka. *Microstructure and Mechanical Properties of High Strength Two-Phase Titanium Alloys*. In Titanium Alloys - Advances in Properties Control, pages 70–80. InTech, 2013.
- [Smallman 2014] R. Smallman et A.H.W. Ngan. *Modern Physical Metallurgy*. Elsevier, 8ème édition, 2014.
- [Souchier 1991] C. Souchier. *Analyse d’images*. Techniques de l’Ingénieur, vol. P855, pages 1–18, 1991.
- [Stanford 2004] N. Stanford et P. S. Bate. *Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V*. Acta Materialia, vol. 52, no. 17, pages 5215–5224, 2004.
- [Subramanian 2000] K.H. Subramanian et A.J. Duncan. *Tensile Properties for Application to Type I and Type II Waste Tank Flaw Stability Analysis*. Rapport technique, Savannah River Technology Center, 2000.
- [Sui 2011] Y.W. Sui, A.H. Liu, B.S. Li et J.J. Guo. *Relationship between Thickness of Lamellar $\alpha + \beta$ Phase and Mechanical Properties of Titanium Alloy*. Advanced Materials Research, vol. 311-313, pages 1916–1919, 2011.
- [Surand 2013] M. Surand. *Étude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l’alliage TA6V de 20 à 600 degrés celsius*. thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2013.

- [Suri 1997] S. Suri, T. Neeraj, G.S. Daehn, D.-H. Hou, J.M. Scott, R.W. Hayes et M.J. Mills. *Mechanisms of primary creep in α/β titanium alloys at lower temperatures*. Materials Science and Engineering : A, vol. 234-236, pages 996–999, 1997.
- [Suri 1999] S. Suri, G.B. Viswanathan, T. Neeraj, D.-H. Hou et M.J. Mills. *Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy*. Acta Materialia, vol. 47, no. 3, pages 1019–1034, 1999.
- [Swarnakar 2011] A.K. Swarnakar, O. Van Der Biest et B. Baufeld. *Thermal expansion and lattice parameters of shaped metal deposited Ti-6Al-4V*. Journal of Alloys and Compounds, vol. 509, no. 6, pages 2723–2728, 2011.
- [Taleff 1996] E.M. Taleff, C.K. Syn, D.R. Lesuer et O.D. Sherby. *Pearlite in ultrahigh carbon steels : Heat treatments and mechanical properties*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27, no. 1, pages 111–118, 1996.
- [Tao 2015] Z. Tao, H. Yang, H. Li et X. Fan. *Quasi-static tensile behavior of large-diameter thin-walled Ti-6Al-4V tubes at elevated temperature*. Chinese Journal of Aeronautics ([licence Creative Commons : CC BY-NC-ND 4.0](#)), vol. 29, no. 2, pages 542–553, 2015.
- [Taylor 1938] G.I. Taylor. *Plastic strain in metals*. Journal of the Institute of Metals, vol. 62, pages 307–324, 1938.
- [Teixeira 2014] J. Teixeira, B. Denand, E. Aeby-Gautier et S. Denis. *Influence of the $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ transformation on the stresses and strains evolutions during quenching of the Ti17 alloy from the β phase field*. In Thermal Process Modeling : Proceedings from the 5th International Conference on Thermal Process Modeling and Computer Simulation, pages 199–209. ASM International, 2014.
- [Teixeira 2016] J. Teixeira, B. Denand, E. Aeby-Gautier et S. Denis. *Simulation of coupled temperature, microstructure and internal stresses evolutions during quenching of a β -metastable titanium alloy*. Materials Science and Engineering A, vol. 651, pages 615–625, 2016.
- [Vallverdu 2016] G. Vallverdu. *Réseaux de bravais, code LaTeX/TikZ*; <http://gvallver.perso.univ-pau.fr/>, 2011, consulté en 2016.
- [Vander Voort 1991] G.F. Vander Voort. *Atlas of Time-Temperature Diagrams for Nonferrous Alloys*. ASM International, 1991.
- [Vanderhastan 2007] M. Vanderhastan. *Ti-6Al-4V : Deformation map and modelisation of tensile behaviour*. thèse de Doctorat, Katholieke Universiteit Leuven, 2007.
- [Veiga 2012] C. Veiga, J.P. Davim et A.J.R. Loureiro. *Properties and Applications of Titanium Alloys : a Brief Review*. Reviews on Advanced Materials Science, vol. 32, pages 133 – 148, 2012.
- [Voigt 1889] W. Voigt. *Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitätsconstanten isotroper Körper*. Annalen der Physik, vol. 274, no. 12, pages 573–587, 1889.
- [Vrancken 2012] B. Vrancken, L. Thijs, J-P. Kruth et J. Van Humbeeck. *Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting : Microstructure and mechanical properties*. Journal of Alloys and Compounds, vol. 541, pages 177–185, 2012.
- [Wang 2009a] X. Wang, H. Hamasaki, M. Yamamura, R. Yamauchi, T. Maeda, Y. Shirai et F. Yoshida. *Yield-Point Phenomena of Ti-20V-4Al-1Sn at 1073 K and Its Constitutive Modelling*. Materials Transactions, vol. 50, no. 6, pages 1576–1578, 2009.

- [Wang 2009b] X.T. Wang, H. Hamasaki, M. Yamamura, R. Yamauchi, T. Maeda, Y. Shirai et F. Yoshida. *A Study of High Temperature Viscoplastic Deformation of Beta Titanium Alloy Considering Yield-point Phenomena*. Key Engineering Materials, vol. 410-411, pages 177–185, 2009.
- [Weiss 1999] I. Weiss et S.L. Semiatin. *Thermomechanical processing of alpha titanium alloys — an overview*. Materials Science and Engineering : A, vol. 263, no. 2, pages 243–256, 1999.
- [Wijler 1971] A. Wijler et J. Schade van Westrum. *On the difference between Lüders bands and Portevin - Le Chatelier bands*. Scripta Metallurgica, vol. 5, no. 10, pages 821–824, 1971.
- [Withers 2001] P.J. Withers et H.K.D.H. Bhadeshia. *Residual stress. Part 1—measurement techniques*. Materials Science and Technology, vol. 17, pages 355–365, 2001.
- [Yahyaoui 2014] H. Yahyaoui, H. Sidhom, C. Braham et A. Baczmanski. *Effect of interlamellar spacing on the elastoplastic behavior of C70 pearlitic steel : Experimental results and self-consistent modeling*. Materials and Design, vol. 55, pages 888–897, 2014.
- [Yamada 2004] T. Yamada, K. Kawabata, E. Sato, K. Kuribayashi et I. Jimbo. *Presences of primary creep in various phase metals and alloys at ambient temperature*. Materials Science and Engineering A, vol. 387-389, pages 719–722, 2004.
- [Yoshida 2000] F. Yoshida. *A constitutive model of cyclic plasticity*. International Journal of Plasticity, vol. 16, pages 359–380, 2000.
- [Yoshida 2008] F. Yoshida, Y. Kaneda et S. Yamamoto. *A plasticity model describing yield-point phenomena of steels and its application to FE simulation of temper rolling*. International Journal of Plasticity, vol. 24, pages 1792–1818, 2008.
- [Yoshida 2012] F. Yoshida. *Constitutive modeling of large-strain cyclic plasticity for anisotropic metals*. In Hardening and Damage of Materials under Finite Deformations : Constitutive Modeling and Numerical Implementation, pages 1–67, Dortmund, 2012.
- [Zeyfang 1971] R. Zeyfang, R. Martin et H. Conrad. *Low temperature creep of titanium*. Materials Science and Engineering, vol. 8, no. 3, pages 134–140, 1971.
- [Zhang 2008a] L. Zhang, H. Xu, Q. Ma et Z. Wang. *Low-Temperature Creep Behavior of Commercially Pure Titanium TA2*. Rare Metal Materials and Engineering, vol. 37, no. 12, pages 2114–2117, 2008.
- [Zhang 2008b] Y. Zhang, Y.S. Sato, H. Kokawa, S.H.C Park et S. Hirano. *Microstructural characteristics and mechanical properties of Ti-6Al-4V friction stir welds*. Materials Science and Engineering A, vol. 485, no. 1-2, pages 448–455, 2008.
- [Zhang 2012] C. Zhang, X.-Q. Li, D.-S. Li, C.-H. Jin et J.-J. Xiao. *Modelization and comparison of Norton-Hoff and Arrhenius constitutive laws to predict hot tensile behavior of Ti-6Al-4V alloy*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 22, pages s457–s464, 2012.
- [Zhecheva 2005] A. Zhecheva, W. Sha, S. Malinov et A. Long. *Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods*. Surface and Coatings Technology, vol. 200, no. 7, pages 2192–2207, 2005.
- [Zhu 2012] S. Zhu, H. Yang, L.G. Guo et X.G. Fan. *Effect of cooling rate on microstructure evolution during α/β heat treatment of TA15 titanium alloy*. Materials Characterization, vol. 70, pages 101–110, 2012.

