



HAL
open science

Étude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17

Julien da Costa Teixeira

► **To cite this version:**

Julien da Costa Teixeira. Étude expérimentale et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL, 2005. Français. NNT : 2005INPL027N . tel-01749978v2

HAL Id: tel-01749978

<https://theses.hal.science/tel-01749978v2>

Submitted on 30 Sep 2008

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.

THESE

présentée et soutenue le 12 avril 2005

pour l'obtention du

Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine

spécialité : Science et Ingénierie des Matériaux

par

Julien DA COSTA TEIXEIRA

Etude expérimentale et modélisation des évolutions
microstructurales au cours des traitements thermiques
post forgeage dans l'alliage de titane Ti17

Composition du jury

<i>Présidente</i>	Mme Colette Rey
<i>Rapporteurs</i>	M Yves Bréchet M Frank Montheillet
<i>Examineurs</i>	Mme Elisabeth Aeby Gautier, directeur de thèse M Benoît Appolaire, co-directeur de thèse M Georges Cailletaud
<i>Invitées</i>	Mme Sabine Denis, co-directeur de thèse Mme Nadine Späth

Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué au Laboratoire de Science et Génie des Matériaux et de Métallurgie (LSG2M), Unité Mixte de Recherche 7584 CNRS – Université Henri Poincaré, à l’Ecole des Mines de Nancy. Il a été mené en étroite collaboration avec Snecma Moteurs, qui en a assuré le financement dans le cadre d’une convention CIFRE. Je remercie les directeurs successifs du LSG2M, Mrs Jean-Marie Dubois et Pierre Archambault pour m’avoir accueilli dans leur laboratoire.

Je remercie Mme Colette Rey, pour avoir accepté de présider mon jury de thèse. J’adresse mes remerciements à Mrs Yves Bréchet et Frank Montheillet pour l’intérêt qu’ils ont porté à ce travail en acceptant d’en être les rapporteurs.

J’exprime ma gratitude à M Georges Cailletaud, examinateur de cette thèse, pour sa contribution à ce travail, notamment en ce qui concerne les développements numériques dans le logiciel ZeBuLoN.

Ma reconnaissance va également à Mme Nadine Späth, ingénieur chez Snecma Moteurs, pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse. Elle a largement contribué à la mise en place de ce travail chez Snecma Moteurs, et a suivi les recherches menées. Sa constante disponibilité et ses conseils ont contribué à la réalisation de ce travail. Je remercie également M Mounir Bouzaïane, qui a pris sa suite pendant la dernière année de cette thèse.

Mes remerciements vont tout particulièrement aux directeurs de cette thèse, Mme Elisabeth Gautier, Mme Sabine Denis et M Benoît Appolaire, qui ont largement contribué à la réalisation de cette étude grâce à leur curiosité, leur rigueur et leur exigence, m’aidant pendant ces trois années à répondre à un besoin industriel tout en envisageant de nouvelles pistes de recherche, porteuses de développements futurs.

Je remercie également M Thierry Decoux, et Mme Valérie Prevost, de Snecma Moteurs, pour leur travail expérimental de traitement thermique, d’observation en microscopie optique et en microscopie électronique à transmission.

Une partie des résultats de cette étude est associée au travail de stage de Cédric Lequesne et Sylvain Lazaro. Qu’ils soient remerciés pour leurs efforts, qui ont contribué à la réussite de cette étude.

Je remercie enfin toutes les personnes de l’équipe « thermique, mécanique et microstructure » ainsi que toutes les personnes du Laboratoire qui ont rendu possible ce travail.

Table des matières

REMERCIEMENTS	3
TABLE DES MATIERES	5
INTRODUCTION GENERALE	9
CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	11
1 ALLIAGES DE TITANE : THERMODYNAMIQUE, TRAITEMENTS THERMOMECAINIQUES, EVOLUTIONS METALLURGIQUES ASSOCIEES ET MECANISMES DE TRANSFORMATION.....	11
1.1 <i>Thermodynamique des alliages β-Cez et Ti17.....</i>	11
1.2 <i>Traitements thermomécaniques et évolutions microstructurales associées</i>	14
1.3 <i>Evolutions microstructurales lors d'une mise en solution en β sans forgeage.....</i>	15
1.4 <i>Morphologie et cinétique associées à la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha + \beta$, lors de traitements thermiques après mise en solution dans le domaine β, sans déformation plastique.....</i>	16
1.4.1 Morphologies de la phase α	16
1.4.2 Cinétiques de transformation isotherme après une mise en solution dans le domaine β	17
1.4.3 Cinétiques de transformation en cours de refroidissement continu après mise en solution dans le domaine β	19
1.5 <i>Mécanismes de précipitation de la phase α.....</i>	21
1.5.1 Germination et croissance aux joints de grain	21
1.5.2 Apparition de la morphologie α_{WGB}	23
1.5.3 Croissance de la morphologie α_{WGB}	23
1.5.4 Précipitation de la morphologie α_{WI}	24
1.6 <i>Conclusion.....</i>	24
2 MODELES DE PREDICTION DE LA CINETIQUE DE TRANSFORMATION.....	25
2.1 <i>Loi de Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov (JMAK) et règle d'additivité</i>	25
2.1.1 Modélisation des cinétiques isothermes à partir de la loi de JMAK	25
2.1.2 Prédiction de cinétiques de transformation en condition de refroidissement continu	26
2.2 <i>Modélisation des vitesses de germination et de croissance.....</i>	27
2.2.1 Germination sur les joints de grain	27
2.2.2 Germination sur les dislocations.....	28
2.2.3 Croissance des précipités	29
2.3 <i>Conclusion.....</i>	29
3 INFLUENCE D'UNE DEFORMATION PLASTIQUE LORS DE LA MISE EN SOLUTION EN β SUR LA MORPHOLOGIE ET LA CINETIQUE DE LA TRANSFORMATION $\beta \rightarrow \alpha + \beta$	30
3.1 <i>Mise en évidence expérimentale dans l'alliage β-Cez [4], [72] à [75].....</i>	30
3.1.1 Cinétique globale de transformation.....	30
3.1.2 Analyse microstructurale	32
3.2 <i>Evolution de la microstructure β lors du forgeage et influence sur la précipitation de la phase α 34</i>	34
3.2.1 Observations	34
3.2.2 Effet des évolutions microstructurales sur la cinétique et la morphologie de transformation	37
3.3 <i>Prédiction de l'effet d'une déformation plastique.....</i>	38
3.3.1 Effet géométrique de la déformation	38
3.3.2 Effet du champ élastique généré par les dislocations libres	39
3.3.3 Génération de nouveaux défauts cristallins.....	39
3.4 <i>Conclusion.....</i>	39
CONCLUSION.....	40
CHAPITRE II MATERIAU, TRAITEMENTS THERMIQUES ET TECHNIQUES D'ETUDE	41
1 MATERIAU D'APPROVISIONNEMENT ET PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS DESTINES AUX TRAITEMENTS THERMIQUES	41
2 TRAITEMENTS THERMIQUES EFFECTUES SUR LES ECHANTILLONS : DISPOSITIF EXPERIMENTAL, DESCRIPTION DES TRAITEMENTS ET SUIVI IN-SITU DE LA CINETIQUE DE TRANSFORMATION	42
2.1 <i>Dispositif expérimental</i>	42

2.2	<i>Traitements thermiques de maintien isotherme et de refroidissement continu pour l'étude de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$</i>	42
2.2.1	Traitement thermique préalable.....	43
2.2.2	Maintien isotherme.....	43
2.2.3	Refroidissement continu.....	44
2.3	<i>Suivi in-situ de l'évolution du taux de phases par mesure de résistivité électrique.</i>	45
2.3.1	Conditions isothermes.....	45
2.3.2	Conditions anisothermes.....	47
3	CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES.....	49
3.1	<i>Préparation des échantillons.</i>	49
3.2	<i>Observations métallographiques et analyse d'images</i>	49
3.3	<i>Diffraction des rayons X</i>	50
4	DILATOMETRIE.....	50
	CONCLUSION.....	50

CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX..... 51

1	DETERMINATION DES DONNEES D'EQUILIBRE DE L'ALLIAGE DE TITANE Ti17.....	52
1.1	<i>Température de transus.</i>	52
1.1.1	Dilatométrie.....	52
1.1.2	Résistivimétrie.....	53
1.1.3	Observations micrographiques.....	55
1.1.4	Conclusion.....	55
1.2	<i>Evolution du taux de phase α d'équilibre en fonction de la température</i>	55
1.3	<i>Composition chimique des phases et description thermodynamique de l'alliage Ti17</i>	57
1.3.1	Mesure de la composition chimique d'équilibre des phases α et β entre 700°C et la température de transus (Rappel de [3]).....	57
1.3.2	Corrélation entre composition chimique des phases, paramètres de maille et taux de phase α	58
1.3.3	Description de l'équilibre thermochimique pour l'alliage Ti17.....	59
2	CARACTERISATION DES EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES EN CONDITIONS ISOTHERMES.....	60
2.1	<i>Etude cinétique isotherme par résistivimétrie in-situ et par diffraction des rayons X</i>	60
2.1.1	Mesures de résistivité in-situ, de diffraction des rayons X sur des maintiens interrompus et de diffraction des rayons X in-situ à l'ESRF [105].....	60
2.1.2	Diagramme TTT global du Ti17 obtenu par mesure de résistivité.....	62
2.2	<i>Observations microstructurales</i>	63
2.2.1	Microstructure après mise en solution 30 minutes dans le domaine β	64
2.2.2	Microstructure de la phase α	64
2.2.3	Attribution d'un domaine de température aux morphologies de phase α	70
2.3	<i>Conclusion.</i>	72
3	ETUDE ANISOTHERME.....	72
3.1	<i>Etude cinétique anisotherme par résistivimétrie in-situ et par diffraction des rayons X</i>	72
3.2	<i>Observations microstructurales</i>	75

CHAPITRE IV MODELISATION DES CINETIQUES DE TRANSFORMATION DE PHASE PAR UNE APPROCHE GLOBALE. COUPLAGE AVEC LES EVOLUTIONS DE TEMPERATURE..... 81

1	MODELE ET DONNEES D'ENTREE.....	81
1.1	<i>Modèle métallurgique</i>	81
1.1.1	Conditions isothermes.....	81
1.1.2	Conditions anisothermes.....	84
1.1.3	Implémentation dans le logiciel de calcul ZéBuLoN.....	87
1.2	<i>Couplage thermique – métallurgie</i>	88
1.2.1	Température homogène.....	88
1.2.2	Prise en compte de gradients thermiques.....	89
1.3	<i>Détermination expérimentale des données d'entrée du modèle</i>	90
1.3.1	Détermination des paramètres de la loi de JMA à partir des cinétiques isothermes de transformation.....	90
1.3.2	Données thermophysiques des phases α et β	92
2	SIMULATION EN CONDITIONS DE TEMPERATURE HOMOGENE ET COMPARAISON A L'EXPERIENCE.....	96
2.1	<i>Conditions isothermes</i>	96
2.2	<i>Conditions anisothermes avec une évolution de température imposée</i>	97
2.2.1	Comparaison entre simulation et expérience.....	98
2.2.2	Discussion.....	102

2.3	<i>Conditions anisothermes avec une température homogène et une vitesse de refroidissement non imposée</i>	104
2.3.1	Détermination de l'enthalpie de transformation.....	104
2.3.2	Refroidissement sous vide	105
2.3.3	Refroidissement dans l'air	106
3	SIMULATION EN CONDITIONS DE TEMPERATURE HETEROGENE ET COMPARAISON A L'EXPERIENCE	108
3.1	<i>Refroidissement de cylindres</i>	108
3.1.1	Expérience	108
3.1.2	Simulation numérique et comparaison calcul - expérience.....	112
3.2	<i>Calcul couplé thermique – métallurgie sur une pièce industrielle en Ti17</i>	116
	CONCLUSION.....	119

CHAPITRE V PRISE EN COMPTE DE L'INFLUENCE D'UNE DEFORMATION PLASTIQUE SUR LA TRANSFORMATION DE PHASE A L'AIDE D'UNE MODELISATION DE LA GERMINATION ET DE LA CROISSANCE DE LA PHASE α 121

1	MODELE DE CINETIQUE DE TRANSFORMATION PERMETTANT DE PREDIRE L'EFFET D'UNE DEFORMATION PLASTIQUE PREALABLE	123
1.1	<i>Choix d'une approche adéquate pour modéliser la transformation de phase</i>	123
1.1.1	Utilisation d'un modèle global : correction des coefficients de JMA obtenus dans l'état non déformé..	123
1.1.2	Utilisation d'un modèle global : mesure des cinétiques isothermes après une prédéformation plastique	124
1.1.3	Modélisation de la germination et de la croissance.....	124
1.2	<i>Modèle initial de germination et croissance [3]</i>	125
1.2.1	Modèles utilisés	125
1.2.2	Cinétique de transformation.....	129
1.3	<i>Amélioration du modèle initial pour intégrer les effets d'une déformation plastique</i>	133
1.3.1	Représentation géométrique de la répartition des défauts plans dans la microstructure β déformée.....	133
1.3.2	Modélisation de l'effet de la déformation plastique sur les énergies de joint et de sous-joint de grain ...	136
1.3.3	Distribution de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$	138
1.4	<i>Conclusion</i>	139
2	CALCULS DE CINETIQUES DE TRANSFORMATION SANS PREDEFORMATION. CORRECTION DU MODELE DE GERMINATION.	140
2.1	<i>Impossibilité pour la phase α de germer sous la forme de calottes sphériques</i>	140
2.1.1	Ecart à l'expérience lors du calcul de cinétiques de transformation.....	140
2.1.2	Analyse de l'origine de ces écarts à l'aide du calcul de la durée de remplissage.....	141
2.1.3	Taille des calottes sphériques	143
2.1.4	Conclusion	144
2.2	<i>Calcul du flux de germination à l'aide de la géométrie du pillbox</i>	145
2.2.1	Modification du modèle : introduction de la géométrie du pillbox	145
2.2.2	Ajustement des paramètres	146
2.2.3	Analyse détaillée de la germination	147
2.2.4	Conclusion	149
2.3	<i>Validation : simulation de cinétiques de transformation sans déformation plastique préalable, dans les alliages β-Cez et Ti17</i>	149
2.3.1	Conditions isothermes	149
2.3.2	Conditions anisothermes.....	155
2.4	<i>Conclusion</i>	156
3	CALCULS DE CINETIQUES DE TRANSFORMATION APRES UNE PREDEFORMATION PLASTIQUE ET COMPARAISON A L'EXPERIENCE	157
3.1	<i>Taille des sous-grains et désorientation des défauts plans</i>	157
3.1.1	Taille des sous-grains issus de la RDC	157
3.1.2	Histogrammes de désorientation.....	158
3.1.3	Conclusion.....	160
3.2	<i>Influence de la vitesse et du taux de déformation plastique sur la cinétique isotherme de transformation à 800°C dans l'alliage β-Cez</i>	161
3.2.1	Ecart à l'expérience avec les énergies d'interface ajustées lors de notre étude sans prédéformation ...	161
3.2.2	Augmentation de la dispersion des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$	168
3.3	<i>Influence de la température de transformation isotherme</i>	171
3.4	<i>Equivalence entre température et vitesse de déformation</i>	172
3.5	<i>Refroidissements continus</i>	173
	CONCLUSION.....	176
	CONCLUSION GENERALE, PERSPECTIVES	179

ANNEXE I	DETERMINATION DU COEFFICIENT DE DILATATION DE L'ALLIAGE TI17	183
ANNEXE II	DEPOUILLEMENT DES MESURES DE RESISTIVITE LORS D'UN REFROIDISSEMENT CONTINU	187
ANNEXE III	CALCUL DES VITESSES DE CROISSANCE DES MORPHOLOGIES α_{GB} ET α_{WGB}	189
	CROISSANCE DE LA MORPHOLOGIE α_{GB}	189
	CROISSANCE DE LA MORPHOLOGIE α_{WGB}	190
ANNEXE IV	AJUSTEMENT DES ENERGIES D'INTERFACE POUR LA CALOTTE SPHERIQUE	191
	DEMARCHE	191
	AJUSTEMENT	191
	ANALYSE	194
ANNEXE V	AJUSTEMENT DES ENERGIES D'INTERFACE POUR LE PILLBOX	195
	DEMARCHE	195
	AJUSTEMENT	196
	ANALYSE	196
ANNEXE VI	COMPARAISON DU TEMPS D'INCUBATION ET DE LA DUREE DE REMPLISSAGE DES JOINTS DE GRAIN	199
ANNEXE VII	MODELISATION DE LA GERMINATION ET DE LA CROISSANCE DE LA MORPHOLOGIE α_{W1}	201
1	ETUDE DE LA GERMINATION	201
1.1	<i>Modèle de germination sur les dislocations</i>	201
1.2	<i>Calcul du flux de germination par la théorie classique</i>	202
1.3	<i>Alternative à la théorie classique de la germination</i>	203
1.4	<i>Conclusion</i>	204
2	MODELES DE CALCUL DES VITESSES INDIVIDUELLES DE CROISSANCE	204
2.1	<i>Géométries étudiées, calcul de la vitesse de croissance diffusive et de la taille des aiguilles</i>	204
2.1.1	Bâtonnets	204
2.1.2	Paraboloïde	205
2.1.3	Ellipsoïde	206
2.2	<i>Taille et vitesse de croissance des précipités. Comparaison entre simulation et expérience</i>	207
2.2.1	Taille	207
2.2.2	Vitesse de croissance	209
2.3	<i>Conclusion</i>	210
3	CALCULS DE CINÉTIQUES DE TRANSFORMATION EN CONDITIONS ISOTHERMES	211
3.1	<i>Modèle</i>	211
3.1.1	Représentation géométrique des germes, répartition dans l'espace et germination	211
3.1.2	Interactions entre germes au cours de la croissance	211
3.1.3	Calcul de la cinétique de transformation	211
3.2	<i>Calculs et comparaison à l'expérience</i>	212
3.2.1	Influence de l'interaction entre aiguilles	212
3.2.2	Cinétiques isothermes de transformation	212
4	CONCLUSION	214
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	215

Introduction générale

De nombreux alliages de titane ont été conçus pour des applications dans les domaines aéronautique et aérospatial, où sont très largement exploitées leurs excellentes propriétés spécifiques. Dans les moteurs d'avion, on utilise le TA6V4, le Ti17, le Ti-6.2.4.2S ou encore le TA6ZR5D pour fabriquer des aubes fan, des aubes courtes, des disques de turbine ou des carters, l'usage de ces alliages se limitant aux éléments de moteur dont la température n'excède pas 500°C. Le critère crucial de dimensionnement de ces pièces est, pour l'alliage Ti17, la durée de vie en fatigue oligocyclique et, en plus, pour d'autres alliages utilisés à plus haute température, le fluage. Les propriétés d'usage de ces alliages de titane sont fonction des microstructures obtenues après diverses étapes de traitements thermomécaniques. Aussi l'optimisation des propriétés mécaniques des pièces pour leur utilisation spécifique suppose une connaissance précise des évolutions des microstructures au cours des différents traitements, tant pour les microstructures de déformation que pour celles associées aux changements de phases. Nous nous intéressons ici principalement aux évolutions associées aux changements de phase, mais nous ne pouvons pas négliger celles intervenant au cours des déformations à chaud.