Annexes

Sommaire

A	Annexe confidentielle	157
B	Annexe des micrographies	164
B.1	Effet de la vitesse de refroidissement	164
B.2	Effet de la température	166
C	Détail des étapes d'identification du modèle unifié	167
D	Modélisation du comportement mécanique du Ti-6Al-4V $-\beta$	168
D.1	L'alliage Ti-6Al-4V traité thermiquement Super-Transus β	168
D.1.1	Traitement thermomécanique et microstructures associées	168
D.1.2	Matrice d'essais	169
D.2	Identification des paramètres	170
D.3	Résultats de la simulation	171
D.3.1	Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min	171
D.3.2	Effet de la vitesse de refroidissement	175
D.4	Conclusions	177

A Annexe confidentielle

Cette annexe ne fait pas partie de la version de diffusion du manuscrit.

B Annexe des micrographies

Les micrographies des essais sont présentées température par température en complément du chapitre III. Les effets de la vitesse de refroidissement et de la température sont montrés.

B.1 Effet de la vitesse de refroidissement

Trois vitesses de refroidissement ont été étudiées (5, 60 et 200°C/min) à cinq températures différentes (900, 700, 500, 300 et 20°C). Les micrographies sont présentées sur les figures B.1 à B.5.

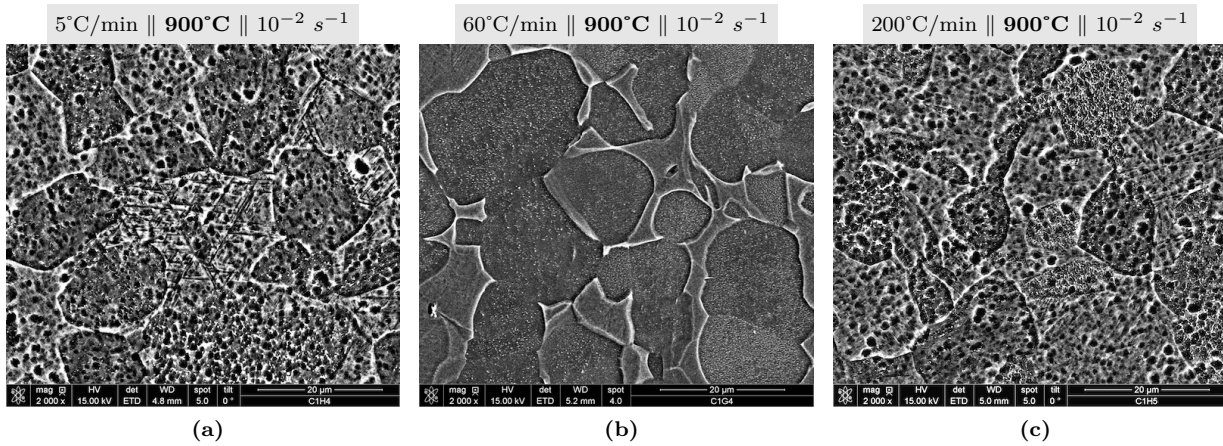


FIG. B.1 – Micrographies à 900°C à différentes vitesses de refroidissement :
(a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

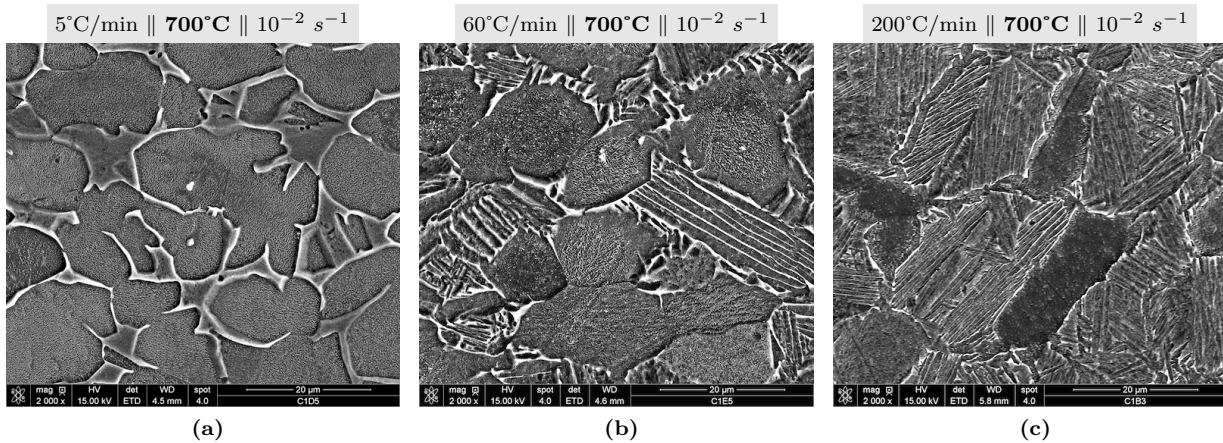


FIG. B.2 – Micrographies à 700°C à différentes vitesses de refroidissement :
(a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

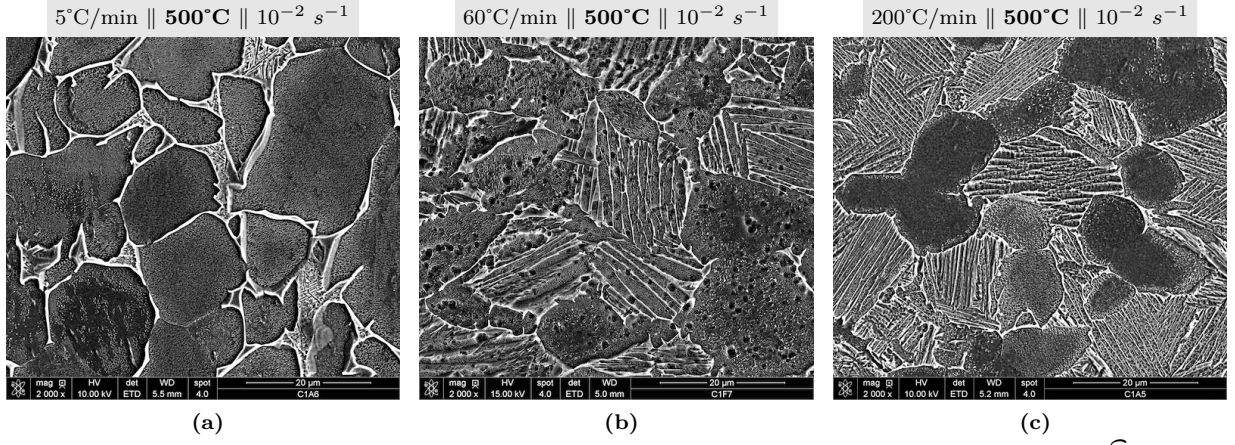


FIG. B.3 – Micrographies à 500°C à différentes vitesses de refroidissement :
(a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

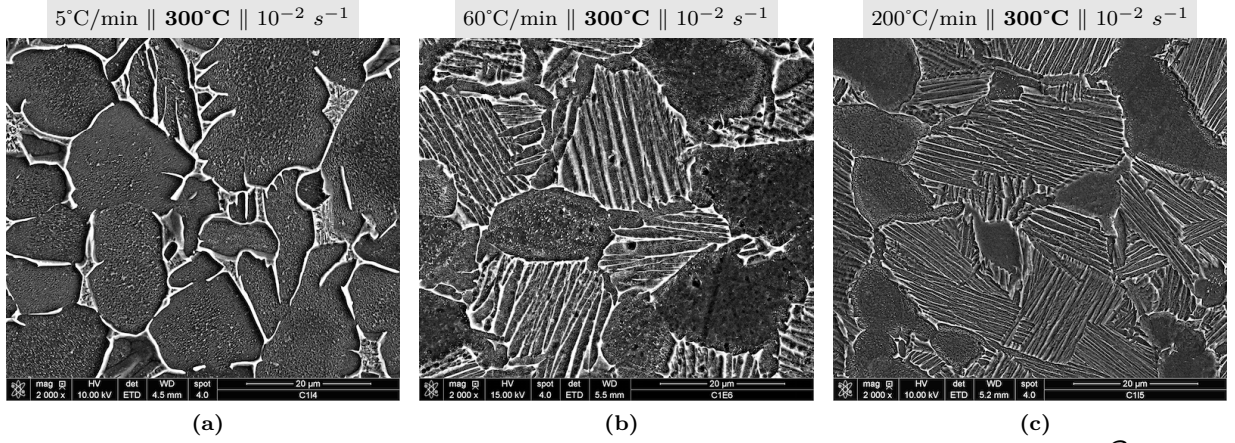
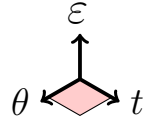


FIG. B.4 – Micrographies à 300°C à différentes vitesses de refroidissement :
(a) 5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]

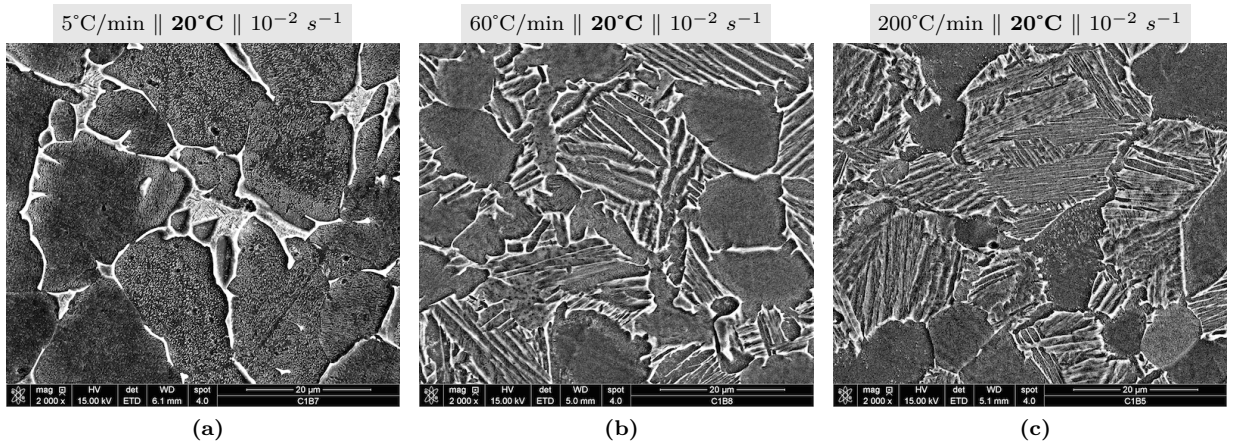
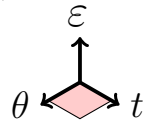
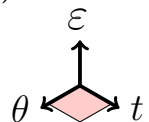


FIG. B.5 – Micrographies à 20°C à différentes vitesses de refroidissement : (a)
5°C/min, (b) 60°C/min, (c) 200°C/min [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



B.2 Effet de la température

Neuf températures ont été étudiées. Les micrographies de chaque essai sont présentés sur la figure B.6.

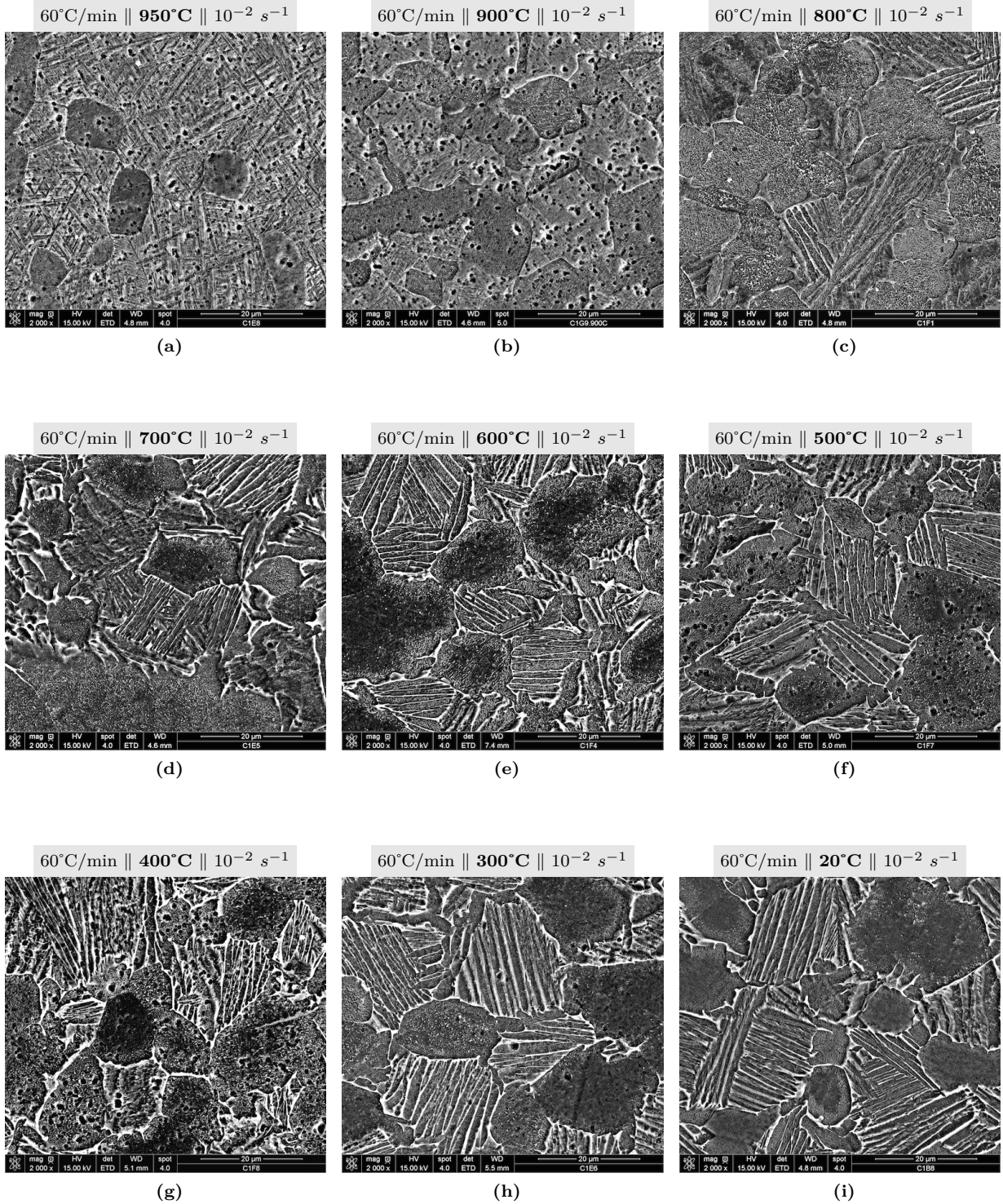
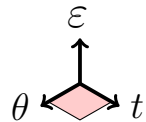


FIG. B.6 – Micrographies à différentes températures : (a) 950°C, (b) 900°C, (c) 800°C, (d) 700°C, (e) 600°C, (f) 500°C, (g) 400°C, (h) 300°C, (i) 20°C [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



C Détail des étapes d'identification du modèle unifié

Les étapes relatives à l'identification des paramètres du modèle unifié, discutées dans la sous-section IV.1.2.1, sont exposées sur la figure C.1.