De nombreuses études expérimentales ont été réalisées pour déterminer les microstructures associées aux changements de phases, mais en dépit de son utilisation de plus en plus large, peu de données relatives aux cinétiques de transformation sont disponibles à ce jour sur l'alliage Ti17. Or la prévision des microstructures (de la nature et de la proportion des différentes morphologies associées aux changements de phases) nécessite la connaissance des mécanismes mis en jeu lors des changements de phases, la modélisation des cinétiques de transformation sur un volume représentatif dont le comportement est homogène, puis la prévision des cinétiques au cours des traitements considérés d'une pièce pouvant être soumise à des variations de sollicitations thermiques ou mécaniques. La mise en place d'outils de simulation numérique du comportement métallurgique est donc essentielle. La finalité de tels outils est d'abord de réduire la durée et le coût du développement de nouveaux procédés de fabrication, en s'appuyant sur des simulations numériques et une analyse des résultats limitant ainsi les démarches expérimentales plus lourdes. Ainsi, par un meilleur contrôle des évolutions microstructurales, il est possible d'optimiser les temps de cycle et d'améliorer la fiabilité des procédés et donc de diminuer le coût de revient des pièces. Par ailleurs ces outils permettent d'estimer la dispersion des microstructures, donc des propriétés pour des variations de traitement et peuvent ainsi apporter des réponses aux problèmes rencontrés lors de la mise en œuvre de ces procédés.

Dans ce contexte, ce travail a été initié par Snecma Moteurs, dans le cadre d'une Convention CIFRE, afin de développer de tels outils numériques. Dans ce travail, nous allons dans un premier temps aborder l'étude expérimentale des évolutions métallurgiques de l'alliage Ti17 associées aux changements de phases au refroidissement, dans des conditions précises de traitement. En plus de cette étude expérimentale, nous mettons en place des outils numériques permettant de prédire les évolutions des phases pendant des traitements thermiques quelconques.

L'étape du traitement thermomécanique que nous allons considérer est décisive pour la microstructure finale à l'intérieur des pièces car elle se situe au début de ce traitement. Il s'agit en effet du refroidissement ou de la trempe consécutive au forgeage à haute température. Dans notre modélisation des cinétiques de transformations de phase au cours du

refroidissement, nous attacherons une importance particulière à la nécessaire prise en compte du couplage entre les évolutions métallurgiques et les évolutions thermiques, à l'intérieur de pièces massives. Nous devons par ailleurs tenir compte de l'influence de l'étape de forgeage sur ces évolutions. La réponse à cette problématique industrielle nous conduira à un travail de recherche dont nous allons présenter les résultats selon le plan suivant :

Le chapitre I contient un résumé des résultats expérimentaux disponibles sur les évolutions métallurgiques dans les alliages de titane, pour les types de traitements thermomécaniques que nous allons considérer. Nous présentons également les deux approches que nous avons choisies pour modéliser les transformations de phase, en rappelant les résultats concluants qu'elles ont permis d'obtenir. Puis nous détaillons les éléments disponibles sur la prise en compte d'une déformation plastique, qui représente un point important de notre étude.

Le chapitre II est dédié à la présentation de notre approvisionnement de Ti17, des traitements thermiques que nous lui imposons et des méthodes d'étude expérimentale.

Le chapitre III contient nos résultats expérimentaux quant aux cinétiques de transformation au cours de traitements isothermes ou de refroidissement continu, et aux microstructures qui en sont issues dans des éprouvettes représentant un volume de matière représentatif de l'alliage et soumises à des sollicitations thermiques homogènes. Les mesures et les observations serviront de base pour nos modèles.

Le chapitre IV porte sur notre premier modèle de prévision des microstructures, basé sur des lois globales de type JMAK. Ce modèle, intégré dans un modèle de calcul de structure (Zébulon), est ensuite utilisé pour réaliser des simulations de cinétique de transformation dans une pièce massive. Pour cela des résultats expérimentaux complémentaires ont dû être obtenus quant aux propriétés thermophysiques de l'alliage pour permettre un calcul couplé thermique et métallurgique. L'outil a été appliqué à des pièces cylindriques permettant de comparer les résultats à des essais expérimentaux, puis à une pièce industrielle forgée au préalable. Une comparaison entre résultats du modèle et microstructures obtenues est menée montrant la limitation de cette approche pour des pièces déformées préalablement.

Le chapitre V porte sur la modélisation de la transformation de phase par le calcul de la germination et de la croissance des phases permettant de prendre en compte l'influence de la microstructure de déformation de la phase parente. Par rapport au modèle précédent, nous obtenons une modélisation plus physique des cinétiques et nous pouvons prendre en compte l'influence de la déformation plastique préalable sur la transformation de phase.

Enfin nous rappelons les conclusions principales de ce travail et des perspectives de développement.

I Etude bibliographique

Les alliages de titane font l'objet de différents travaux pour étudier les relations procédés/microstructures d'une part et les relations microstructures/propriétés d'autre part. Ainsi des traitements thermomécaniques adaptés visant à optimiser leurs propriétés mécaniques sont très souvent proposés [1]. Dans ce chapitre nous nous sommes limités à présenter une synthèse bibliographique des points abordés dans notre travail de thèse. Dans cette analyse nous ne détaillons pas toutes les évolutions microstructurales au cours des différentes étapes de traitements, mais nous nous centrons essentiellement sur celles relatives au domaine de traitement considéré. Dans un premier temps nous faisons un bref rappel sur les alliages de titane. Ensuite nous citons les principaux modèles de prédiction des évolutions microstructurales en cours de traitement thermique, puis nous abordons l'effet d'une déformation plastique (un forgeage préalable au traitement thermique par exemple) et sa prise en compte dans des modèles sur d'autres alliages.

1 Alliages de titane : thermodynamique, traitements thermomécaniques, évolutions métallurgiques associées et mécanismes de transformation

Les microstructures d'usage des alliages de titane sont obtenues après divers traitements thermomécaniques, et la connaissance des évolutions des microstructures, de l'influence de chaque étape du traitement sont indispensables pour entreprendre une démarche prédictive des microstructures, donc des propriétés mécaniques. Après une présentation des alliages de titane, nous proposons une synthèse bibliographique des études expérimentales des évolutions de sa microstructure. Nous nous sommes focalisés sur les alliages Ti17 et β -Cez, proches par la composition chimique. En effet pour ce dernier davantage de données sont disponibles. Les résultats rappelés ici se limitent aux éléments nécessaires pour modéliser la cinétique et la morphologie de la transformation de phase, aussi bien dans des modèles déjà existants que dans ceux que nous proposons.

1.1 Thermodynamique des alliages β -Cez et Ti17

A l'état solide, le titane pur a une structure cristallographique qui peut être hexagonale compacte α (température inférieure à 882°C) ou cubique centrée β (température supérieure à 882°C). Les alliages à base titane sont, suivant leur composition chimique et à l'équilibre thermodynamique, constitués de phase α , de phase β , ou d'un mélange $\alpha+\beta$. On peut les classer en fonction de la stabilité de ces phases, assurée par les éléments d'alliage alphasènes et bétasènes, stabilisateurs des phases α et β respectivement.

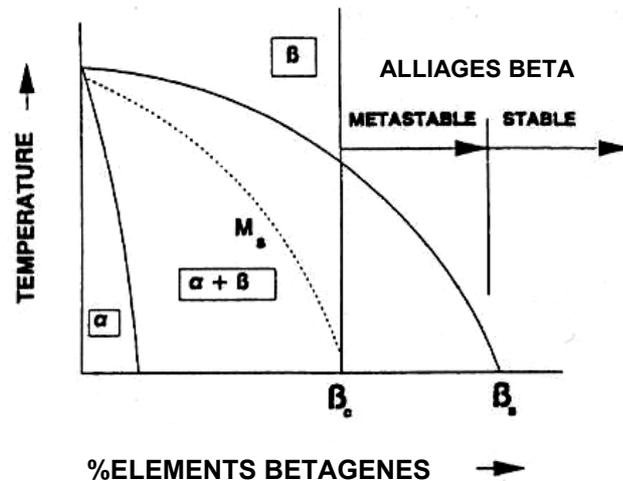


Figure 1 : Coupe binaire schématique des alliages de titane [2].

En Figure 1 est représentée une coupe binaire schématique montrant l'influence des éléments d'alliage. Par ordre croissant de proportion d'éléments bêtagènes, on nomme les différentes familles d'alliages :

- α ceux pour lesquels la seule phase présente à température ambiante est la phase α ,
- $\alpha + \beta$ ceux qui présentent un mélange biphasé $\alpha + \beta$ à température ambiante ; ils peuvent subir une transformation martensitique au cours d'une trempe depuis le domaine monophasé β haute température,
- β métastables ou pseudo - bêta ceux qui sont constitués d'un mélange biphasé $\alpha + \beta$ à température ambiante mais qui ne subissent pas de transformation martensitique au cours de la trempe. Ils peuvent par contre présenter une transformation martensitique induite par déformation ou assistée par la contrainte.
- β ceux dont la phase β est stable à température ambiante.

Ainsi, l'alliage de titane TA6V4¹ le plus utilisé est un alliage $\alpha + \beta$ alors que les alliages β -Cez, Ti-10-2-3, Ti-6-2-4-6 et Ti17 sont des alliages β métastables.

On définit la température de transus T_β comme la température en dessous de laquelle il est possible d'avoir de la phase α à l'équilibre thermodynamique. Elle est d'autant plus élevée que la quantité d'éléments bêtagènes est faible.

¹ Composition nominale des alliages en pourcentage massique et température de transus T_β :

	éléments		bêtagène				neutre		T_β (°C)
	Ti	Al	Mo	Cr	V	Fe	Zr	Sn	
TA6V4	90	6			4				995
Ti-10-2-3	85	3			10	2			800
Ti-6-2-4-6	82	6	6				4	2	945
Ti17	83	5	4	4			2	2	880
β -Cez	82	5	4	2		1	4	2	890

En dessous de la température T_β , l'alliage présente à l'équilibre thermodynamique un mélange de phases α et β . L'évolution de la fraction volumique d'équilibre de phase α avec la température peut être déterminée à partir des diagrammes de phases, s'ils sont disponibles. Dans le cas d'alliages multiconstitués, elle est généralement établie expérimentalement en réalisant des traitements thermiques spécifiques. A titre d'exemple, les évolutions de fraction volumique déterminées pour les alliages TA6V4, β -Cez, Ti 10-2-3 sont portées Figure 2. Des évolutions similaires ont été mesurées pour l'alliage Ti17 [3]. Les courbes obtenues ont toujours une allure similaire. La fraction volumique de phase α est nulle à la température de transus et elle augmente lorsque la température diminue. Pour une température donnée, les différents alliages contiennent d'autant moins de phase α qu'ils contiennent d'éléments bétagènes.

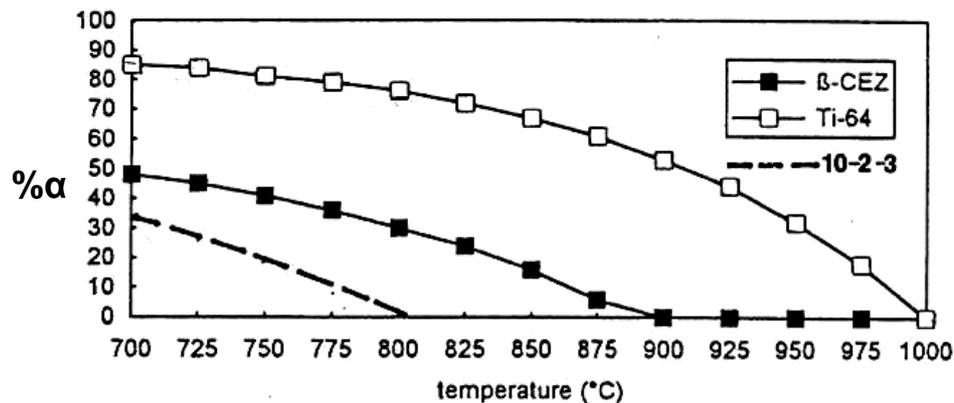


Figure 2 Evolution du taux de phase α en fonction de la température pour les alliages β -Cez, TA6V et Ti-10.2.3 [5].

Différents auteurs [6], [8] ont proposé la relation empirique suivante pour décrire ces courbes :

$$z_{eq}(T) = z(20^\circ\text{C}) [1 - \exp(-A(T_\beta - T))] \quad (1)$$

où z_{eq} est la fraction volumique d'équilibre de phase α à la température T , $z(20^\circ\text{C})$ la fraction volumique d'équilibre à 20°C , T_β la température de transus et A une constante.

Ces évolutions de fraction volumique de phase α à l'équilibre peuvent également être calculées à partir de base de données thermodynamiques associées à un logiciel de prévision des diagrammes de phases [9]. Cet outil permet également d'atteindre la partition des éléments d'alliages en fonction de la nature des phases. Peu de comparaisons ont été menées entre résultats estimés à partir de base de données thermodynamiques et études expérimentales. Une étude récente effectuée pour les alliages β -Cez et Ti17 [37] a montré que la composition chimique des phases déterminée expérimentalement par microsonde de Castaing s'écarte de celles estimées par Thermo-Calc lorsque la température diminue. De plus, les mesures à la microsonde ont montré que la composition chimique de la phase α ne dépendait pratiquement pas de la température. Ces résultats ont conduit les auteurs à schématiser les descriptions thermodynamiques de la phase α comme un composé « stœchiométrique » et celle la phase β comme une solution idéale. L'équilibre thermochimique a alors été décrit par un produit de solubilité :

$$\prod_i (x_i^\beta)^{x_i^\alpha} = K(T) = K_0 \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \quad (2)$$

x_i^α et x_i^β sont les fractions molaires en élément i dans les phases α et β à l'équilibre. K est la constante d'équilibre qui dépend de la température.

$$K_0=0,81 \text{ et } \Delta H=3440 \text{ J.mol}^{-1} \text{ pour le Ti17 [3]}$$

Bien que plusieurs études montrent que la composition chimique de la phase α est constante, il est clair que ce n'est pas le cas généralement, comme cela a été montré expérimentalement sur des alliages binaires [43]. De plus, le fait que l'alliage Ti17 puisse subir une transformation martensitique montre que l'hypothèse d'une composition chimique constante est une approximation.

1.2 Traitements thermomécaniques et évolutions microstructurales associées

Différents traitements thermomécaniques sont réalisés depuis l'élaboration du lingot jusqu'à la pièce finale. Le premier traitement thermomécanique est réalisé par l'élaborateur de l'alliage. Outre la mise en forme du matériau, il permet d'une part de réduire la taille du grain β hérité de l'étape de solidification et d'autre part d'obtenir la microstructure de livraison du matériau.

Un exemple de séquence de traitements thermomécaniques est schématisé en Figure 3 pour l'alliage β -Cez. Les différentes étapes sont décrites dans [13]. Cette séquence permet l'obtention d'une microstructure dite de livraison (Figure 4) dans laquelle la phase α est présente à la fois sous forme de nodules équiaxes situés aux points triples de petits grains β (diamètre de 15 à 30 μm) ; la forme équiaxe est obtenue après l'étape de déformation aux températures inférieures à la température de transus T_β , et des traitements thermiques de recristallisation et de mise en solution dans le domaine biphasé haute température $\alpha+\beta$. La microstructure aciculaire fine est formée au cours de l'étape de refroidissement depuis le traitement de mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ haute température et au cours du vieillissement à la température plus faible.

Les deux phases sont fortement texturées à l'issue de ce traitement.

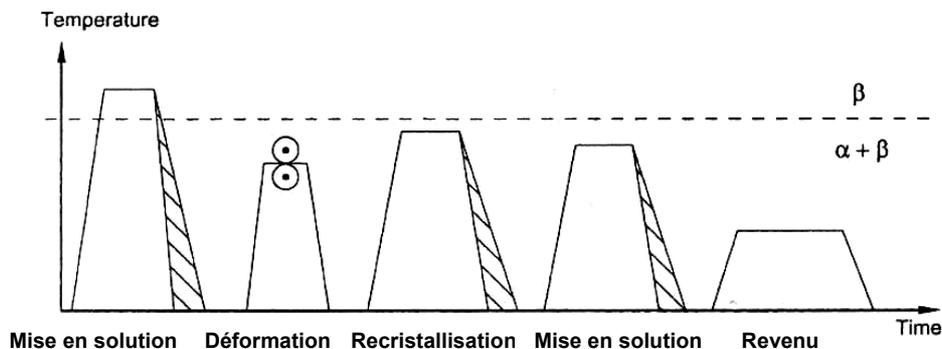


Figure 3 Exemple de traitement thermomécanique appliqué avant obtention de l'état de livraison [13].