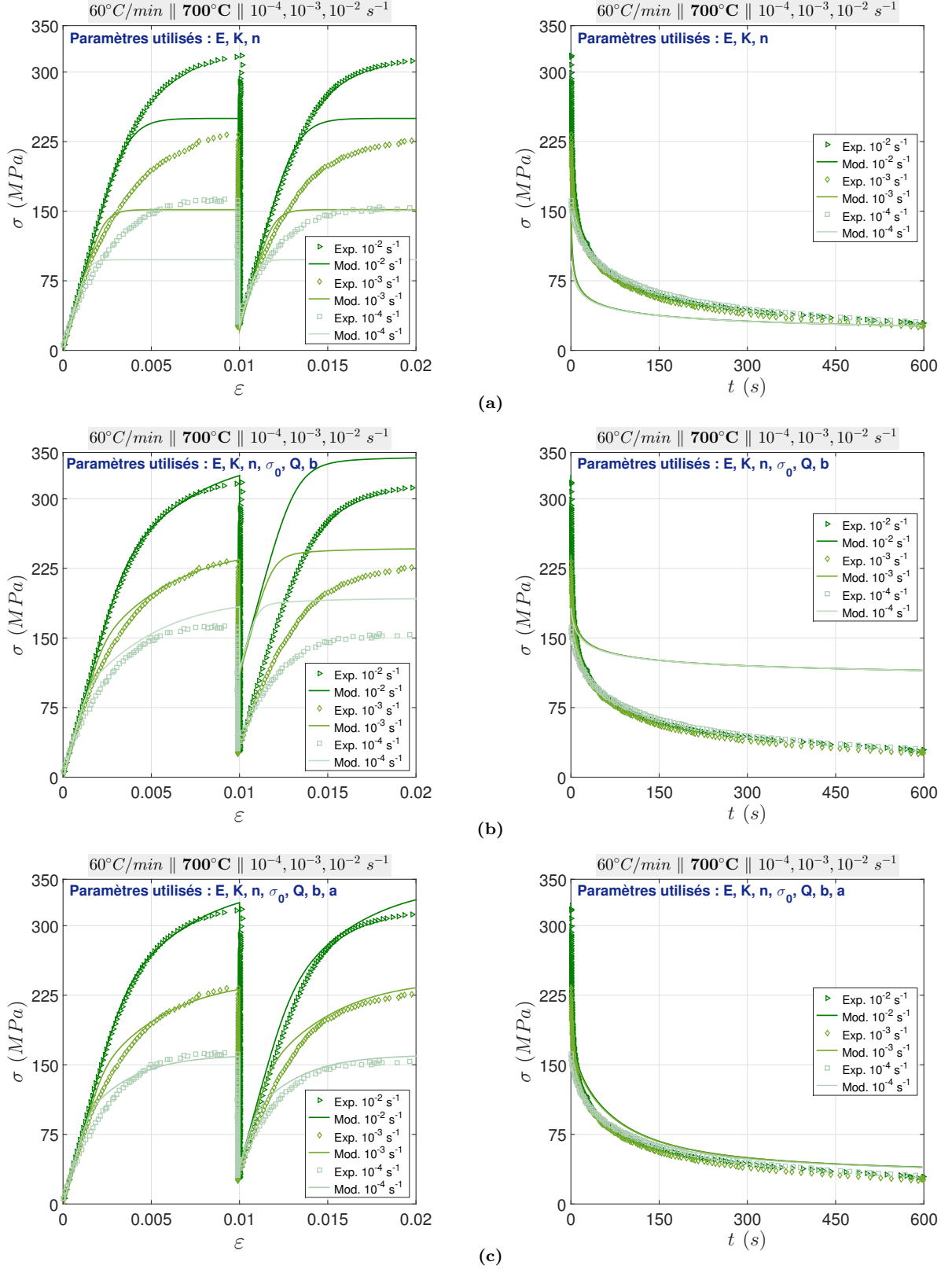
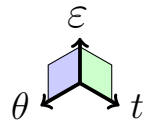


FIG. C.1 – Simulation des paramètres du modèle unifié (a) étape 1, (b) étape 2, (c) étape 3; sur les essais complets (gauche) et sur les relaxations seules (droite)



D Perspectives : Modélisation du comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V traité β

Le modèle non-unifié, présenté dans le chapitre IV, a permis de prédire le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V lors du refroidissement clôturant l'étape de matriçage. Les coefficients du modèle alors identifiés sont valables pour modéliser le comportement mécanique lors de ce refroidissement seulement.

Dans l'industrie, certains alliages métalliques comme les alliages de titane subissent souvent des traitements thermiques et mécaniques différents sensés leur octroyer les propriétés mécaniques et la microstructure adaptées à chaque application [Lütjering 1998, Prasad 1998, Weiss 1999, Sauer 2001, Chumachenko 2005, Duan 2007]. Ainsi, pour un matériau ayant certaines propriétés et une microstructure bien définie au début du procédé de mise en forme, il est possible d'obtenir un comportement et des morphologies de phases différentes suivant le traitement appliqué. Il est alors intéressant de se demander s'il est possible de prédire le comportement mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V pour un autre traitement thermique en changeant seulement quelques paramètres bien spécifiques du modèle de comportement. C'est l'objet de cette partie de l'annexe.

D.1 L'alliage Ti-6Al-4V traité thermiquement Super-Transus β

Le traitement thermomécanique industriel ainsi que la matrice d'essais réalisés sont présentés.

D.1.1 Traitement thermomécanique et microstructures associées

Le traitement thermomécanique industriel de type β est présenté sur la figure D.1. Il se distingue du traitement $\alpha+\beta$ présenté précédemment (FIG. II.1) par l'ajout d'une étape de mise en solution super-transus β dont la finalité est l'obtention d'une microstructure lamellaire $\alpha+\beta$ en fin de refroidissement (FIG. D.2).

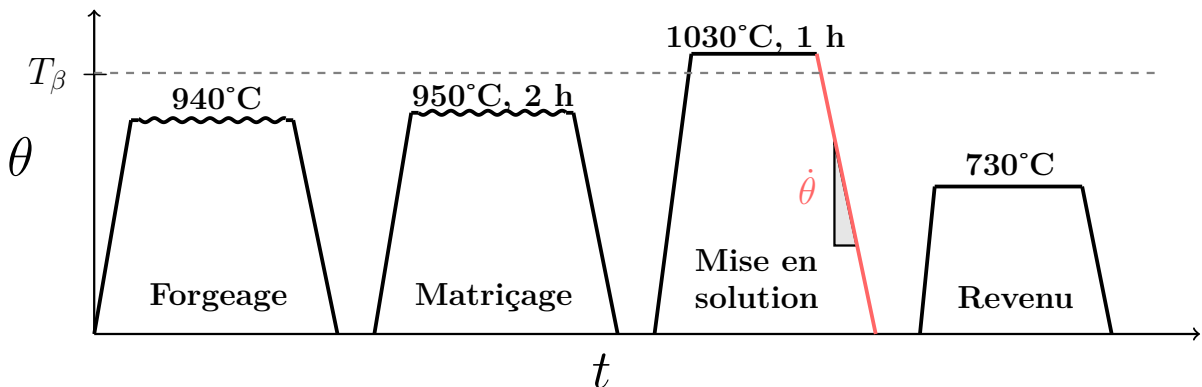


FIG. D.1 – Traitement thermomécanique industriel β

D.1.2 Matrice d'essais

La matrice d'essai réalisée lors du refroidissement clôturant l'étape de mise en solution est présentée dans le tableau D.3. Le chiffre "2" présent en début de chaque désignation d'éprouvette signifie que celles-ci sont issues d'un second lopin différent de celui utilisé pour mener la campagne d'essais $\alpha+\beta$ présentée dans le chapitre II.

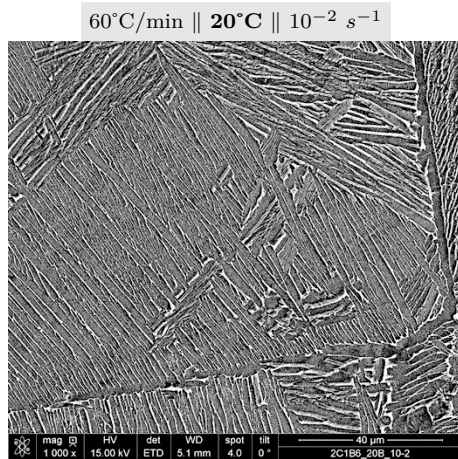
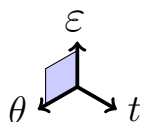
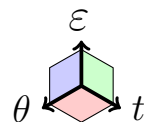


FIG. D.2 – Microstructure obtenue à 20°C après un refroidissement de 60°C/min depuis une température super-transus (1030°C) [attaque Kroll | MEB | $\times 2000$]



$\dot{\theta}$ (°C/min)	θ (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s ⁻¹)	
		10 ⁻²	10 ⁻⁴
N/a ⁷	1030	2C1C6	2C1D5
60	950	2C1C5	2C1D7
5	900	2C1H3	2C1D6
60		2C1B5	
200		2C1H8	
60	800	2C1C9	2C1D4
5	700	2C1G8	2C1D3
60		2C1C3	
200		2C1G4	
60	600	2C1D2	2C1D8
5	500	2C1H4	
60		2C1C4	
200		2C1H9	
5	300	2C1I3	
60		2C1C7	
200		2C1I4	
5	20	2C1D9	
60		2C1B6	
200		2C1G2	

FIG. D.3 – Récapitulatif des essais de traction/relaxation/traction réalisés après un traitement thermique β



5. Non applicable : aucun refroidissement n'a été réalisé.

D.2 Identification des paramètres

Les différentes hypothèses utilisées pour cette nouvelle identification sont présentées dans cette sous-section.

Le module d'élasticité est une propriété physique propre au matériau étudié. Les modules E_α et E_β identifiés précédemment sont conservés. Les valeurs des limites d'élasticité vraies sont également conservées.

La mise en solution dans le domaine β et le refroidissement qui en découle entraîne une microstructure différente de la microstructure obtenue par un traitement $\alpha+\beta$. Ainsi les fractions de phases sont différentes en raison de l'absence de phase α sous forme nodulaire (α_I). Les épaisseurs des lamelles pour les trois vitesses de refroidissement étudiées sont également différentes. Il est donc nécessaire d'identifier à nouveau les paramètres microstructuraux qui changent d'un traitement à l'autre. Lors du refroidissement, l'alliage traverse le même domaine de transformation. Il n'y a pas de création de nouvelles phases et il n'est donc pas nécessaire de modifier la loi des mélanges.

Au cours de ce manuscrit, il a été montré à plusieurs reprises (sous-sections [I.2.1](#) et [III.2.3](#)) que les morphologies des phases (notamment la phase α) et leurs dimensions jouent un rôle majeur dans la plasticité de l'alliage. Ainsi, nous faisons l'hypothèse que, d'un traitement à l'autre, les paramètres σ_0 , K_2 , n et D , permettant de modéliser la résistance mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V restent inchangés. Cela signifie qu'un éventuel écart de résistance mécanique entre les alliages issus des deux traitements ($\alpha+\beta$ et β) est modélisé seulement grâce à la modification des paramètres microstructuraux qui diffèrent d'un traitement à l'autre (L et Z_ϕ).

Les coefficients de l'écrouissage isotrope et de la restauration statique identifiés précédemment sont conservés, de même que l'ensemble des paramètres associés au mouvement des dislocations.

Au final, seul l'épaisseur des lamelles L ainsi que les fractions des différentes phases Z_ϕ changent avec le traitement β .

D.3 Résultats de la simulation

Les résultats des simulations du modèle non-unifié avec les coefficients identifiés pour l'alliage Ti-6Al-4V traité β sont présentés dans cette sous-section. Les coefficients identifiés sont donnés dans le tableau A.6.

D.3.1 Résultats pour une vitesse de refroidissement de 60°C/min

Les résultats des simulations pour un refroidissement préalable de 60°C/min sont présentés sur les figures D.4 à D.6.

Le phénomène de *yield point* est difficile à reproduire pour les essais menés à 1030°C, 950°C, et 900°C à une vitesse de sollicitation de $10^{-2} s^{-1}$. Sur les éprouvettes traitées $\alpha+\beta$, le phénomène de *yield point* est composé d'un pic suivi d'un adoucissement jusqu'à 1% de déformation totale, adoucissement qui se poursuivrait sans l'étape de relaxation. Dans le cas du matériau traité β , le phénomène de *yield point* présente un pic, un adoucissement suivi très rapidement d'un durcissement de l'écrouissage du matériau. Le modèle ne permet pas de reproduire le phénomène de *yield point* de l'alliage Ti-6Al-4V traité β en gardant les paramètres associés au mouvement des dislocations utilisés pour l'alliage Ti-6Al-4V traité $\alpha+\beta$. En revanche les relaxations sont bien reproduites à ces trois températures.

Pour les températures de 800°C, 700°C et 600°C, le modèle a tendance, sur le premier chargement, à sous estimer la contrainte. La relaxation est globalement bien reproduite ainsi que le second chargement pour les essais réalisés à 800°C et 700°C.

Les résultats des simulations pour les essais réalisés à 500°C, 300°C et 20°C permettent une bonne prédiction du comportement sur le premier chargement. La relaxation est bien reproduite sur l'essai à 300°C et assez bien reproduite sur l'essai à 20°C. Le second chargement est bien reproduit sur l'essai à 20°C.

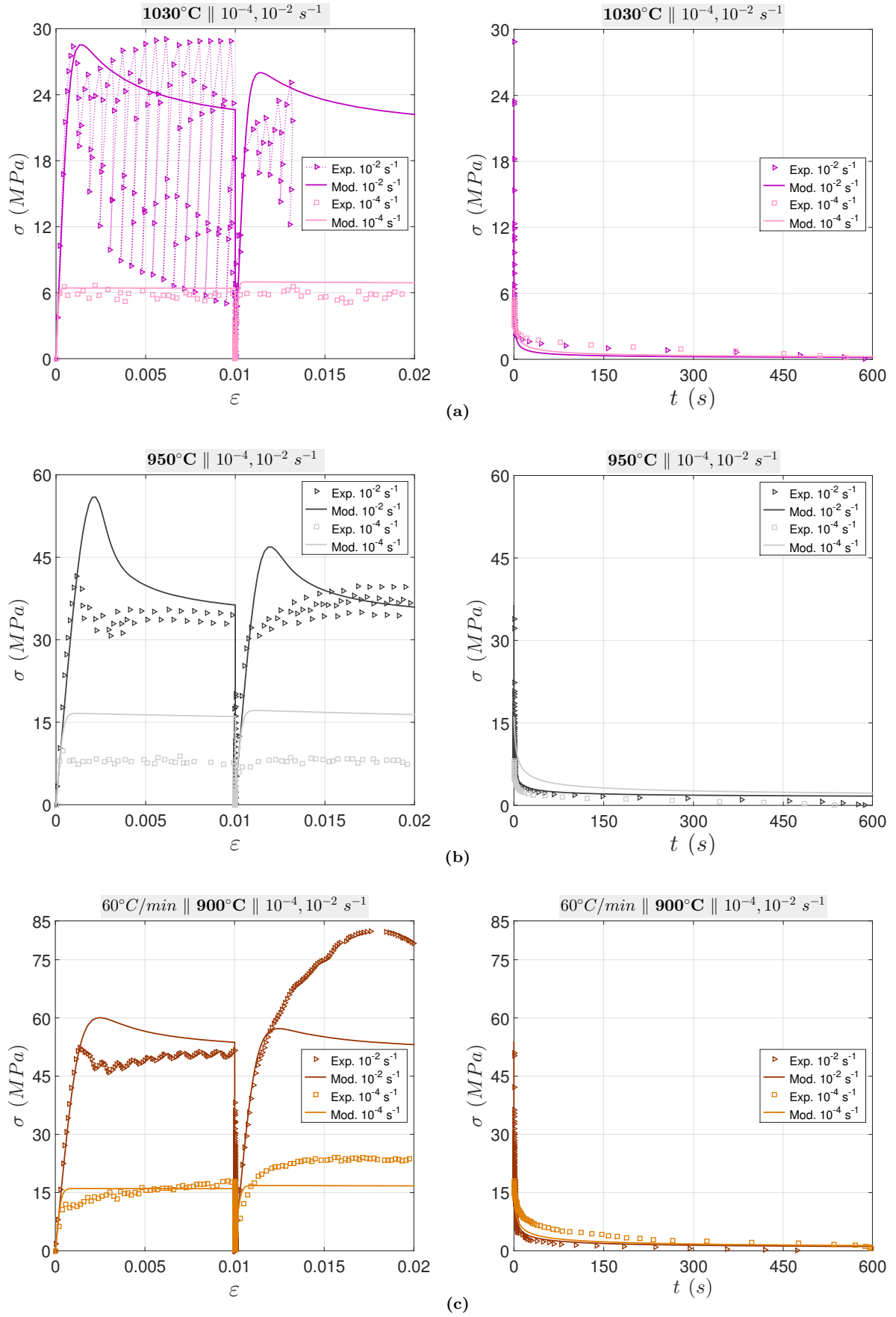
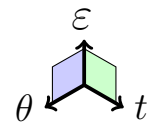