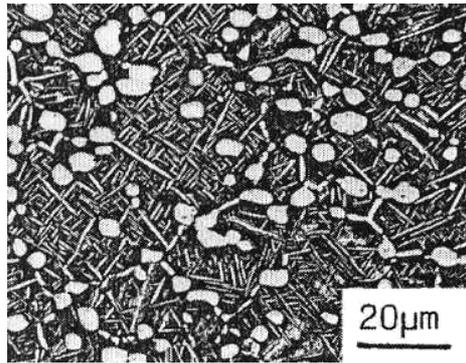


Figure 4 Microstructure bimodale de l'état de livraison, alliage β -Cez [13].

D'autres séquences de traitement sont réalisées pour lesquelles le matériau est forgé dans le domaine β haute température, puis il subit deux traitements thermiques similaires aux deux derniers traitements thermiques présentés Figure 3. Dans ces derniers cas, la taille du grain β est dépendante du traitement de mise en solution β et du cycle de déformation au cours du forgeage β . La microstructure de la phase α est dépendante des différentes transformations structurales au cours du refroidissement depuis β et au cours des étapes de mise en solution en $\alpha+\beta$, puis de vieillissement à plus basse température. Nous allons détailler plus avant les évolutions microstructurales s'y produisant. Dans un premier temps, nous allons présenter les évolutions microstructurales au cours de la mise en solution en β , puis au cours du refroidissement sans considérer le forgeage, traité au §3.

1.3 Evolutions microstructurales lors d'une mise en solution en β sans forgeage

Lors d'une mise en solution dans le domaine β , la phase α de la microstructure de livraison est complètement dissoute. Les joints de grain β/β qui étaient retenus par les nodules de phase α peuvent migrer, ce qui permet la croissance des grains de phase β jusqu'à une taille généralement comprise entre 100 et 200 μm et qui dépend de la durée et de la température du traitement de mise en solution. Béchet et al. [7] ont exprimé les évolutions de taille de grain en fonction du temps et de la température par la relation suivante :

$$d = k_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) t^n \quad (3)$$

Avec d le diamètre du grain, t la durée de mise en solution, k_0 une constante, Q_g l'énergie d'activation de l'autodiffusion du titane dans la phase β et $n=0,45$ [7] déterminé expérimentalement

Si l'alliage est refroidi suffisamment lentement à l'issue de cette mise en solution, alors la phase α a le temps de précipiter. De nombreuses données sont disponibles concernant la cinétique de cette transformation de phases et la morphologie des produits formés, dans les alliages β -Cez et Ti17 [14]-[18]. Le bilan qui va suivre concerne des études effectuées sans forgeage après mise en solution dans le domaine β .

1.4 Morphologie et cinétique associées à la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha + \beta$, lors de traitements thermiques après mise en solution dans le domaine β , sans déformation plastique

Différentes études ont été menées pour étudier les transformations de phase des alliages de titane tant dans des conditions de transformations isothermes que pour des transformations au cours de refroidissements continus. On peut ainsi présenter les différentes morphologies de la phase α puis les cinétiques de transformation.

1.4.1 Morphologies de la phase α

En fonction de la température de transformation, les morphologies suivantes de phase α ont été observées sur le β -Cez, le Ti17 et d'autres alliages de titane ($\alpha+\beta$ Ti-6Al-x) [23], (TIMET LCB) [24], (Ti 6.2.4.6 et Ti-10.2.3) [25]. Dans la suite, nous citerons les valeurs pour l'alliage β -Cez.

Entre la température de transus et environ 700°C est observée la transformation $\beta \rightarrow \alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$. La force motrice de germination est faible à ces températures proches du transus et c'est pourquoi la phase α précipite d'abord sur les sites de germination les plus favorables que sont les joints de grain. Ensuite, elle croît par diffusion vers l'intérieur du grain β , donnant la morphologie α_{GB} (α Grain Boundary, Figure 5a). Puis des lamelles de morphologie α_{WGB} (α Widmanstätten Grain Boundary) se forment sur l' α_{GB} . Elles sont organisées en colonies de plaquettes parallèles entre elles et séparées par de la phase β enrichie en éléments bétagènes. La croissance d' α_{GB} et d' α_{WGB} est gouvernée par la diffusion [3]. Dans une même colonie, les plaquettes α_{WGB} ont toutes la même orientation de Burgers [33], [72].

Entre 525 et 700°C la transformation $\beta \rightarrow \alpha_{WI}$ s'effectue sur des sites de germination intragranulaires (vraisemblablement des dislocations [15]), sites activés car la force motrice de germination est plus élevée. La morphologie ainsi formée est dénommée α_{WI} . Un caractère plus displacif peut être associé à cette transformation, qui donne une morphologie en vannerie constituée de lamelles enchevêtrées. Celles-ci sont d'autant plus fines que la température de précipitation est basse [15].

En dessous d'une température d'environ 525°C et jusqu'à 400°C, un autre mécanisme de transformation intragranulaire a été observé. Il donne une phase α répartie de manière homogène dans le grain, dont un exemple de microstructure est représenté en (Figure 5d). Ce troisième mécanisme de transformation est peu détaillé dans la littérature [17][25].

Enfin aux températures voisines de 350 °C est observée aux temps les plus longs la formation de α très fine. Cette phase α est précédée par la formation de phase ω [15].

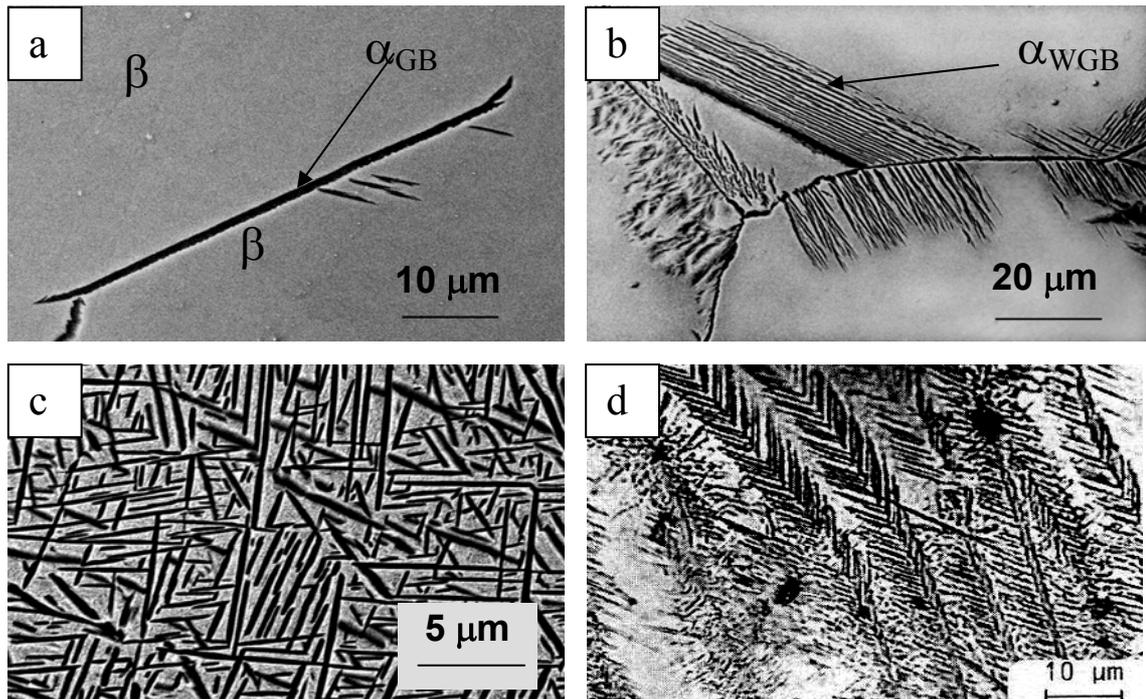


Figure 5 Morphologies de phase α dans l'alliage β -Cez. a) α_{GB} ; b) α_{WGB} ; c) α_{WI} ; d) Microstructure de transformation à basse température [17].

1.4.2 Cinétiques de transformation isotherme après une mise en solution dans le domaine β

La vitesse de précipitation de la phase α dépend de la température. Pour la mesurer, deux démarches existent pour les alliages β métastables :

- La mesure in-situ, en continu, d'une grandeur physique sensible aux évolutions du taux de phase α global (la somme de toutes les morphologies d' α), par dilatométrie [7], calorimétrie [27], résistivimétrie [14] à [18], [26], [28], [29] et plus récemment par DRX en rayonnement synchrotron [105]. La résistivimétrie est la plus souvent utilisée car elle est facile à mettre en œuvre et très sensible. Ces méthodes permettent d'atteindre le taux de phase, soit par calibration, soit par une relation directe entre le taux de phase et la grandeur mesurée.
- Le suivi discontinu (ex-situ) est effectué à partir d'échantillons trempés en cours ou en fin de traitement, analysés par diffraction des rayons X ou par l'analyse quantitative de micrographies obtenues en électrons rétrodiffusés, révélant le contraste de composition chimique entre α et β . Cette dernière méthode permet en plus de connaître séparément le taux de chaque morphologie de phase α et également d'accéder à d'autres paramètres, comme par exemple la longueur des plaquettes d' α_{WGB} [3], [4].

On peut tracer les évolutions des grandeurs mesurées dans un diagramme Temps Température Transformation (TTT) donnant, en fonction de la température de maintien isotherme considérée, la durée nécessaire pour que la transformation s'amorce et atteigne certaines valeurs de son taux d'avancement, défini par :

$$y(t) = \frac{\sum_i z_i(t)}{z_f(T)} \quad (4)$$

Avec z_i la fraction volumique de morphologie i et z_f le taux de phase α en fin de transformation

L'expérience montre que le taux de phase α en fin de transformation est généralement égal au taux de phase d'équilibre, notamment aux températures élevées supérieures à 500°C [4] :

$$z_f(T) = z_{eq}(T) \quad (5)$$

A titre d'exemple, le diagramme TTT de l'alliage β -Cez (Figure 6) a été obtenu à partir de mesures en continu de résistivité électrique, de dilatométrie et d'observations métallographiques. Les courbes de 5% et de 95% de transformation se décomposent en une succession de courbes en C. Quatre « nez » sont mis en évidence. Les observations micrographiques montrent qu'une des morphologies est prépondérante à chaque domaine de température. Ainsi, le domaine 1 est celui de « la » morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$, le 2 celui de la morphologie α_{WI} , le 3 correspond au troisième mécanisme de transformation et le 4 à la phase ω .

La phase α précipite le plus vite à 600°C, (en 100 s), pour une morphologie α_{WI} tandis qu'à 800°C, pour $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ la transformation dure plus de 10000s. A 300°C, la durée de la transformation est également élevée à cause de la diffusion lente des éléments d'alliage.

On observe à haute température la croissance rapide d'un faible nombre de germes tandis qu'à basse température, l'accroissement de taux de phase provient davantage de la germination de nouveaux précipités. C'est pourquoi les précipités sont d'autant plus fins que la température de transformation est basse, comme le montrent les micrographies présentées dans le diagramme TTT et par exemple les mesures d'épaisseur de lamelles d' α_{WGB} [4], qui passe de 0,4 à 0,9 μm entre 700 et 790°C.

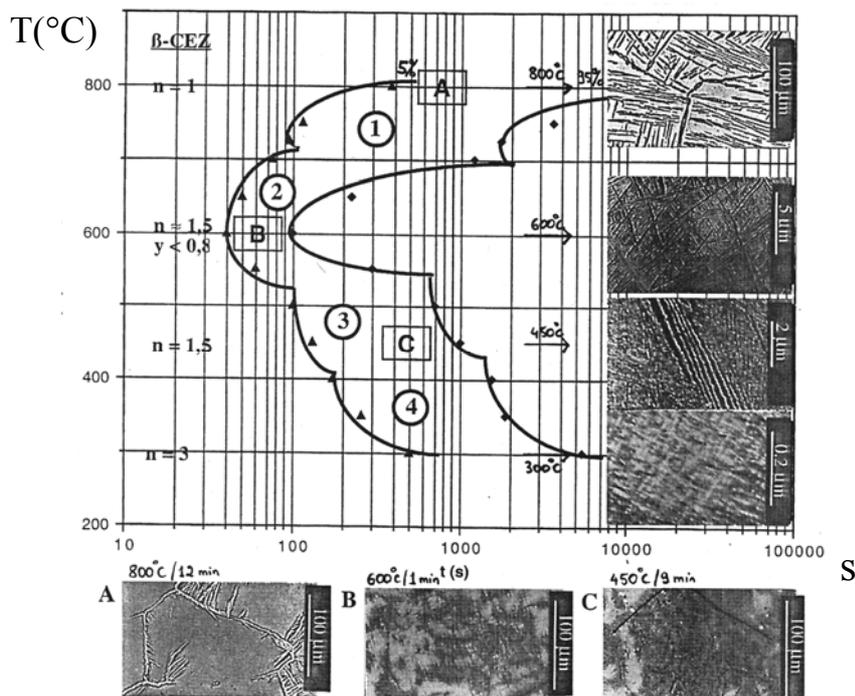


Figure 6 Diagramme TTT de l'alliage β -Cez, après 30 minutes de mise en solution à 920°C [15].

S. Bein a superposé les diagrammes TTT des alliages β -Cez, 10.2.3 (Ti-10V-2Fe-3Al, β -métastable) et 6.2.4.6 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, $\alpha+\beta$), en reportant en ordonnée la différence entre la température de maintien et la température de transus. Les courbes en C des trois alliages sont délimitées pratiquement par le même écart au transus (Figure 7).

La valeur de la force motrice étant directement liée à l'écart de température avec le transus, ce résultat montre que c'est elle qui détermine principalement la nature du mécanisme de transformation mis en jeu en fonction de la température de transformation isotherme. Par ailleurs nous pouvons noter que pour un même écart à la température de transus les courbes sont décalées vers des temps plus longs lorsque la température de transus de l'alliage est la plus faible. Nous pouvons associer cet effet à l'influence de la température sur la diffusion des éléments d'alliages qui contrôle également la cinétique de transformation.

Dans le cas de l'alliage Ti17, un diagramme TTT a été établi par Béchet et al. [17] avec cependant moins de précision, et comparé à celui du β -Cez [16]. Il a été possible d'attribuer les mêmes domaines de température de transformation aux différents mécanismes de transformation pour les deux alliages.

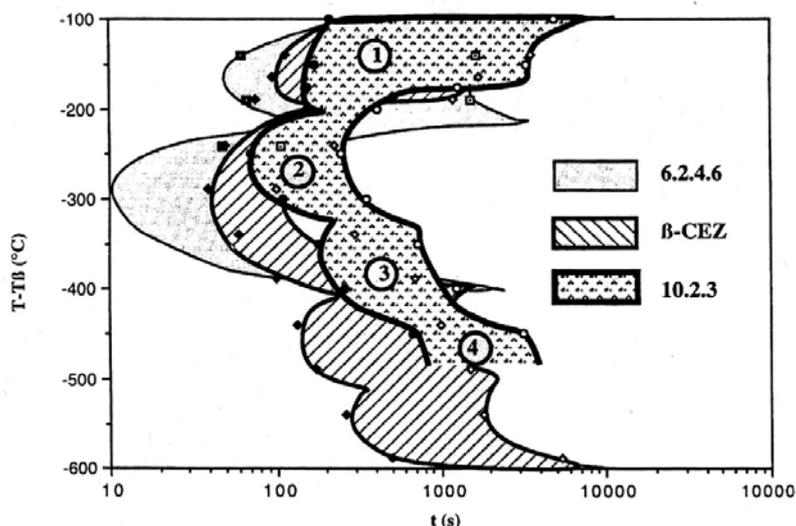


Figure 7 Comparaison des diagrammes TTT du β -Cez, du 6.2.4.6 et du 10.2.3 [15].

1.4.3 Cinétiques de transformation en cours de refroidissement continu après mise en solution dans le domaine β

Peu de diagrammes TRC sont disponibles dans la littérature. L'utilisation de la résistivité électrique pour le suivi en continu des transformations de phases a récemment conduit à l'obtention de tels diagrammes. Pour obtenir ces données, l'échantillon est refroidi à une vitesse constante après une mise en solution en β , et le suivi de la grandeur physique permet de déterminer les domaines de transformation. Ces données associées aux observations micrographiques permettent de déterminer les diagrammes TRC.

S. Bein a tracé le diagramme TRC du β -Cez présenté Figure 8 [15] à partir duquel on peut déduire les tendances suivantes :

- A des vitesses très faibles (entre 30 et $150^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$), on ne forme que de la morphologie α_{GB} et α_{WGB} . Cependant, de la morphologie α_{WI} est également observable en faible quantité dans la matrice β enrichie qui sépare les lamelles de morphologie α_{WGB} .

- A des vitesses de refroidissement comprises entre $300^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ et $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, on traverse successivement les deux domaines de transformation $\beta \rightarrow \alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$ et $\beta \rightarrow \alpha_{\text{WI}}$.
- A $3^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, on ne forme pratiquement que de la morphologie α_{WI} et le taux de phase final est beaucoup moins élevé,
- Au-delà de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la phase α n'a pas le temps de précipiter et on forme une très faible quantité de phase ω à partir d'une température d'environ 350°C .

Pour ce même alliage, E. Laude a mesuré la proportion de chaque morphologie de phase α en fonction de la vitesse de refroidissement [4].

- La morphologie α_{WGB} est présente lors des refroidissements lents, jusqu'à la vitesse de refroidissement de $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ au-delà de laquelle elle n'est quasiment plus observée.
- La quantité de morphologie α_{WI} devient importante à partir de $0,1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Le taux maximal (60%) est atteint à une vitesse approximative de $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Au-delà, il diminue et vaut 38% à $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Le troisième mécanisme de transformation n'est jamais mis en évidence lors d'un refroidissement continu, sauf dans le cas du 10.2.3, qui se transforme plus lentement [15]. Les mêmes tendances ont été observées en refroidissement continu dans le Ti17 [17] et dans d'autres alliages de titane [23].

Il est important de signaler que :

- pour des alliages $\alpha+\beta$ (comme par exemple le Ti-6.2.4.6 ou le TA6V4) une transformation martensitique se produit au cours de refroidissements très rapides.
- Pour les alliages β métastables trempés, la phase α va se former au cours des traitements thermiques ultérieurs [19]-[21].

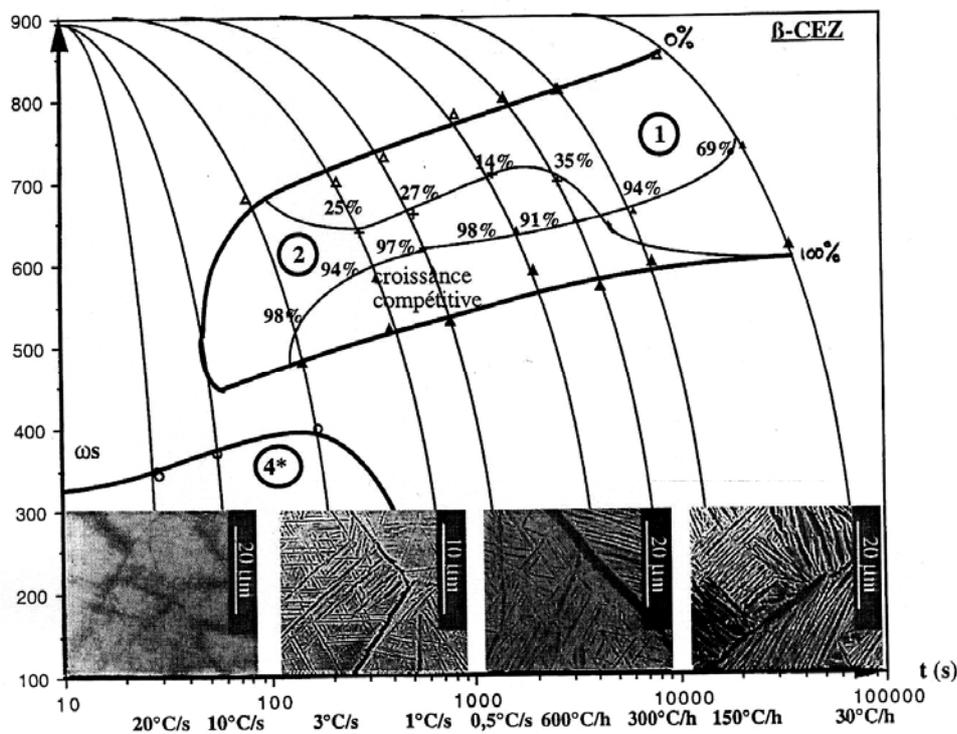


Figure 8 Diagramme TRC du β -Cez après mise en solution 30 minutes à 920°C [15].

1.5 Mécanismes de précipitation de la phase α

Les morphologies de la phase α sont associées à différents mécanismes de germination et de croissance. Nous allons faire un rappel des travaux relatifs à ces mécanismes.

1.5.1 Germination et croissance aux joints de grain

La morphologie α_{GB} a plusieurs aspects [7] [24] : un liseré continu recouvrant entièrement le joint (Figure 9b), des précipités allotriomorphes "isolés" (Figure 10a) ou des précipités ayant conduit à une mobilité du joint de grain, avec un mécanisme de plissage (pucker) [36] (Figure 9a).

Pour les alliages Ti17 et β -Cez, les observations disponibles montrent soit des liserés continus, soit le mécanisme de plissage (Figure 9), mais rarement des précipités isolés sur le joint de grain. L'étude du TIMET LCB qui, étant plus β tagène, se transforme à plus basse température et moins vite permet d'observer dans les premiers instants des précipités allotriomorphes de phase α aux joints triples [24]. Des mesures de flux de germination (nombre de nouveaux germes par unité de temps et de surface) de précipités allotriomorphes au joint de grain ont été effectuées sur le Ti-3.2Co et Ti-6.6Cr [34] qui sont également très β tagènes. Pour l'alliage Ti-3.2Co (transus de 793°C), il augmente rapidement de 470 $\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ à 780°C, à 6920 $\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ à 760°C. Ainsi, le recouvrement des joints de grain par les nouveaux germes se fait progressivement. Dans le Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al [33], l'observation montre que les germes percolent au joint de grain lors de leur croissance (Figure 10). D'après tous ces résultats, la formation des liserés continus dans ces alliages et dans les alliages Ti17 et β -Cez résulterait du remplissage progressif des joints de grain par de nouveaux germes, puis de leur percolation. Les premiers instants de ce mécanisme seraient difficiles à observer à cause des plus grandes vitesses de germination et de croissance de ces alliages relativement peu β tagènes.

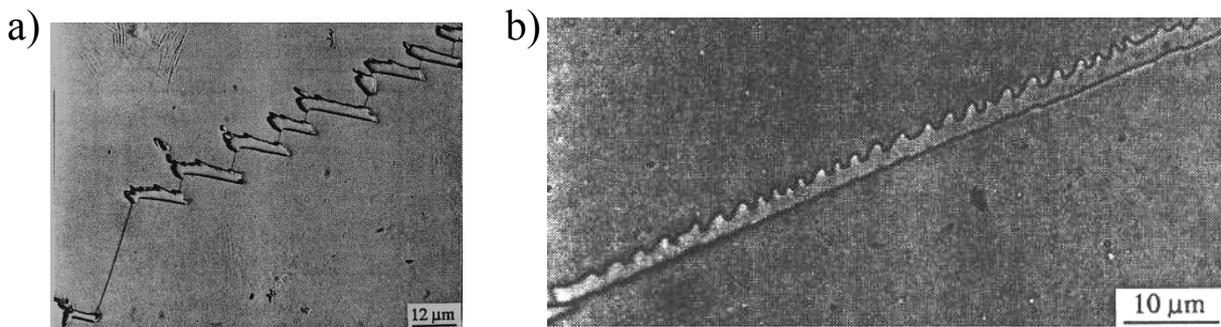


Figure 9 Morphologies de la phase α au joint de grain [7]. a) allotriomorphes ; b) morphologie en dent de scie.

Des analyses structurales de la morphologie α_{GB} ont été réalisées dans des alliages binaires Ti-Cr et Ti-Mn [30], et ont mis en évidence des désorientations cristallines de l'ordre du degré au sein d' α_{GB} . Les auteurs lient ces observations à l'accomplissement d'un autre mécanisme, de germination sympathique de la phase α sur elle-même. De nombreux autres résultats [31] prouvent en effet la germination sympathique sur des précipités allotriomorphes.

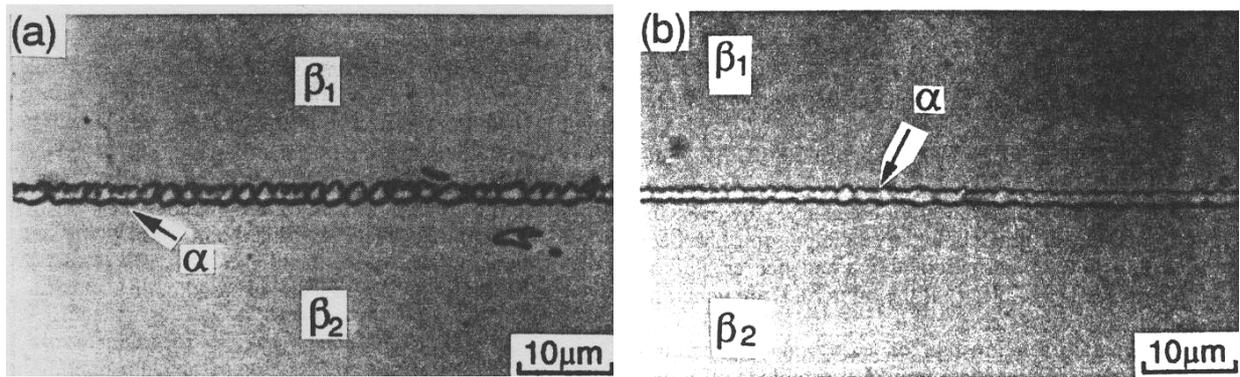


Figure 10 Observation de la phase α sur un joint de grain plan, pour l'alliage Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al maintenu à 933K pendant 28,8 ks. [33].

L'orientation cristallographique de la morphologie α_{GB} reste sensiblement la même au sein d'un liseré continu, ce qui pourrait contredire dans un premier temps l'hypothèse d'un mécanisme de coalescence de précipités isolés.

L'interface entre α et β est semi-cohérente dans le Ti 15-3 [38] et le Ti-6Cr [41] et quelle que soit la morphologie considérée de la phase α , celle-ci vérifie toujours la relation d'orientation de Burgers (6) avec la phase β .

$$[110]_{\beta} // [0001]_{\alpha} \text{ et } \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} \quad (6)$$

Les germes d' α minimisent l'énergie d'interface α/β et ainsi la barrière de germination en adoptant une géométrie optimale qui peut être prédite par le calcul [32]. Dans le Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al, les précipités aux joints de grain ont une relation d'orientation cristallographique proche de celle de Burgers avec un seul des deux grains β situés de part et d'autre du joint de grain [24], [33], [38]. Parmi les 12 variants possibles, celui pour lequel le plan $[11\bar{2}0]_{\alpha}$ est

parallèle à la direction $\langle 111 \rangle_{\beta}$ la plus proche du plan du joint de grain minimise l'énergie d'interface [33]. La déviation à l'orientation de Burgers par rapport au grain β situé de l'autre côté du joint de grain est minimisée. Ainsi il n'y a qu'un variant observé sur tout le joint de grain plan, comme c'est visible en Figure 10 a, où les précipités allotriomorphes situés sur le joint de grain plan ont sensiblement la même géométrie.

Donc l'orientation du plan du joint de grain par rapport à celle du grain β détermine

- l'orientation cristallographique de la phase α par rapport au grain β
- la géométrie des germes d' α

C'est pourquoi l'observation d'une seule orientation cristalline au sein d'un liseré de α_{GB} n'est pas contradictoire avec un mécanisme de remplissage progressif suivi d'une percolation lors de la croissance des germes.

Par ailleurs, Menon et Aaronson ont montré que la vitesse de croissance des précipités allotriomorphes, mesurée pour les alliages Ti-3.2Co et Ti-6.6Cr [34], suit une loi parabolique (7). Cette vitesse de croissance dépend de la température. La longueur s'écrit :

$$L = B\sqrt{t} \quad (7)$$

Avec B la constante cinétique de croissance parabolique et t la durée de la croissance.

Ainsi, pour l'alliage Ti-3.2Co, B passe de $9,82 \cdot 10^{-5} \text{ m.s}^{-1/2}$ à 760°C à $3,85 \cdot 10^{-5} \text{ m.s}^{-1/2}$ à 780°C . Pour ces mêmes alliages, la vitesse de croissance latérale des allotriomorphes suit également une loi de croissance parabolique et leur facteur de forme longueur sur largeur reste constant.

D'autres modèles ont été proposés pour décrire la croissance du liseré continu de morphologie α_{GB} vers l'intérieur du grain. Hélicher et al l'ont considérée contrôlée par la diffusion ; un modèle en front plan a ainsi été proposé [37]. Enomoto et Fujita ont quant à eux proposé un mécanisme de croissance par marches [43]. Dans tous les cas, l'épaisseur du joint est décrite par une loi parabolique.

1.5.2 Apparition de la morphologie α_{WGB}

Les observations micrographiques révèlent que les plaquettes d' α_{WGB} se forment sur l' α_{GB} et jamais directement sur le joint de grain β/β [14], [16], [24], [39], [40]. Le liseré de morphologie α_{GB} (ordre de grandeur de $1 \mu\text{m}$) est d'autant plus épais que la température de transformation est élevée [4]. Gheorge et al. [24] rapportent que l' α_{WGB} apparaît préférentiellement du côté où il y a la relation de Burgers entre l' α_{GB} et la matrice β . L'orientation cristallographique de la phase α est la même au sein d'une colonie [14], [24], [22], [72] correspondant à un variant donné de la relation d'orientation de Burgers, qui pour Gheorge [24] n'est autre que celui de l' α_{GB} précurseur de la colonie d' α_{WGB} , toujours avec quelques degrés d'écart. Lorsque l' α_{WGB} apparaît du côté où la relation d'orientation de Burgers est la moins respectée, celui-ci minimise l'écart d'orientation avec l' α_{GB} [33]. Deux mécanismes sont proposés pour le passage de la morphologie α_{GB} à la morphologie α_{WGB} : la germination sympathique sur α_{GB} ou la déstabilisation du front de croissance.

- La déstabilisation du front de croissance a été proposée à l'issue de mesures en EDX de profils de concentration sur l'alliage TA6V [39]. L'accumulation du vanadium bêtagène dans des concavités situées en avant du front de croissance y stabilise la phase β , ce qui favorise la croissance rapide des plaquettes entre ces concavités.
- La germination sympathique de la phase α sur α_{GB} [33]. La croissance de la plaquette se poursuivrait ainsi par germination sympathique.

1.5.3 Croissance de la morphologie α_{WGB}

Pour cette morphologie, l'interface α/β est semi-cohérente [35] et les deux phases vérifient la relation d'orientation de Burgers. La vitesse de croissance des lamelles est constante [37], [41]. Il est établi que ce n'est pas un mécanisme de croissance cellulaire/discontinue qui est mis en jeu [41] car la phase β située entre les lamelles d' α_{WGB} a la même orientation cristallographique que la matrice non transformée. Ainsi, la croissance des lamelles est gouvernée par la diffusion en volume des éléments d'alliage dans la matrice [41]. Leur épaisseur diminue avec la température de maintien isotherme [4].

Différents auteurs [30],[42],[43] proposent également une croissance des plaquettes d' α_{WGB} par marches ou germination sympathique pour les alliages binaires Ti-11Mo et Ti-6Cr [41]. Dans des alliages binaires proeutectoïdes Ti-Cr, V et Fe [43], la composition chimique de la phase α est uniforme et égale à la composition d'équilibre dès le début de la transformation, la limite de résolution de l'analyse EDX étant de 50 nm .

1.5.4 Précipitation de la morphologie α_{WI}

Les aiguilles d' α_{WI} sont d'autant plus fines que la température de transformation est basse. A 600°C, pour le β -Cez, leur facteur de forme longueur sur largeur des lamelles vaut environ 30 [4]. Elles vérifient également la relation d'orientation de Burgers avec la matrice. Dans le cas d'alliages Ti-25V-15Cr-xAl très bêtagènes, il a été déterminé que la densité de précipités augmente progressivement [45]. De plus, l'observation au MET révèle la présence de dislocations à proximité des précipités, montrant qu'ils sont semi cohérents. Les dislocations libres sont le plus souvent proposées comme sites de germination hétérogène de l' α_{WI} . Au sein d'un grain rempli par cette morphologie, les 12 variants de la relation d'orientation de Burgers sont possibles. Cependant, une sélection de variant a été mise en évidence pour une dislocation donnée [38], celle pour laquelle la direction du misfit maximal est parallèle au vecteur de Burgers de la dislocation.

Peu de travaux portent sur la croissance de cette morphologie. L' α_{WI} semble avoir une vitesse de croissance constante, d'après une étude sur des alliages binaires où il est désigné par le terme de black plate [44].

1.6 Conclusion

Les alliages de titane β -Cez et Ti17 peuvent présenter deux structures cristallographiques : la phase β haute température, cubique centrée et la phase α hexagonale compacte dont la fraction volumique à l'équilibre thermodynamique augmente lorsque la température diminue. Après une mise en solution dans le domaine β suivie d'une trempe rapide, la composition chimique de ces alliages leur permet de conserver la seule phase β métastable, sans qu'il y ait de précipitation de la phase α , ni de transformation martensitique. Dans le cas d'un refroidissement plus lent ou d'un maintien isotherme, la phase α peut précipiter, selon des mécanismes et une cinétique qui dépendent des conditions de traitement. Ces transformations ont fait l'objet d'une étude approfondie, notamment dans le cas de l'alliage β -Cez, qui a permis de tracer les diagrammes TTT et TRC, donnant les cinétiques de transformation globale et permettant d'attribuer des domaines de température aux différentes morphologies de phase α . Des observations à une échelle plus fine ont permis de décrire la germination de la phase α et sa croissance pour chacune de ses morphologies. La morphologie α_{GB} se présente comme un liseré continu de phase α recouvrant le joint de grain. La formation de ce liseré continu résulte vraisemblablement de la précipitation hétérogène de germes de phase α recouvrant progressivement le joint de grain, jusqu'à leur percolation. Certains auteurs proposent un mécanisme de germination sympathique bord à bord, ressemblant à une croissance diffusive préférentielle le long du joint de grain. Quelle que soit la morphologie considérée, le mécanisme de croissance reste à ce jour à établir précisément car les observations (morphologie, interfaces, vitesses de croissance) ne permettent pas de trancher entre un mécanisme de croissance diffusive, de croissance par marches ou de germination sympathique. Cependant, ces observations et ces mesures ont permis de proposer des modèles de prédiction des évolutions microstructurales.

2 Modèles de prédiction de la cinétique de transformation

La prédiction des cinétiques de transformation au cours des séquences de traitements thermiques et thermomécaniques nécessite d'établir des modèles de cinétique de transformation. Différentes approches sont proposées. Une première approche s'appuie sur la connaissance expérimentale des diagrammes TTT (voire TRC) pour laquelle une loi globale d'avancement de la transformation est considérée. Une seconde approche s'appuie sur les lois de germination et croissance.

2.1 Loi de Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov (JMAK) et règle d'additivité

2.1.1 Modélisation des cinétiques isothermes à partir de la loi de JMAK

Cette loi permet de décrire globalement les cinétiques de précipitation mettant en jeu la germination et la croissance de la nouvelle phase. Elle a été proposée en considérant des lois classiques de germination [46] et de croissance et en tenant compte des volumes libres restant à transformer. Différents auteurs [47] à [51] ont montré que la fraction volumique de nouvelle phase formée suit la relation :

$$\frac{z}{z_{eq}(T)} = 1 - \exp\left(-k(t - t_d)^n\right) \quad (8)$$

Avec z la fraction volumique de nouvelle phase formée, t_d le temps de début de transformation, $z_{eq}(T)$ la fraction volumique d'équilibre de phase α à la température T . n et k sont les coefficients de la loi de JMAK

Pour un mécanisme de transformation considéré, les coefficients n et k de la loi de JMAK dépendent généralement de la température au travers des vitesses de germination et de croissance. La relation (8) n'est vraie que si la température est constante et si on ne forme qu'une seule nouvelle phase, selon un mécanisme unique de transformation.