FIG. D.4 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 1030°C, (b) 950°C, (c) 900°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



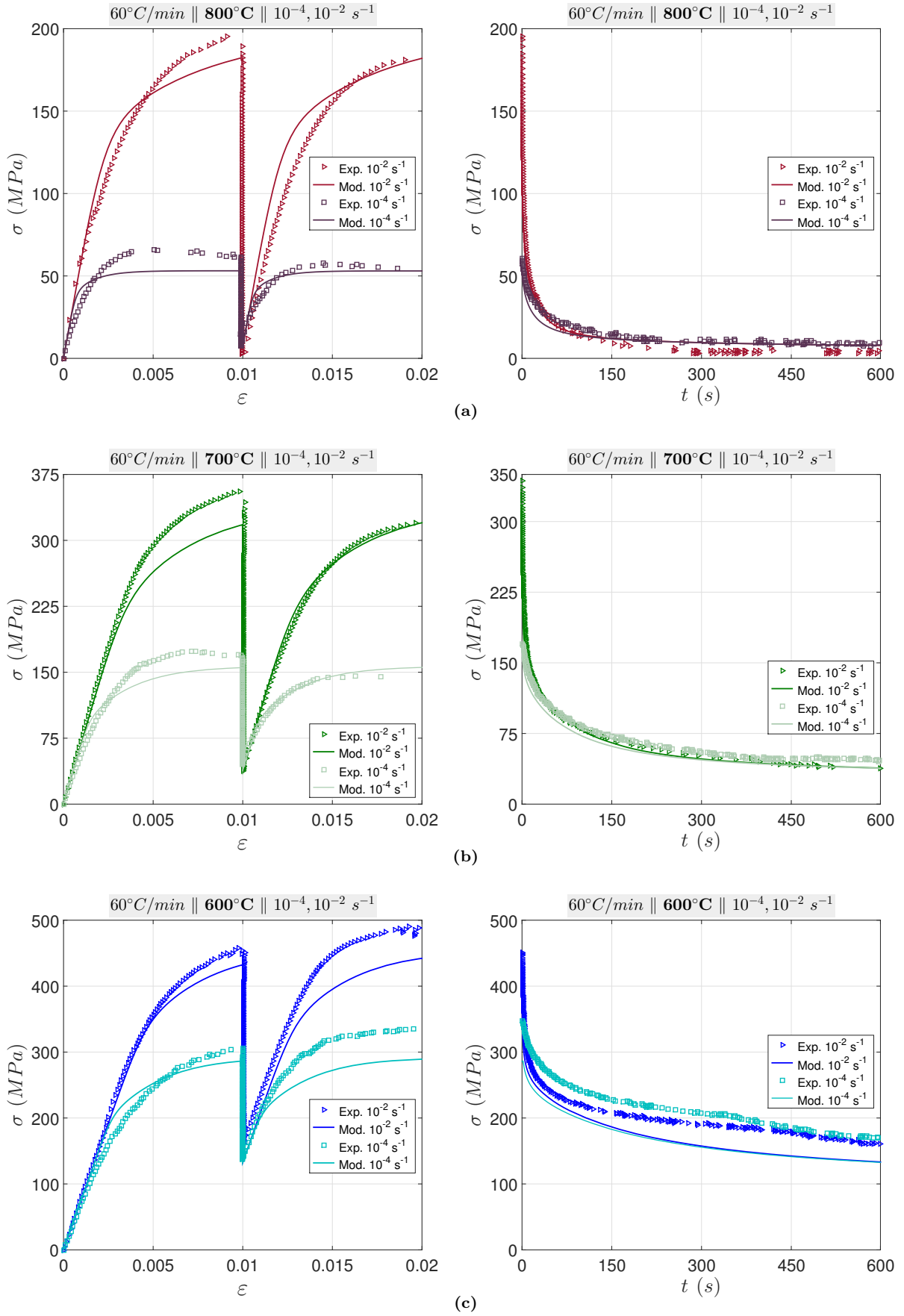
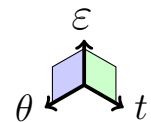


FIG. D.5 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 800°C, (b) 700°C, (c) 600°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