Si plusieurs phases ou morphologies précipitent simultanément, cette expression est inexacte et la loi de JMAK doit s'écrire différemment [53],[54] (voir §IV.1.1).

Plusieurs études sur des alliages de titane ont montré que la loi de JMAK décrit bien les cinétiques de transformation isotherme [14],[16],[23],[26] à [29] pour toutes les morphologies de phase α .

Expérimentalement, les valeurs de n obtenues pour la morphologie en plaquette α_{WGB} sont comprises entre 1 et 2 [4],[15]. Quelle que soit l'étude considérée, aucune tendance n'a pu être mise en évidence concernant l'évolution de n en fonction de la température.

Concernant deux études sur le β -Cez, les valeurs de n trouvées sont les suivantes :

- 830°C: $n = 1,13$ [4]
- 750°C: $n = 1,17$ [4]
- 720°C: $n = 1,00$ [15]
- 600°C: $n = 1,50$ d'après S. Bein [15], $n = 3$ d'après E. Laude [4]

Sur d'autres alliages de titane, les valeurs de n sont comprises entre 1 et 2, quelle que soit la morphologie considérée Ti-8Al-1Mo-1V [28], TA6V et Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,08Si [26].

2.1.2 Prédiction de cinétiques de transformation en condition de refroidissement continu

Pour calculer les cinétiques de transformation en refroidissement continu, les auteurs s'appuient le plus souvent sur une description des cinétiques isothermes (loi JMAK) et décomposent la loi d'évolution de la température en une succession de courts paliers isothermes [16], [52]. Le calcul de l'incrément de fraction volumique durant chaque palier isotherme nécessite de connaître la valeur des coefficients n et k ainsi que celle du taux de phase courant. Ainsi cette démarche revient à supposer que la vitesse de transformation ne dépend que du taux de phase et de la température, soit :

$$\dot{z} = f(T, z) \quad (9)$$

La vitesse de transformation à un instant donné ne dépend pas de l'évolution thermique antérieure de l'alliage.

On montre [55],[56] que si la transformation est isocinétique, i.e. :

$$\dot{z} = f(T)g(z) \quad (10)$$

alors elle est additive, ce qui signifie que son avancement peut se calculer d'après :

$$\int_0^{\tau} \frac{dt}{\tau_{TT}(T(t))} = 1 \quad (11)$$

Avec τ le temps nécessaire pour former un taux de phase donné lors du traitement anisotherme,

τ_{TT} le temps d'obtention de ce taux de phase en condition isotherme à la température T .

Si le coefficient n varie avec la température, la réaction n'est pas isocinétique [56]. En outre, la relation (10) ne permet pas de prendre en compte l'évolution du taux de phase maximal en fonction de la température [57]. La validité de la relation (11) est donc limitée à des cas particuliers, mais elle a été utilisée de manière concluante dans de nombreuses études.

Une transformation est additive au sens de Christian [58] lorsque la seule relation (9) est vraie. Les limites sont les suivantes [59] :

- La loi de JMA et l'hypothèse d'additivité permettent de prédire la croissance d'un volume transformé contenant un mélange de nouvelle phase et de matrice. Comme les proportions à l'équilibre de chaque phase dépendent de la température, ce volume transformé à la température T_1 n'est pas à l'équilibre thermodynamique à la température T_2 . Le taux des phases qu'il contient évolue et cette évolution ne peut pas être décrite par la loi de JMA.
- Lorsqu'elle est gouvernée par la diffusion, la vitesse de croissance de la nouvelle phase dépend de la valeur des concentrations d'équilibre. Celles-ci varient en fonction de la température avec un temps de décalage qui dépend de la diffusion des éléments d'alliage. L'hypothèse d'additivité néglige cette durée, dont il faut vérifier expérimentalement qu'elle est négligeable devant la durée de la transformation.

La loi de JMA décrit principalement la progression de la transformation. Or celle-ci se produit après un temps d'incubation t début de la transformation. Ce temps de début de transformation lors d'un traitement anisotherme est calculé par la méthode de Scheil [60] :

$$S = \int \frac{dt}{t_d(T)} \quad (12)$$

Avec S la somme de Scheil et $t_d(T)$ le temps de début de transformation, fonction de la température

Lorsque S vaut 1, la transformation commence. Les valeurs de t_d correspondent aux données expérimentales des temps de début mesurés lors de maintiens isothermes après mise en solution.

Pour que la formule (12) soit vraie, il faut supposer, lors de la détermination expérimentale de t_d , que le refroidissement entre le traitement de mise en solution et le traitement de maintien isotherme soit instantané. Comme ce n'est jamais le cas, des écarts importants peuvent être mis en évidence [61] à [64]. Il est proposé dans ces travaux d'utiliser un diagramme TTT idéal contenant les temps de début corrigés, ainsi qu'une méthode expérimentale pour les obtenir.

Par ailleurs, le calcul du temps d'incubation à partir de l'expression du flux de germination dans la théorie classique montre que la règle de Scheil peut se révéler inexacte [63], mais que les écarts ne sont significatifs que pour des vitesses de refroidissement supérieures aux vitesses expérimentales, du moins dans le cas de l'alliage étudié.

On peut souligner le fait que la simplicité de la formulation de cette loi permet de réduire les temps de calcul. De plus les données d'entrée, qui sont principalement les diagrammes TTT notamment étant souvent disponibles dans la littérature, la loi de JMA est toujours très utilisée pour modéliser les cinétiques de transformation.

2.2 Modélisation des vitesses de germination et de croissance

Nous allons maintenant envisager une autre approche de modélisation reposant sur le calcul de la vitesse de germination et de la taille individuelle des précipités.

2.2.1 Germination sur les joints de grain

La théorie classique de la germination [46] permet de calculer le flux de germination sur des défauts plans comme les joints, les sous-joints, les macles ou les bandes de déformation. L'effet accélérateur de ces défauts provient du fait qu'ils fournissent une grande partie de l'énergie d'interface nécessaire aux embryons de la nouvelle phase pour atteindre leur taille critique avant le régime de croissance. Le flux stationnaire vérifie :

$$J \propto \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (13)$$

Avec ΔG^* la barrière de germination, en J

Pour calculer cette barrière de germination, il faut supposer une géométrie du germe. Pour décrire la germination d'allotriomorphes sur un joint de grain, on les représente soit par une calotte sphérique, soit par un cylindre (ou pill-box) [30]. Bien qu'une prédiction rigoureuse de la géométrie du germe en fonction des paramètres cristallins des deux phases soit possible

[32], le pill-box permet de rendre compte grossièrement de la géométrie des allotriomorphes, délimités par des interfaces cohérentes ou semi cohérentes [34]. Dans une étude sur un alliage fer - carbone [65], où la cinétique de germination a été calculée pour différentes géométries de germes, il est montré que le modèle de pill-box permet de calculer de manière concluante le flux de germination alors que le modèle de la calotte sphérique conduit à le sous estimer. Une étude similaire [66] a été proposée concernant la germination aux joints triples, conduisant aux mêmes conclusions. Le pill-box est préférable à la calotte sphérique, plutôt associée à une énergie d'interface élevée, presque incohérente.

2.2.2 Germination sur les dislocations

La présence de dislocations permet d'accélérer la précipitation de la phase α par rapport à une germination homogène dans la matrice, car l'énergie de déformation générée par la dislocation déstabilise la phase mère par rapport à la nouvelle phase, ce qui diminue la barrière d'énergie. Plusieurs modèles sont disponibles :

- Cahn [67], suppose que le germe entoure la dislocation et que l'interface entre la nouvelle phase et la phase métastable est incohérente. Ainsi, il n'y a pas d'énergie d'accommodation entre les deux réseaux cristallins. En outre, l'énergie d'interaction avec le champ de contraintes extérieur est négligée. Cette description qui est la plus couramment utilisée pour décrire la précipitation incohérente notamment dans des alliages d'aluminium [68], [69] ne convient pas parfaitement pour nos embryons qui ont une interface semi cohérente avec la matrice (voir §1.5).
- Gomez-Ramirez et Pound [70] ont considéré les précipités cohérents ou semi cohérents. La germination s'effectue toujours "autour" de la dislocation, mais l'hypothèse de cohérence oblige à considérer l'énergie d'accommodation entre les réseaux cristallins, qui s'oppose à la germination, calculée analytiquement en supposant que le précipité et la matrice ont le même module de cisaillement.
- Dans [71], les deux modules de cisaillement sont supposés différents. Les calculs montrent que la germination s'effectue à l'écart de la dislocation.

Les dislocations coin favorisent plus la germination que les dislocations vis [36], [70].

Quelles que soient les hypothèses faites concernant la géométrie des germes lorsque la précipitation s'effectue au niveau d'une dislocation, celles-ci ont pour effet de réduire la barrière critique de germination d'un facteur de l'ordre de 50%, ce qui rend le flux de germination sur les dislocations plus élevé d'un facteur de l'ordre de 10 par rapport à la germination homogène. La densité de sites est reliée à la densité de dislocations. Les nœuds de dislocations sont des sites préférentiels de germination [36] par rapport aux dislocations isolées. Ces études montrent que la germination sur des dislocations est envisageable si la germination en condition homogène est déjà rapide.

L'effet accélérateur des dislocations sur la vitesse de germination est beaucoup moins important que celui des défauts plans.

2.2.3 Croissance des précipités

Les résultats expérimentaux rappelés au §1.5 ont conduit à supposer [3] que, indépendamment de la forme des précipités, les concentrations en éléments d'alliage vérifient à l'interface entre matrice et précipité l'équilibre thermodynamique. De plus, la croissance est généralement contrôlée par la diffusion. Ainsi, la vitesse de croissance est-elle prédite en résolvant l'équation de diffusion des éléments d'alliage à l'intérieur de la matrice. D'après les observations de croissance parabolique de la phase α aux joints de grain (§1.5.1) et de vitesse de croissance constante pour les plaquettes de morphologie α_{WGB} dans l'alliage β -Cez [3] (§1.5.3), des modèles cinétiques adaptés ont été proposés. On détaillera en particulier au §V1.2 un modèle proposé récemment par L. Hélicher [3] pour les morphologies α_{GB} et α_{WGB} et validé sur l'alliage β -Cez.

2.3 Conclusion

Deux approches sont proposées pour prédire les cinétiques de transformation en cours de traitement thermomécanique. La première approche repose sur la mesure préalable des cinétiques isothermes de transformation (utilisation du diagramme TTT de l'alliage), l'application de la loi de JMAK pour calculer les cinétiques isothermes et l'utilisation d'une hypothèse d'additivité pour calculer les cinétiques anisothermes. La validité de la loi de JMAK a été vérifiée pour de nombreux alliages de titane et l'ensemble de cette démarche a conduit à des prédictions satisfaisantes pour l'alliage β -Cez. Il s'agit d'une approche globale car la microstructure est décrite uniquement par la valeur moyenne du taux de phase α , pour chaque morphologie.

La deuxième approche permet de calculer les flux de germination et les vitesses de croissance des germes de phase α . On peut alors prédire non seulement la cinétique de transformation globale mais également connaître par exemple la taille des précipités. La première difficulté de ce type de modèle est le nombre d'inconnues introduites dans les calculs (par exemple la valeur des énergies d'interface et le calcul de l'énergie élastique d'accommodation des germes intervenant dans le calcul du flux de germination). Par ailleurs, on a vu au §1.5 que ces mécanisme de germination et de croissance sont encore mal établis, ce qui oblige à faire de nombreuses hypothèses lors de l'application d'un modèle (par exemple l'équilibre thermodynamique à l'interface α/β). Cependant cette deuxième approche peut permettre une meilleure compréhension des mécanismes de transformation à une plus petite échelle, ce que ne permet pas la loi de JMA. De plus elle a été utilisée avec de bons résultats sur plusieurs alliages et en particulier sur l'alliage β -Cez. Enfin on verra plus loin que cette deuxième approche est nécessaire pour prendre en compte l'influence du forgeage sur la cinétique de transformation de phases.

3 Influence d'une déformation plastique lors de la mise en solution en β sur la morphologie et la cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha + \beta$

L'étape du traitement thermomécanique considérée dans notre étude est le traitement de refroidissement effectué juste après un forgeage dans le domaine β . Des études expérimentales approfondies sur l'alliage β -Cez ont montré que la cinétique et la morphologie de la précipitation de la phase α sont fortement affectées par cette étape de forgeage. Cet effet du forgeage provient des modifications qu'il introduit dans la phase β , comme par exemple l'introduction de nouveaux défauts. Des modèles ont été proposés pour prédire cet effet.

3.1 Mise en évidence expérimentale dans l'alliage β -Cez [4], [72] à [75]

Différentes études expérimentales ont montré qu'une déformation plastique de la phase haute température pouvait modifier les cinétiques de transformation de phases ultérieures. Dans le cas de l'alliage de titane β -Cez, il a été montré que la cinétique de transformation est généralement accélérée, que la déformation soit de traction, ou de compression. L'accélération de la cinétique de transformation dépend de la température de déformation, du taux et de la vitesse de déformation. Ces effets peuvent être abordés en considérant les cinétiques globales de transformation, et bien sûr en analysant les microstructures formées.

3.1.1 Cinétique globale de transformation

En cours de maintien isotherme, la mesure en continu du taux global de phase α (Figure 11a et b) révèle :

- une diminution du temps de début et de la durée totale de transformation pour la morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ (à 790°C).
- une légère augmentation de la durée de transformation pour la morphologie α_{WI} , sans que le temps de début soit modifié, d'après la mesure de la résistivité électrique. Cette variation est moins notable que pour la morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ et elle n'est pas confirmée par les mesures de diffraction des rayons X.

L'étude de l'influence de la température de déformation lors d'essais de traction montre que les cinétiques isothermes à 790°C obtenues après déformation à 920 ou 830°C sont proches. Par contre, la cinétique de transformation est fortement accélérée après une déformation à 790°C, juste avant transformation.

Par ailleurs, des essais de compression à 920°C ont été effectués, permettant de déformer fortement les échantillons et d'étudier ainsi l'effet du taux et de la vitesse de déformation (Figure 11c).

Quelle que soit la vitesse de déformation, l'accélération de la cinétique de transformation est très marquée dès les premiers stades de la déformation, c'est-à-dire pour un taux de déformation égal à 0,25. Cette accélération augmente de manière non linéaire avec le taux de déformation : une déformation plus importante conduit à une accélération moindre.

Pour un taux de déformation donné, l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne une accélération de la vitesse de transformation : ainsi, pour un taux de déformation de 1,2 une

vitesse de 10 s^{-1} donne une cinétique moins rapide qu'une vitesse de 3 s^{-1} . Cependant, cet effet est moins marqué lorsqu'on atteint de grandes vitesses.

On peut résumer ainsi l'effet de la déformation : l'accélération de la précipitation de la morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$:

- diminue lorsque la température de déformation plastique augmente,
- augmente avec la vitesse de déformation,
- augmente avec le taux de déformation.

De plus, pour des conditions données de déformation plastique, l'accélération est d'autant plus importante que la température de maintien isotherme est élevée.

Les cinétiques isothermes obtenues après déformation peuvent être décrites par la loi de JMA sous la forme de l'équation (8) (température constante et une seule morphologie de phase α). L'évolution du coefficient n en fonction du taux de déformation est importante : pour une vitesse de 10^{-1} s^{-1} , une température de déformation de 920°C et une température de transformation de 800°C , il vaut 3,2 pour une déformation nulle et il décroît progressivement jusqu'à 1,2 pour une déformation de 1,5.

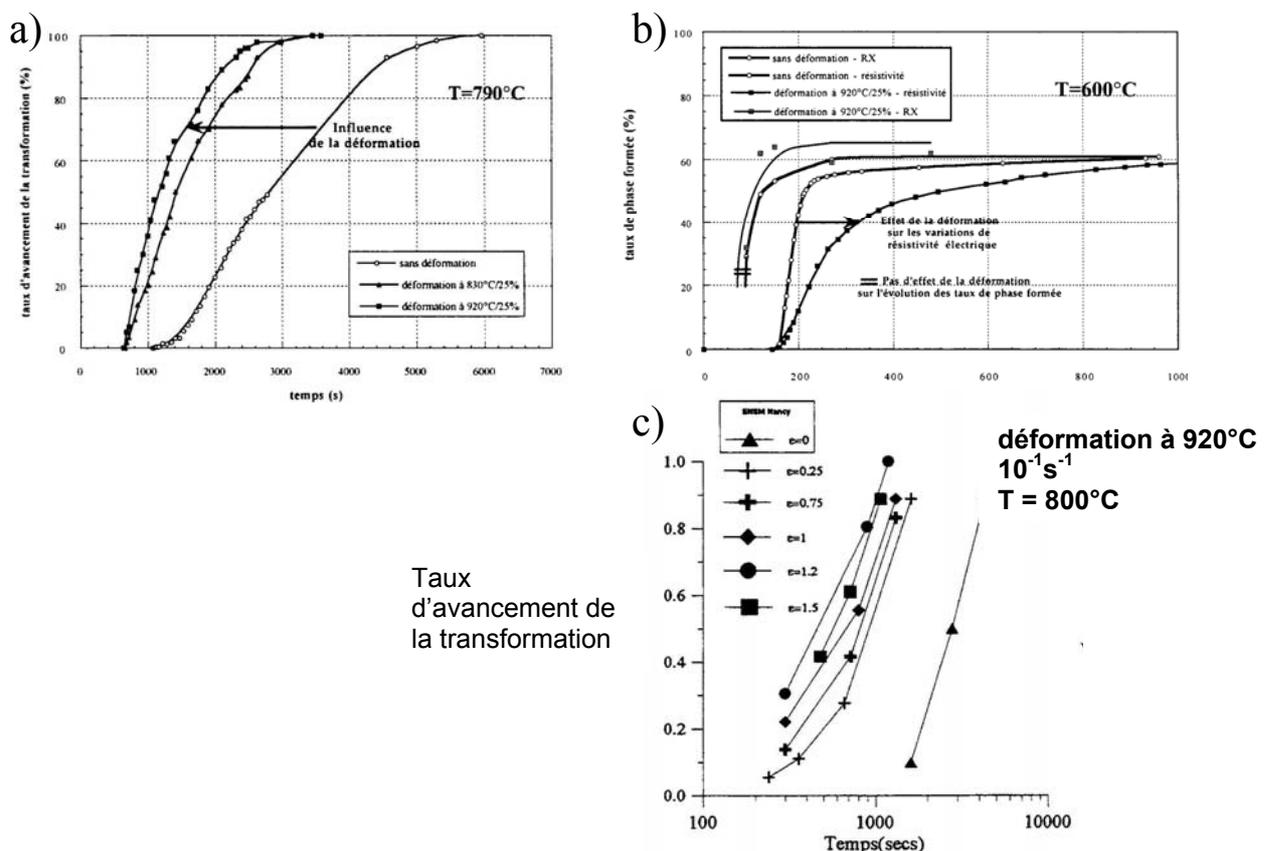


Figure 11 Evolution du taux de phase α pendant un traitement de maintien isotherme, après différentes conditions de déformation plastique: a) $T_{\text{maintien}} = 790^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$; b) $T_{\text{maintien}} = 600^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$; c) $T_{\text{maintien}} = 800^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. [4], [72].