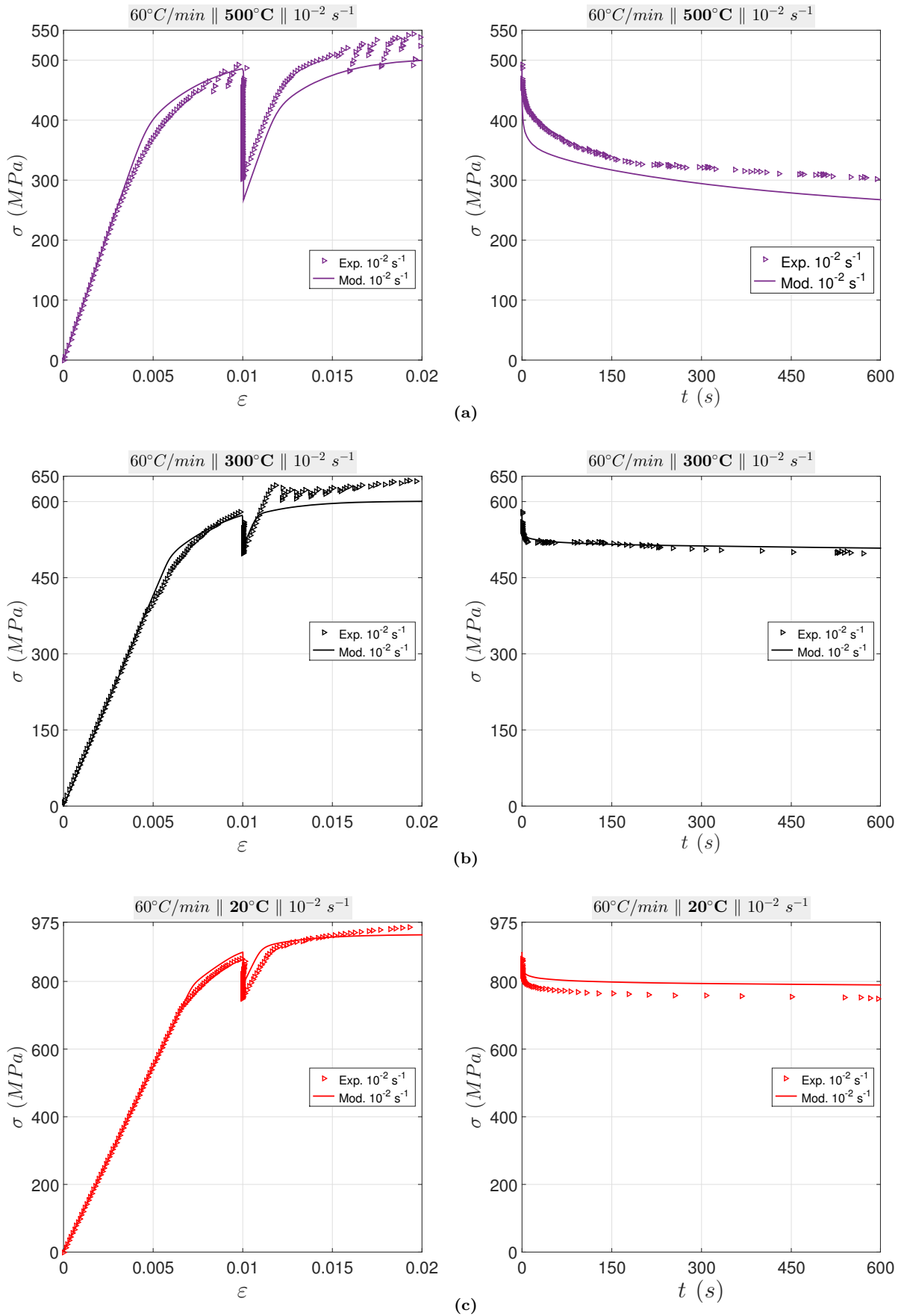
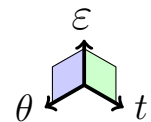


FIG. D.6 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de déformation, aux températures de : (a) 500°C , (b) 300°C , (c) 20°C . Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



D.3.2 Effet de la vitesse de refroidissement

Les résultats des simulations pour différents vitesses de refroidissement sont présentés sur les figures D.7 et D.8. Le modèle ne prend pas en compte les évolutions des épaisseurs lamelles durant les essais à 900°C. Les chargements et rechargements sont donc mal reproduits. En revanche, la relaxation est bien prédite. À 700°C, les contraintes pour les premier et second chargements sont sous estimées mais la relaxation est bien reproduite.

À 500°C, le premier chargement et la relaxation sont globalement bien prédits. À 300°C, le modèle reproduit de manière assez correcte les essais issus des refroidissements à 5 et 60°C/min. À 20°C, le comportement simulé est globalement proche de celui obtenu expérimentalement.

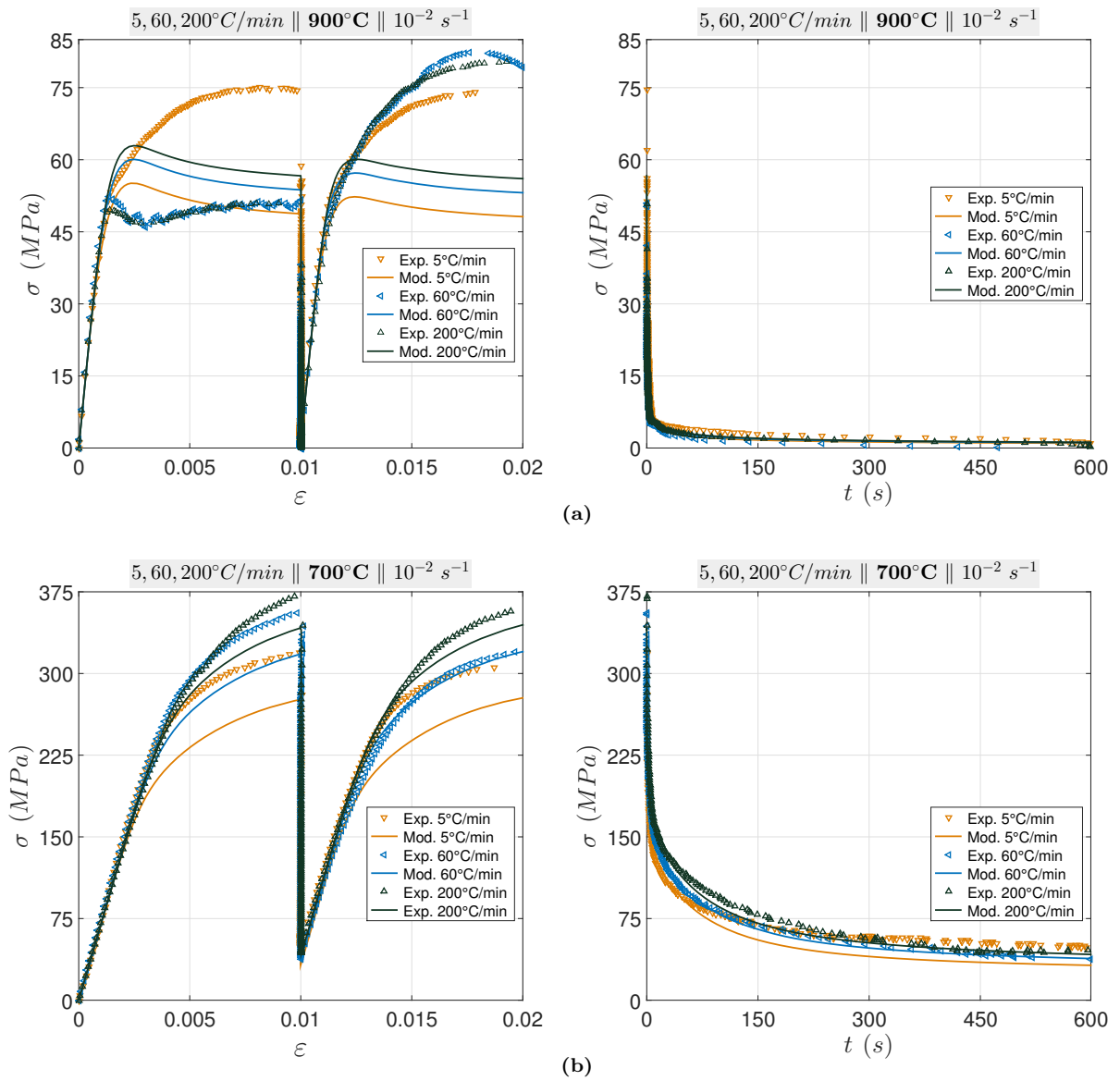
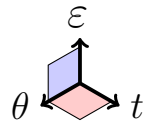


FIG. D.7 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 900°C, (b) 700°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