3.1.2 Analyse microstructurale

Les études précédentes ont été complétées par des observations microstructurales. Dans tous les cas, il est noté que la cinétique de germination de la morphologie α_{GB} est accélérée. A titre d'exemple, nous rapportons Figure 12 les micrographies observées après 30 minutes de maintien isotherme à 790°C sur un échantillon non déformé initialement, sur un échantillon déformé à 920°C et sur un échantillon déformé à 790°C.

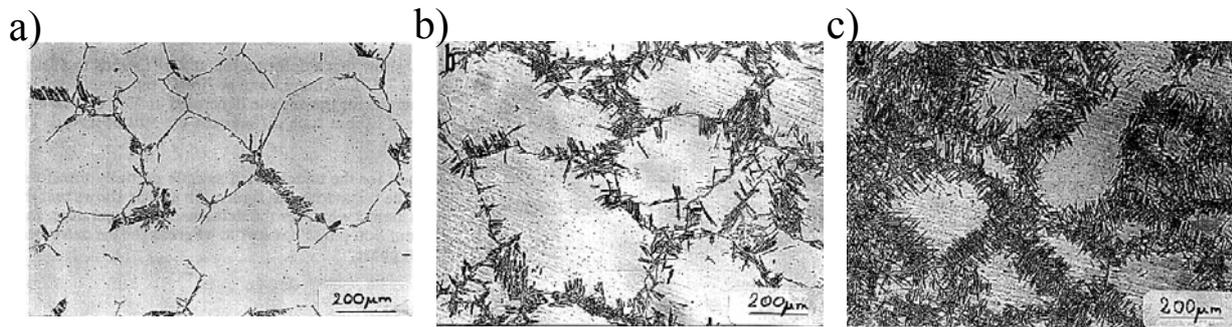


Figure 12 Microstructure de l'alliage β -CeZ après un maintien isotherme de 30 minutes à 790°C. a) sans déformation plastique préalable ; b) et c) déformation de $0,25 \text{ à } 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. b) $T=920^\circ\text{C}$; c) 790°C [76].

Elles montrent clairement que la proportion de joints de grain occupés par la morphologie α_{GB} est plus importante sur l'échantillon déformé et encore davantage pour une déformation à 790°C. Les échantillons déformés comportent plus de plaquettes de morphologie α_{WGB} , leur longueur maximale étant sensiblement la même.

Ces observations ont conduit les auteurs à proposer que l'accélération de la cinétique globale de transformation provient essentiellement d'une augmentation de la vitesse de germination aux joints de grain de la morphologie α_{GB} , tandis que la vitesse de croissance des colonies de plaquettes de morphologie α_{WGB} n'est pas (ou peu) affectée. Le nombre de colonies α_{WGB} par grain est plus important du fait de la plus grande vitesse de germination de α_{GB} . Cet effet a été mesuré en comptant l'évolution du nombre de colonies de α_{WGB} par grain en cours de maintien isotherme à 790°C (Figure 13) qui vaut en fin de transformation 7 et 23 respectivement sans et avec déformation préalable. Pour un maintien isotherme à basse température, la variation relative du nombre de colonies est beaucoup moins importante : elle passe de 11 à 17 au bout de 4 minutes de maintien isotherme à 700°C.

L'accélération de la germination aux joints de grain entraîne une diminution du temps de début de transformation et du coefficient n de la loi de JMA [58]. Le nombre de colonies plus élevé est à l'origine de l'augmentation de la vitesse globale de transformation, puisqu'il y a pour chaque grain un plus grand nombre de fronts de croissance.

Pour une température de transformation de 700°C, la morphologie α_{GB} précipite facilement à 700°C même sans déformation, grâce à la force motrice élevée. C'est pourquoi la déformation ne génère qu'une faible variation relative du nombre de colonies par grains (Figure 13b).

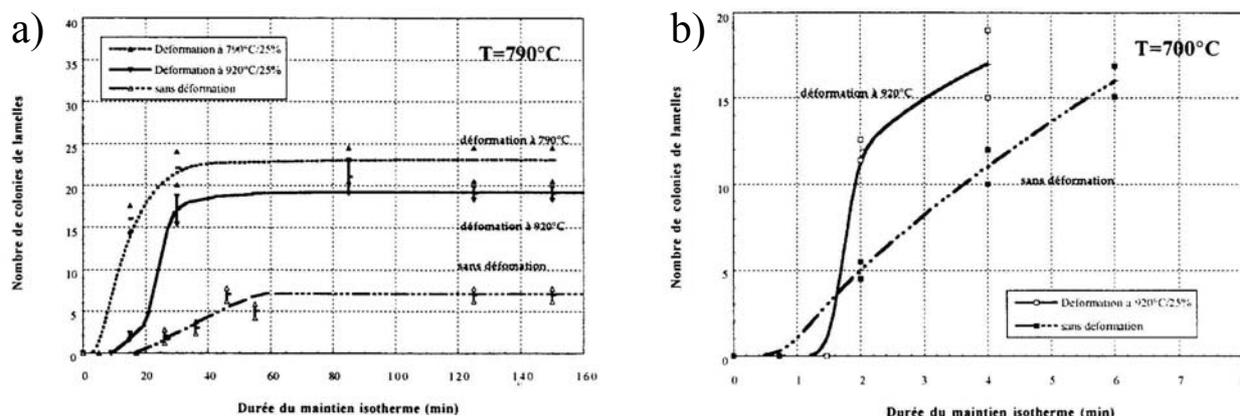


Figure 13 Nombre de colonies de lamelles d' α_{WGB} par grain β en fonction des conditions de déformation [73], au cours d'un maintien isotherme à a) 790°C ; b) 700°C .

L'accélération de la germination aux joints de grain a été observée de manière comparable dans le cas de la transformation perlitique dans les aciers [77]. Dans le cas de la formation de perlite à partir de joints de grain d'austénite dans un acier eutectoïde SKD6 H11, Umemoto et al. [78] ont mis en évidence l'influence prépondérante de la germination accélérée aux joints de grain, par rapport à d'autres effets comme notamment l'augmentation de la densité de sites de germination associée à l'écrasement des grains. Des observations similaires ont été faites dans le cas de la précipitation de ferrite aciculaire [79], de Widmanstätten [80] et bainitique [81] dans des aciers Fe-Mn-Si-C.

Il est intéressant de citer l'étude expérimentale de Davenport et al., qui ont proposé une méthode pour distinguer l'effet géométrique d'écrasement des joints de grain et l'effet d'accélération de la germination [82].

Ces différentes études montrent également que la vitesse de croissance est peu affectée pour ces différents systèmes. Cependant dans le cas des aciers Fe-Mn-Si-C, la croissance de la ferrite aciculaire et celle de la bainite est même ralentie, ralentissement attribué à une stabilisation mécanique de l'austénite [83] et à un caractère displacif du mouvement de l'interface. Dans ces cas, les auteurs expliquent ces observations en considérant que la croissance du précipité met en jeu le déplacement d'interfaces glissiles, entravé par la présence des dislocations issues de la déformation plastique. Le taux de phase final n'atteint même pas la valeur d'équilibre.

Dans toutes ces études, la déformation plastique de la phase mère conduit à la formation de défauts (joints de macles, bandes de déformation, nouveaux joints ou sous-joints de grain) où peut s'effectuer la germination. Ainsi la cinétique de la transformation est fortement dépendante de la quantité de défauts générés au cours de la déformation à chaud. Nous détaillons les évolutions microstructurales au cours de la déformation à chaud dans le paragraphe suivant.

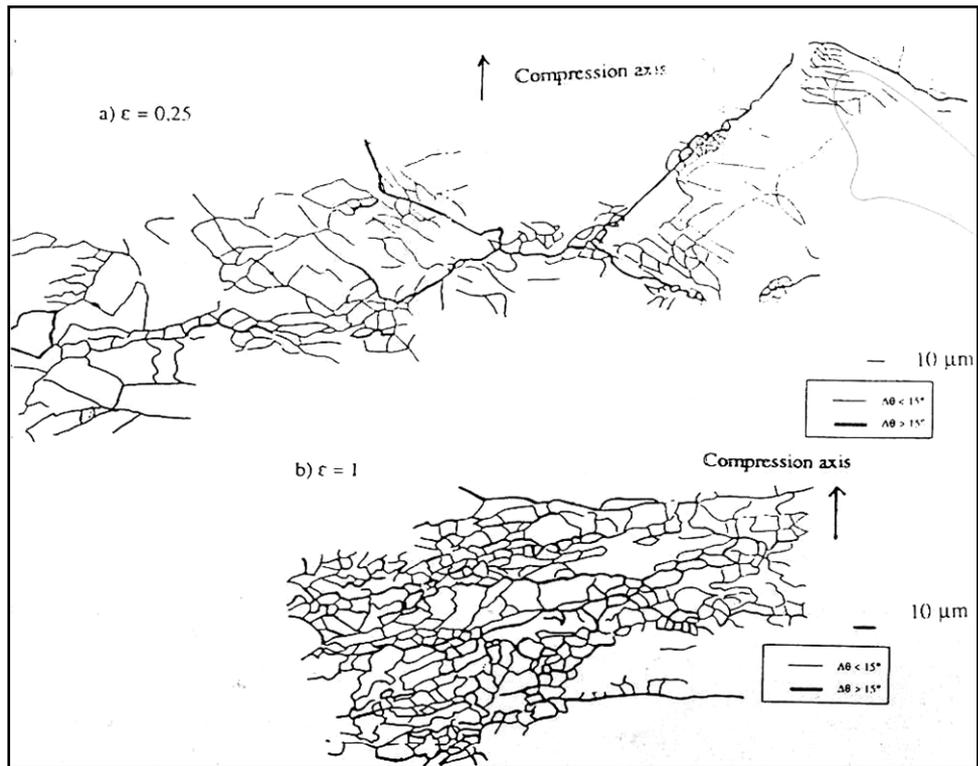


Figure 14 Cartographies de désorientation de la face transverse à $\epsilon=0,25$ et $\epsilon=1$, 10^{-1} s^{-1} , $T_{\text{déf}}=920^\circ\text{C}$ [75].

3.2 Evolution de la microstructure β lors du forgeage et influence sur la précipitation de la phase α

Dans ce paragraphe nous nous concentrons sur les évolutions structurales de la phase β au cours du forgeage, et des conséquences sur la formation de la phase α .

3.2.1 Observations

Des études récentes des structures de déformation ont été obtenues par caractérisations microstructurales EBSD [72],[74],[75] dans le cas de l'alliage β -Cez. Ainsi les auteurs ont montré que dès le début de la déformation (taux inférieur à 0,25), des crystallites ou sous-grains équiaxes se forment à l'intérieur des grains β initiaux. Lorsque le taux de déformation augmente, leur taille reste pratiquement la même si la vitesse de déformation est constante et elle diminue lorsque la vitesse de déformation augmente : le diamètre des cristallites vaut environ $60 \mu\text{m}$ à 10^{-3} s^{-1} et $5 \mu\text{m}$ à 3 s^{-1} , pour une microstructure initiale composée de grains de $130 \mu\text{m}$ de diamètre.

Si la déformation augmente davantage, on observe :

- La recristallisation géométrique : l'écrasement des grains β initiaux augmente la densité de joints de grain initiale. Lorsque deux parois opposées se rejoignent, certains cristallites se retrouvent « entourés » par des joints de grain initiaux et on forme ainsi de nouveaux grains qui ont la taille des cristallites, par séparation des cristallites du grain parent.

- La recristallisation dynamique continue (RDC) ou désorientation progressive des parois séparant les cristallites. On génère ainsi progressivement de nouveaux grains à partir des cristallites initiaux.

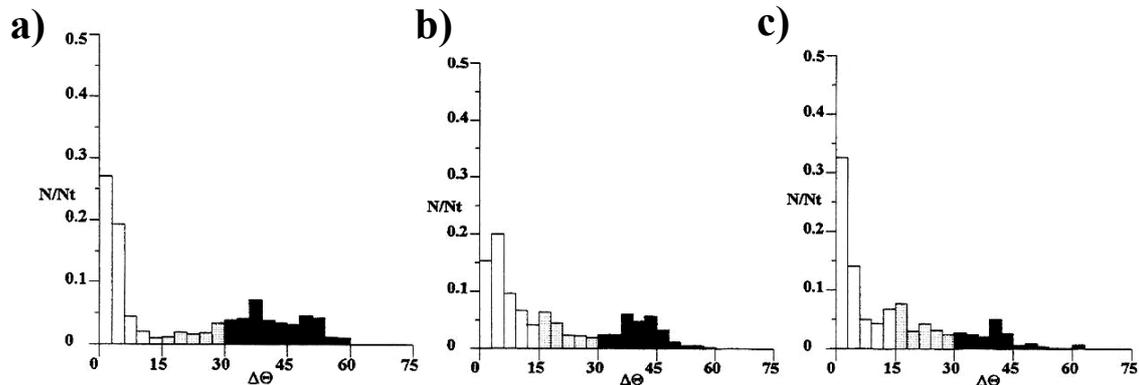


Figure 15 : Distribution des désorientations : $\frac{d\varepsilon}{dt} = 10^{-3} s^{-1}$, $T_d=920^\circ C$, a) $\varepsilon=0,25$; b) $\varepsilon=1$; c) $\varepsilon=1,5$ [72].

On peut représenter schématiquement les joints et les sous-joints sur une carte de désorientation dont un exemple, reproduit en Figure 14, montre qu'au début d'une déformation à $10^{-1} s^{-1}$ (taux de 0,25), la taille des cristallites est encore hétérogène et que certains grains en contiennent moins. Pour un taux de 1, la répartition des cristallites est plus homogène à l'intérieur des grains initiaux écrasés. Des parois de forte désorientation ont commencé à se former préférentiellement près des joints de grain β initiaux, leur donnant un aspect dentelé.

Un histogramme de désorientation permet de représenter la répartition des parois suivant leur angle de désorientation. Pour l'état non déformé, l'histogramme de désorientation comporte majoritairement de fortes désorientations. En Figure 15 sont représentés les histogrammes obtenus pour une vitesse de déformation $\frac{d\varepsilon}{dt}$ de $10^{-2} s^{-1}$ pour des taux de déformation de 0,25

et de 1. Au début de la déformation ($\varepsilon=0,25$), la proportion des sous-joints est la plus importante à cause de la repolygonisation, puis la proportion des fortes désorientations augmente progressivement, par le caractère continu de la RDC. Les classes de désorientations intermédiaires se remplissent et on finit par former des parois de forte désorientation.

Les nouvelles parois fortement désorientées ne commencent à se former qu'à partir d'un taux de déformation de l'ordre de 1, et qui est d'autant plus élevé que la vitesse de déformation est grande. Ces parois se forment préférentiellement près des joints de grain β initiaux, faisant évoluer l'aspect des joints initiaux d'un aspect dentelé à une microstructure en collier.

Des évolutions microstructurales analogues ont été observées dans le cas de l'alliage β Ti-10V-4.5Fe-1.5Al [84], des alliages β -métastables Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al [85], Ti-10V-2Fe-3Al et Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al [86], [87].

D'autres alliages à forte énergie de défaut d'empilement ont fait l'objet d'observations similaires, montrant les mêmes évolutions microstructurales sous l'effet d'une déformation plastique : des alliages d'aluminium [88] et des aciers ferritiques [90].

Dans tous ces alliages, l'ensemble de ces évolutions est également désigné par les termes de recristallisation géométrique pour l'écrasement des grains initiaux et de recristallisation dynamique continue (RDC) pour la génération de nouveaux grains. Cette dernière peut être décrite comme la résultante de 3 phénomènes [89] :

- Le durcissement de l'alliage par la déformation plastique génère de nouvelles dislocations, préférentiellement près des joints de grain où existent des incompatibilités de déformation plastique (Figure 17).

- La restauration dynamique ou repolygonisation est le réarrangement de ces dislocations en parois, donnant la microstructure Figure 14. Les dislocations peuvent être annihilées, créer une nouvelle paroi ou se rajouter à une paroi existante et augmenter sa désorientation (Figure 18). Dans les alliages subissant de la RDC, la restauration est très rapide car leur forte énergie de défaut d'empilement facilite le mouvement des dislocations. Ainsi la densité de dislocations est toujours faible à l'intérieur des cristallites.
- La migration des parois a pour force motrice les différences de densité de dislocations à l'intérieur des cristallites [91]. Les parois mobiles laissent derrière elles une faible densité de dislocation et elles détruisent d'autres parois, diminuant ainsi la densité de parois et de dislocations.