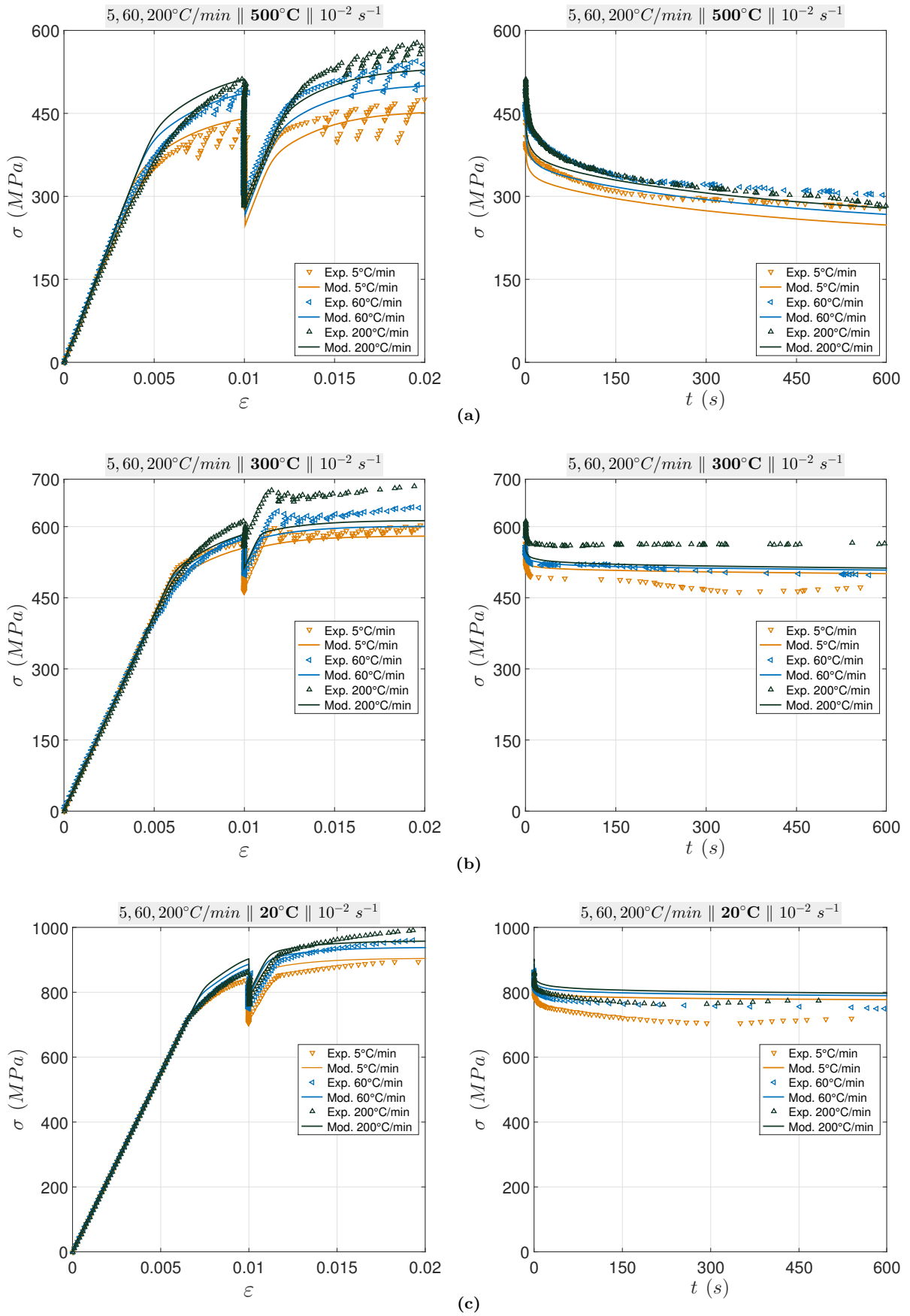
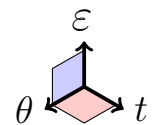


FIG. D.8 – Comparaison des résultats du modèle non-unifié/essais mécaniques issus du traitement thermique β à différentes vitesses de refroidissement, aux températures de : (a) 500°C, (b) 300°C, (c) 20°C. Essais complets (gauche) et relaxations seules (droite)



D.4 Conclusions

En résumé, le modèle non-unifié permet de prédire, de manière relativement correcte, le comportement mécanique en température de l'alliage Ti-6Al-4V traité β si l'on considère que la modélisation a été réalisée sans identification des paramètres sur les courbes expérimentales σ - ε . L'utilisation de paramètres microstructuraux semble être une des clefs majeures permettant de prédire le comportement d'un alliage sous différents traitements thermiques.

Cependant, même si le modèle semble bien prédire le comportement mécanique de l'alliage traité β , il serait nécessaire de faire une étude plus approfondie des évolutions microstructurales induites et de sa réponse mécanique pour valider ces conclusions. Les résultats de cette nouvelle étude pourrait permettre de consolider l'approche non-unifiée proposée et de la rendre plus robuste pour décrire le comportement d'un alliage Ti-6Al-4V subissant différents traitements thermiques.

COMPOTEMENT THERMOMECANIQUE ET EVOLUTION MICROSTRUCTURALE
D'UN ALLIAGE Ti-6Al-4V FORGE $\alpha+\beta$, DURANT LA TREMPER :
EXPERIMENTATIONS, ANALYSES ET MODELISATION

Résumé : Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet FUI TiMaS (Titanium Machining and Simulation) dont l'objectif est de développer un outil d'analyse et d'optimisation continu du procédé de production et visant à maîtriser et à prédire la création des contraintes résiduelles pour les pièces de structure en alliage de titane.

Les contraintes résiduelles peuvent être générées notamment durant la trempe qui suit les traitements thermomécaniques. L'objectif de cette étude est d'étudier le comportement mécanique ainsi que l'évolution microstructurale de l'alliage Ti-6Al-4V, induits par le refroidissement depuis le domaine $\alpha+\beta$, et d'intégrer cela dans une démarche de modélisation.

Pour cela, un moyen expérimental, composé d'une machine d'essais hydraulique et d'un chauffage par induction, a été développé afin d'analyser la réponse mécanique de l'alliage Ti-6Al-4V sous différentes conditions mécaniques et thermiques. Ce moyen a permis la réalisation d'essais de traction/relaxation/traction à différentes températures.

Parallèlement, une étude par analyse de micrographies a permis de quantifier les fractions de phases α et β ainsi que les épaisseurs de lamelles α_{II} lors du refroidissement. Les observations ont pu être confrontées aux résultats des essais mécaniques afin d'expliquer l'influence du traitement thermique sur la résistance du matériau.

Deux modèles de comportement ont été proposés pour prédire la réponse thermomécanique de l'alliage Ti-6Al-4V à l'issue de cette analyse. Le premier est un modèle élasto-visco-plastique incluant un l'écrouissage isotrope prenant en compte l'adoucissement par restauration statique du matériau. Il est valable pour différentes vitesses de refroidissement. Le second est un modèle non-unifié basé sur une loi des mélanges de phases. Il reproduit plus fidèlement le comportement mécanique et permet notamment de modéliser le phénomène de yield point par l'intermédiaire du mouvement des dislocations mobiles.

Mots clés : Alliage de titane (Ti-6Al-4V), Comportement thermomécanique, Microstructure, Lois de comportement, Modélisation, Traitement thermique.

THERMOMECHANICAL BEHAVIOUR AND MICROSTRUCTURAL EVOLUTION
OF A FORGED $\alpha+\beta$ - Ti-6Al-4V ALLOY DURING QUENCHING:
EXPERIMENTS, ANALYSIS AND MODELLING

Abstract: This research is part of the TiMaS project (Titanium Machining and Simulation). The main goal of this project is to develop an analysis and optimization tool of the global production process to control and assess the generation of residual stresses for titanium alloys structure parts.

Residual stresses can be generated during thermal and mechanical treatment quenching steps. The main goal of this work is to study the mechanical behaviour and the microstructural evolution of Ti-6Al-4V alloy, induce by quenching from the $\alpha+\beta$ phase field, and incorporate these results in a modelling approach.

For this purpose, a new experimental facility, using conventional hydraulic testing machine and induction heating, was developed to investigate the mechanical behaviour of Ti-6Al-4V alloy under different thermal and mechanical loads. This experiment has permitted to realise tensile/relaxation/tensile tests.

Furthermore, an image analysis protocol was developed to study fraction of α and β phases and α_{II} lamellae thickness. Microstructural observations can explain some aspects of the material hardening during quenching.

Two mechanical behaviour models were proposed to assess the mechanical behaviour of the Ti-6Al-4V alloy. The first one is an elasto-visco-plastic model with isotropic hardening that taking account of the static recovery. It can predict the mechanical behaviour under different quenching rates. The second one is a non-unified model based on a phases mixing law. It permits a better assessment of the mechanical behaviour and allows the modelling of the yield point phenomenon by using mobile dislocations motion.

Keywords: Titanium alloy (Ti-6Al-4V), Thermomechanical behaviour, Microstructure, Mechanical behaviour models, Modelling, Heat treatment.