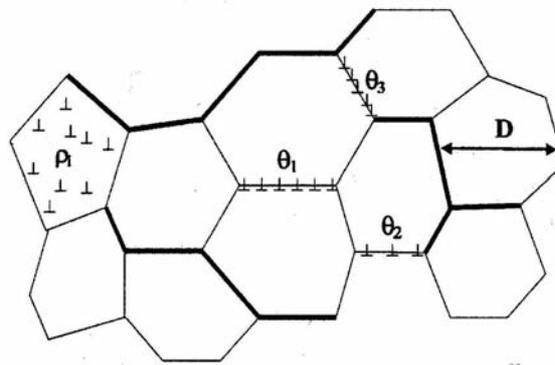


Figure 16 Représentation schématique d'une microstructure de RDC. Les paramètres descriptifs sont la taille des cristallites D , la désorientation des parois θ_i et la densité de dislocations ρ_i [89].

En fonction de l'orientation du grain par rapport à la contrainte macroscopique, la quantité de dislocations générées est plus ou moins importante, ce qui explique les différences de quantités de nouvelles parois observées d'un grain à l'autre au début de la déformation (Figure 14).

La génération préférentielle des dislocations à proximité des joints de grain initiaux explique la plus grande quantité de parois de forte désorientation à cet endroit, qui donne un aspect dentelé aux joints initiaux.

A vitesse de déformation constante, la RDC finit par atteindre un régime stationnaire au cours duquel la génération et la destruction des parois s'effectuent à la même vitesse. La taille des cristallites, la désorientation des parois et la densité de dislocations à l'intérieur des cristallites sont constantes. Sur les courbes de contrainte-déformation, le régime stationnaire se traduit par une contrainte d'écoulement constante.

La RDC est à distinguer de la coalescence des sous-grains et du glissement des grains [90]. Ce mécanisme continu de recristallisation dynamique s'oppose à celui de recristallisation dynamique discontinue (RDD) qui consiste en la germination et la croissance de nouveaux grains dépourvus (au début de leur croissance) de dislocations et qui conduit à une microstructure comportant une distribution de tailles de grain : d'une part les cristallites équiaxes issus de la RDC et d'autre part les grains recristallisés de taille beaucoup plus élevée et aléatoire. La RDD ne peut pas se déclencher à cause de la grande efficacité de la restauration dynamique qui limite la densité de dislocations, et donc sa force motrice. Ainsi, la vitesse de migration des parois en RDC est inférieure de plusieurs ordres de grandeur à celle observée en RDD [89]. Sur une courbe de traction ou de compression, elle se traduirait par des oscillations qui n'ont jamais été observées, que ce soit sur le β -CeZr ou d'autres alliages de titane.

Un modèle de RDC a été proposé [89], permettant notamment de prédire la taille des cristallites lors du régime stationnaire. La modélisation permet également de prédire la distribution des désorientations entre grains β . Cependant, la fonction de répartition obtenue par ce modèle ne dépend pas des conditions de déformation et il faudrait une description plus détaillée. En particulier les proportions des dislocations qui forment de nouvelles parois et de celles qui vont s'ajouter à une paroi existante est mal connue.

La microstructure générée par la déformation est instable et une recristallisation statique peut avoir lieu lors des traitements thermiques appliqués ultérieurement. Ce phénomène n'est observable que pour des taux et des vitesses de déformation élevés.

3.2.2 Effet des évolutions microstructurales sur la cinétique et la morphologie de transformation

Les observations montrent que la phase α peut germer sur les nouvelles parois fortement désorientées (Figure 19). Les sous-joints sont également de nouveaux sites de germination [38], [36]. Les lamelles de phase α peuvent franchir les parois jusqu'à une certaine limite de désorientation car la phase α doit garder sa relation d'orientation avec la matrice.

La génération par la RDC de ces nouvelles parois, même faiblement désorientées, pour de faibles taux de déformation (taux de 0,25) explique l'amplitude de l'accélération de cinétique globale de transformation pour ces conditions de déformation.



Figure 17 Génération de dislocations au niveau des joints de grain dans un alliage TIMETAL LCB déformé à un taux de 0,02, à 1190°C et 10^{-2} s^{-1} [92].

La diminution de la taille des cristallites lorsque la vitesse de déformation augmente génère une augmentation de la densité de sites de germination et explique l'augmentation de la vitesse de transformation avec celle de la déformation plastique préalable.

L'accélération supplémentaire de transformation observée pour des taux de déformation au-delà de 0,25 résulte de la désorientation progressive des parois induite par la RDC. En effet, l'énergie surfacique des sous-joints de grain et donc leur effet accélérateur de la germination est une fonction de leur désorientation, d'après la loi de Read et Shockley [93] qui décrit les sous-joints de grain comme un arrangement de dislocations et qui considère l'énergie surfacique de joint de grain comme l'énergie élastique associée à ces dislocations.

Elle est moins importante que l'accélération initiale, ce qui montre que, pour des taux de déformation supérieurs à 0,25, l'effet prépondérant de la déformation sur la cinétique de transformation de phases reste la création de nouveaux sites de germination.

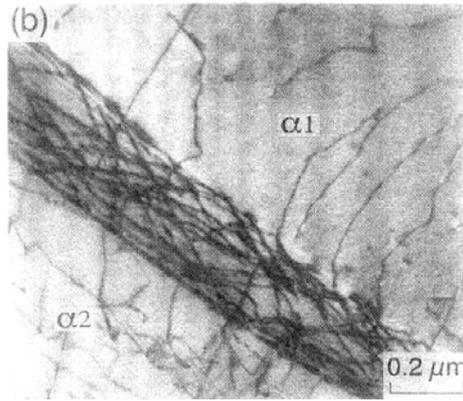


Figure 18 Absorption d'une dislocation à l'intérieur d'un sous-grain α (acier inoxydable) [90].

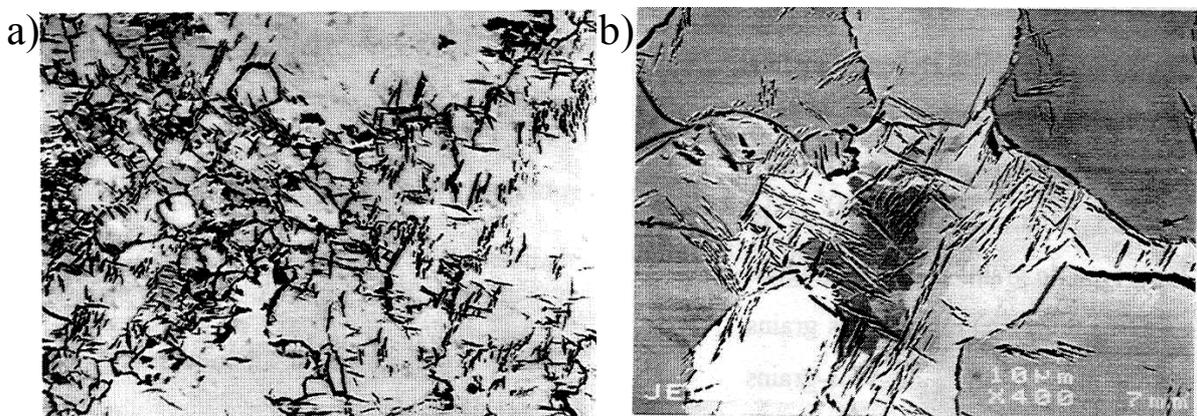


Figure 19 Microstructures après maintien isotherme à 800°C. a) 8 minutes après une déformation de $\epsilon=1,2$ à 920°C, 10^{-1} s^{-1} ; b) 25 minutes après une déformation de $\epsilon=1,2$ à 920°C, $\dot{\epsilon}=3 \text{ s}^{-1}$ [72].

3.3 Prédiction de l'effet d'une déformation plastique

Plusieurs modèles ont été proposés pour prédire l'effet d'une déformation plastique sur la transformation de phase, que ce soit à travers l'évolution de la densité des sites de germination (joints de grain ou dislocations) ou leur efficacité.

3.3.1 Effet géométrique de la déformation

Une compression importante écrase les grains de la phase mère. Si on les représente par des ellipsoïdes dont on augmente le facteur de forme en fonction de la déformation macroscopique on peut prédire quantitativement cet effet géométrique de la déformation. La variation relative de la densité de joints de grain au cours du laminage d'un acier eutectoïde SKD6 H11 a ainsi été calculée [78] en fonction du facteur de réduction du laminage. L'écrasement des grains a également été pris en compte dans [94], [96], [97] et [89]. Dans [94] et [96], il est intégré dans le calcul de [55] en augmentant la valeur de la densité de joints de grain.

3.3.2 Effet du champ élastique généré par les dislocations libres

Les dislocations libres générées par la déformation conduisent à une énergie élastique de volume s'écrivant généralement, pour une distribution uniforme de dislocations libres et de cellules de dislocations (ou sous-grains) [96] :

$$\Delta G_{def} = \frac{1}{2} \rho \mu b^2 + 3 \frac{\sigma}{\delta} \quad (14)$$

Avec ΔG_{def} l'énergie élastique spécifique stockée par la sous structure de dislocations, ρ leur densité, μ le module de cisaillement de la matrice, b le module du vecteur de Burgers, σ l'énergie surfacique des sous-joints et δ le diamètre des sous-grains.

L'énergie libre de la phase mère est augmentée de cette valeur. Ainsi la force motrice est plus élevée dans le cas d'une structure déformée. C'est pourquoi il faut corriger le calcul de la barrière de germination [94] [95] [96] et de la vitesse de croissance [94].

3.3.3 Génération de nouveaux défauts cristallins

Umemoto [78] a également pris en compte la germination de la perlite sur des bandes de déformation à l'intérieur des grains en s'appuyant sur des mesures expérimentales, en augmentant la densité de joints de grain. Pour la germination de la ferrite, Lacroix et al. [97] ont tenu compte d'autres défauts cristallins issus de la déformation, tels que des joints de macles ou encore des bandes de déformation.

L'augmentation de l'efficacité des sites plans a été prise en compte en considérant des marches induisant une diminution du facteur de forme et donc de la barrière de germination [94].

Lorsque les dislocations sont des sites de germination, la densité de sites de germination est directement corrélée à la densité de nœuds où se croisent les dislocations [69]. Leur présence accélère par ailleurs la diffusion [69] tant pour les étapes de germination, croissance, ou coalescence des précipités et elles accélèrent la vitesse de germination [98].

3.4 Conclusion

Les études expérimentales effectuées sur l'alliage β -Cez et également sur d'autres systèmes ont permis de montrer qu'une déformation plastique préalable dans le domaine β entraîne une germination plus rapide de la phase α aux joints de grain tandis que la germination intragranulaire et la croissance des germes (quelle que soit leur morphologie) sont peu affectées. Cette accélération de la germination aux joints de grain est due aux modifications structurales qui ont lieu lors de la déformation plastique de la phase β . Le mécanisme de Recristallisation Dynamique Continue génère de nouveaux grains et de nouveaux joints de grain qui représentent de nouveaux sites de germination hétérogène pour la phase α . Ces nouvelles parois se désorientent progressivement en absorbant les dislocations issues de la déformation, ce qui augmente leur efficacité en tant que nouveaux sites de germination. La prédiction de l'effet d'une déformation a déjà fait l'objet de plusieurs études, notamment sur les aciers. A ce jour, aucune étude n'a été faite sur l'influence d'une déformation plastique dans le cas d'un alliage de titane. Néanmoins, il faut citer deux études d'Umemoto et al. [94], [78] dans l'acier, sur une déformation dans le domaine austénitique suivie d'un refroidissement. Ce système présente de nombreuses analogies avec notre alliage et tous les effets de la déformation plastique ont été identifiés expérimentalement et une modélisation de ces effets a été proposée.

Conclusion

Bien que les évolutions microstructurales en cours de traitement thermomécanique aient été peu étudiées dans l'alliage Ti17, de nombreux travaux ont été réalisés sur d'autres alliages similaires : les différentes morphologies de phase α ont été définies à partir d'observations microstructurales. Leur cinétique de précipitation a été mesurée au cours de traitements isothermes et de refroidissements continus (tracé des diagrammes TTT et TRC). La microstructure a été caractérisée à plus petite échelle afin de commencer à établir par quels mécanismes apparaissent ces différentes morphologies, mais de nombreuses incertitudes demeurent à ce jour concernant ces mécanismes.

Deux approches ont été utilisées pour prédire la cinétique de transformation de phase. La première approche permet de calculer le taux de phase α moyen à l'aide de lois globales de JMA. La deuxième approche repose sur le calcul explicite de la germination et de la croissance des précipités et elle permet de connaître leur taille individuelle. Ces deux approches ont été appliquées sur l'alliage β -Cez et ont permis de simuler de manière concluante les cinétiques de transformation.

Ces transformations de phase sont fortement influencées par l'application d'une déformation plastique dans le domaine β , comme l'ont montré deux études expérimentales sur l'alliage β -Cez. De nouveaux joints et sous-joints de grain sont générés au cours de la déformation plastique et de plus, la germination hétérogène de la phase α sur ces sites est accélérée. Des effets similaires ont été observés sur d'autres alliages, notamment l'acier et des modèles ont été proposés pour en tenir compte de manière quantitative. D'après ces travaux, cette prise en compte nécessite le calcul de la germination et de la croissance de la nouvelle phase.

Donc les évolutions microstructurales précises dans l'alliage Ti17 en cours de traitement thermique restent à établir et à comparer aux résultats sur des alliages similaires. Vraisemblablement, nous pourrions appliquer à cet alliage les deux démarches prédictives des microstructures qui ont déjà été utilisées pour l'alliage β -Cez. Aucune démarche prédictive tenant compte des couplages entre la thermique et la métallurgie, lors du refroidissement d'une pièce massive n'existe à ce jour pour ces alliages. Enfin, l'effet d'une prédéformation plastique sur la transformation de phase n'a pas été modélisé.

II Matériau, traitements thermiques et techniques d'étude

Pour caractériser la microstructure et mesurer la cinétique du changement de phase au cours des traitements thermiques dans l'alliage Ti17, nous utilisons les techniques expérimentales et les procédures qui avaient été définies lors d'études précédentes, en les adaptant, si nécessaire, à notre travail.

Après avoir présenté le matériau étudié, nous décrivons les traitements thermiques que nous avons imposés puis nous précisons comment nous caractérisons la microstructure au cours et en fin de ces traitements.

1 Matériau d'approvisionnement et prélèvement des échantillons destinés aux traitements thermiques

Nous avons étudié l'alliage β -métastable Ti17. Le matériau étudié provient du lot DL071063 issu de la coulée 580773A, fourni par TIMET Savoie, qui a déterminé la composition chimique pondérale de la billette (Tableau 1) en tête et en pied de lingot, révélant ainsi de faibles hétérogénéités chimiques. L'état de réception du matériau comporte les deux phases α et β .

	Al	Cr	Mo	Sn	Zr	O ₂ (ppm)
Tête	5,03	3,99	4,03	1,99	1,97	1225
Pied	5,01	4,13	3,90	2,05	2,01	1205

Tableau 1 Composition chimique pondérale (%) du lot DL071063. O₂ : mesure en ppm.

Deux tailles différentes d'échantillons cylindriques y ont été prélevées par électroérosion, de 30 et 120 mm de long pour respectivement 3 et 40 mm de diamètre. Les petits cylindres (3 x 30 mm) ont ensuite été ramenés par usinage à un diamètre de 2,7 mm, afin d'éliminer les hétérogénéités de surface dues au procédé d'électroérosion.

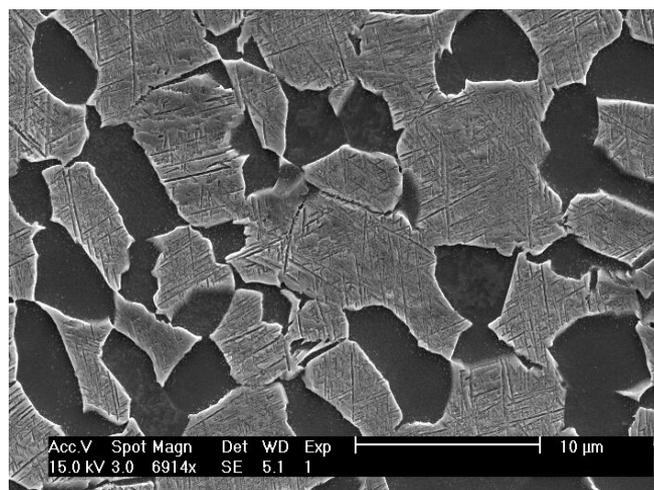


Figure 20 Microstructure de l'état de livraison. MEB, électrons secondaires. La phase α apparaît en sombre.

La billette a subi le traitement thermique décrit Figure 3. Le traitement à 800°C a duré 4 heures, suivi d'une trempe eau et le traitement à 615°C a duré 8 heures, suivi d'une trempe air. La microstructure obtenue est bimodale (voir §1.2 et Figure 20). Les grains α équiaxes (en noir) ont une taille moyenne de 5 μm et sont situés aux joints de grain β d'une taille de 8 à 10 μm . Ceux-ci contiennent de fines aiguilles de phase α , denses et enchevêtrées (en noir), dont la quantité et la taille ne sont pas homogènes à l'échelle de la billette en raison des différences de vitesse de refroidissement au cours du traitement thermomécanique. C'est pourquoi certains échantillons de l'état de livraison étaient dépourvus de phase α aiguillée observable en microscopie optique. Nous n'avons pas fait d'étude systématique de taux de phase pour voir si ces aiguilles étaient observables à plus fort grossissement en MEB.

2 Traitements thermiques effectués sur les échantillons : dispositif expérimental, description des traitements et suivi in-situ de la cinétique de transformation

Plusieurs études expérimentales ont été réalisées sur des alliages similaires à l'alliage Ti17. Nous avons utilisé les paramètres de traitement thermique ainsi que les techniques de suivi de la cinétique de transformation qui avaient été utilisés lors de ces travaux. Ainsi, nous pouvons plus facilement comparer nos résultats expérimentaux à ces études antérieures.

2.1 Dispositif expérimental

De petits échantillons cylindriques (diamètre 3 mm, hauteur 30 mm) ont été traités thermiquement sur le Dilatomètre à Cycle Rapide (DCR) mis au point au LSG2M, qui permet des vitesses de chauffage contrôlées jusqu'à $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ grâce à un four à rayonnement (4 lampes halogènes disposées autour de l'échantillon) dont la puissance est régulée par un calculateur paramétré par trois coefficients Proportionnel Intégrale Dérivée (PID), de manière à respecter une température de consigne. La température de nos échantillons en Ti17 est mesurée à l'aide d'un thermocouple S (Pt, Pt-Rh10%, température d'utilisation entre 0 et 1600°C) soudé en surface à mi-hauteur de l'échantillon. Le refroidissement peut être assuré en diminuant la puissance des lampes. Des buses de projection de gaz de refroidissement (air, hélium ou argon) disposées à moins de 2 cm de l'échantillon permettent un refroidissement plus rapide, régulé en température ou non dans le cas d'une trempe. Les essais sont menés sous un vide secondaire de 10^{-5} à 10^{-4} mbar; l'oxydation de la surface de l'échantillon est ainsi limitée à une profondeur inférieure à 50 μm . Les variations de longueur de l'échantillon sont enregistrées en continu ainsi que les variations de tension à ses bornes.

2.2 Traitements thermiques de maintien isotherme et de refroidissement continu pour l'étude de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$

Nous avons cherché lors de nos traitements thermiques à minimiser l'oxydation de la surface des échantillons en travaillant sous vide secondaire et en purgeant au préalable notre enceinte. Nos paramètres de traitement thermique sont analogues à ceux d'E. Laude pour son étude sur l'alliage β -Cez. Ainsi, nous pourrions plus facilement comparer les mesures pour ces deux alliages. Pour améliorer les mesures de résistivité, nous avons augmenté l'amplification du signal électrique.

2.2.1 Traitement thermique préalable

Tous les traitements sont précédés :

- d'un maintien isotherme d'une heure à 400°C afin de désorber les gaz, notamment l'oxygène à la surface de l'échantillon et de l'enceinte du four,

- d'une mise en solution à 920°C dans le domaine β , pendant 30 minutes, précédée d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à partir du palier à 400°C.

2.2.2 Maintien isotherme

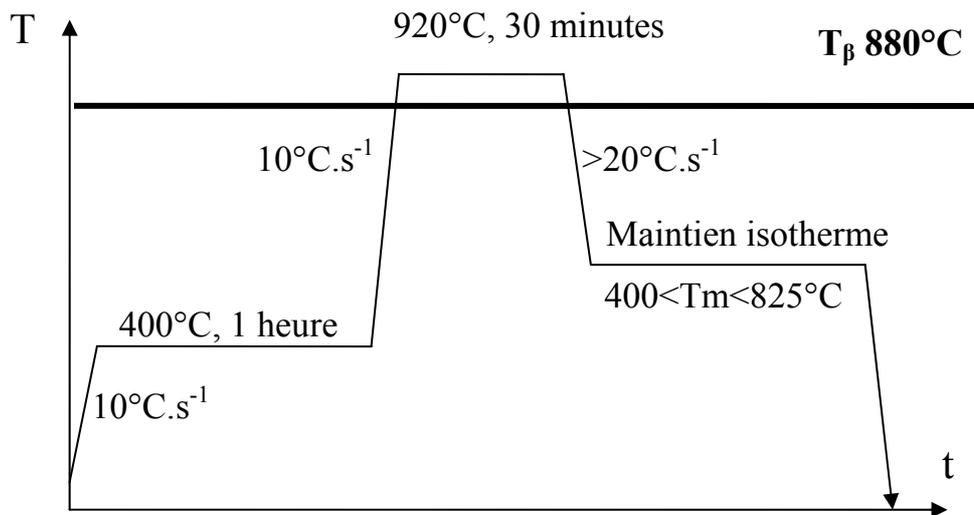


Figure 21 Cycle thermique de traitement de maintien isotherme : température en fonction du temps.

Les températures de maintien isotherme sont comprises entre 400 et 825°C. Le refroidissement intermédiaire entre la mise en solution à 920°C et le maintien isotherme doit être le plus rapide possible, pour que la microstructure soit toujours la phase β métastable seule, en début de maintien isotherme. Pour des températures de maintien supérieures ou égales à 750°C, le refroidissement est obtenu par extinction des lampes, donnant une vitesse de refroidissement de $8^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Pour atteindre rapidement les températures inférieures à 750°C, un soufflage d'hélium est nécessaire, assurant une durée de refroidissement inférieure à 10s, soit une vitesse de refroidissement minimale de $20^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Bien que plus efficace, ce soufflage présente l'inconvénient de rompre le vide qu'il faut ensuite rétablir et conduit à une régulation plus délicate du maintien en température dans les premiers instants (Figure 22). Ainsi on peut voir une mise en palier à 700°C qui se fait relativement sans oscillations importantes alors qu'à 650°C, des variations de température peuvent être mesurées dans les premiers instants. Ces dernières peuvent jouer sur la détermination du temps de début de transformation notamment.

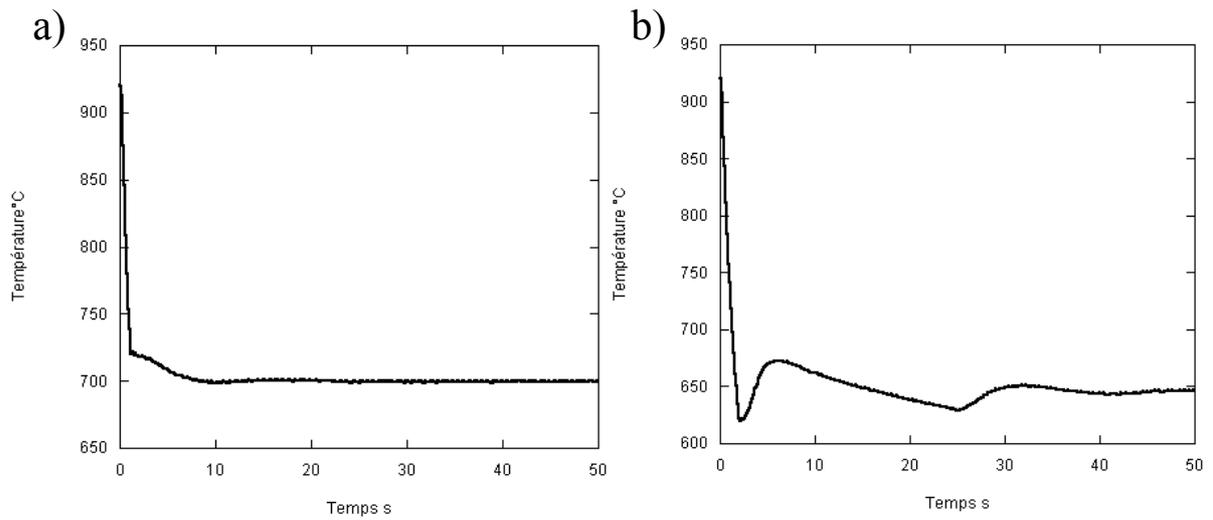


Figure 22 Température mesurée en fonction du temps au début d'un traitement de maintien isotherme à a) 700°C et b) 650°C.

2.2.3 Refroidissement continu

Nous avons effectué deux types de refroidissements continus. A l'issue de la mise en solution, nous avons :

- refroidi de 920 à 400°C à vitesse réglée constante, comprise entre $0,02$ et $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, puis trempé à l'hélium gazeux.
- Eteint les lampes et laissé refroidir l'échantillon, dans l'air ou dans le vide.

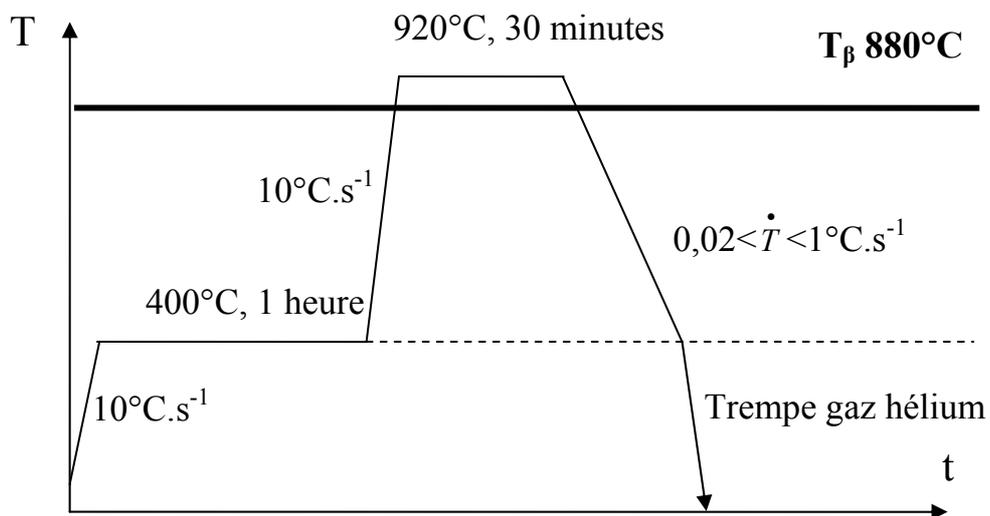


Figure 23 Cycle thermique de refroidissement continu. Température en fonction du temps.

2.3 Suivi in-situ de l'évolution du taux de phases par mesure de résistivité électrique.

Nous avons utilisé la méthode des 4 points pour mesurer la résistivité de l'échantillon : dans celui-ci circule un courant continu de 1 A amené par deux fils de platine pur de 0,4 mm de diamètre soudés par point à ses deux extrémités. La différence de potentiel est mesurée en continu à l'aide de deux fils de platine pur de 0,2 mm de diamètre, espacés d'environ 20 mm, et soudés entre les fils d'amenée de courant. La tension mesurée vaut alors environ 5 mV. Pour améliorer la précision de mesure, nous l'avons amplifiée à l'aide d'un gain analogique puis convertie en un signal numérique à l'aide d'une carte d'acquisition.

2.3.1 Conditions isothermes

Si on suppose que la résistivité de chaque phase ne dépend que de la température et que celle de l'alliage suit une loi de mélange alors on peut calculer le taux de phase selon la démarche suivante :

Au début de la transformation, la résistivité de l'alliage est celle de la phase β métastable à la température de maintien isotherme :

$$\rho(t_d) = \rho_\beta(T) \quad (15)$$

Avec ρ la résistivité de l'alliage et ρ_β la résistivité de la phase β .

Lorsque la transformation a commencé, nous appliquons la loi de mélange :

$$\rho = z\rho_\alpha(T) + (1-z)\rho_\beta(T) \quad (16)$$

Avec z la fraction volumique de phase α et ρ_α sa résistivité.

En fin de transformation :

$$\rho_{fin} = z_{fin}\rho_\alpha(T) + (1-z_{fin})\rho_\beta(T) \quad (17)$$

Avec z_{fin} et ρ_{fin} la fraction volumique de phase α et la résistivité de l'alliage en fin de transformation.

Donc :

$$\frac{z}{z_{fin}} = \frac{\rho(t) - \rho(t_d)}{\rho_{fin} - \rho(t_d)} \quad (18)$$

On fait passer dans l'échantillon un courant continu de 1 A :

$$U = RI \quad (19)$$

Avec U la tension aux bornes de l'échantillon, R sa résistance et I l'intensité du courant électrique

Comme l'intensité est constante :

$$\frac{\Delta U}{U(td)} = \frac{\Delta R}{R(td)} \quad (20)$$

Comme

$$R = \frac{\rho L}{S} \quad (21)$$

Avec L et S la longueur et la section de l'échantillon,

$$\frac{\Delta R}{R(t_d)} = \frac{\Delta \rho}{\rho(t_d)} + \frac{\Delta L}{L(t_d)} - \frac{\Delta S}{S(t_d)} \quad (22)$$

Comme on est en conditions isothermes, il n'y a pas de variation géométrique associée à de la dilatation.

Par ailleurs, on sait que les déformations de transformation sont négligeables dans les alliages de titane.

Si on néglige en plus les défauts (lacunes, dislocations, joints de grain) et l'influence de la composition chimique²,

$$\frac{\Delta U}{U(t_d)} = \frac{\Delta \rho}{\rho(t_d)} \quad (23)$$

On a finalement :

$$\frac{z}{z_{fin}} = \frac{U(t) - U(t_d)}{U_{fin} - U(t_d)} \quad (24)$$

Le rapport de la variation de résistivité sur sa variation finale est égal au rapport du taux de phases sur le taux de phases en fin de transformation.

Au cours d'un maintien isotherme, la tension électrique a l'allure présentée en Figure 24, sur laquelle est également schématisée la méthode de dépouillement. Le paramètre le plus incertain est le temps de début, difficile à déterminer à cause des oscillations de température en début de traitement (Figure 25).

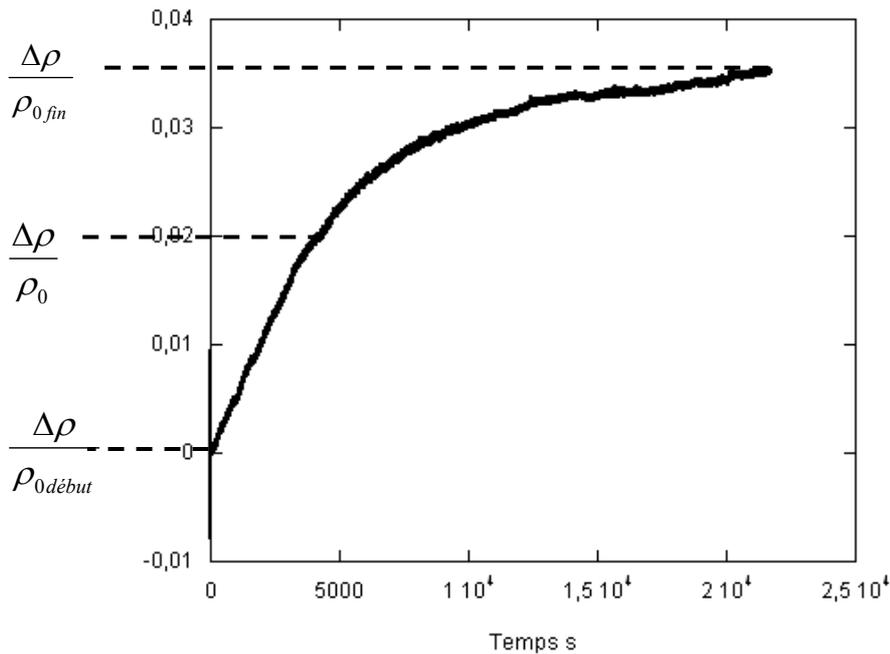


Figure 24 Variation relative de résistivité en fonction du temps (temps initial : la fin de mise en solution), au cours d'un maintien isotherme à 800°C.

² Cependant ces effets ne sont pas négligeables. Par exemple, la résistivité électrique augmente pendant toute la durée du traitement de mise en solution à 920°C. Comme la dissolution de la phase α est achevée avant la fin de ce traitement, il faut attribuer ces variations à la croissance des grains β (qui diminue la densité de joints de grain) et aux variations de composition chimique à l'intérieur de la phase β (homogénéisation chimique). L'effet de migration des parois peut être négligé en raison des températures plus basses de nos maintiens isothermes.

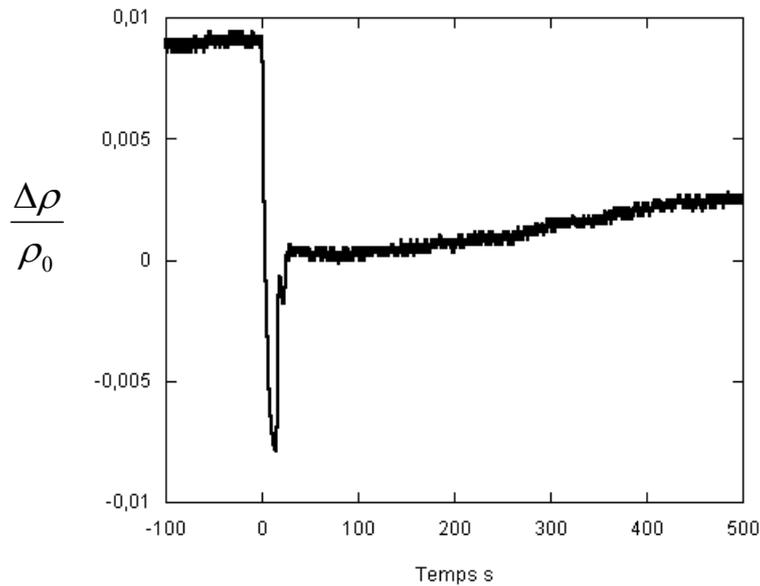


Figure 25 Variation relative de résistivité en fonction du temps au début d'un traitement de maintien isotherme à 800°C.

2.3.2 Conditions anisothermes

Dans le cas d'un refroidissement continu, il est moins simple de déduire le taux de phase de la résistivité électrique car celle-ci dépend de la température. En fonction de la vitesse de refroidissement, nous avons noté deux possibilités d'évolution de la variation relative de résistivité au cours du traitement (Figure 26) :

- (i) Si la vitesse de refroidissement est inférieure ou égale à $0,75^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la variation relative de résistivité présente des variations similaires à ce que nous avons représenté à $0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. A partir de 920°C , les variations sont d'abord sensiblement linéaires, puis l'augmentation de résistivité s'accélère lorsque apparaît la phase α . La courbe présente ensuite une saturation associée à la stabilisation du taux de phase α à sa valeur d'équilibre.
- (ii) Pour une vitesse de refroidissement de $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la courbe ne sature jamais. Cette évolution pourrait provenir du fait qu'à cette vitesse de refroidissement, la phase α n'a pas le temps d'atteindre son taux d'équilibre. Il reste donc une grande quantité de phase β métastable. Or, l'évolution de la résistivité de cette phase est mal définie à basse température. Certaines études mentionnent le comportement négatif de la résistivité (elle augmente lorsque la température diminue) et d'autres travaux avancent l'influence de la précipitation de phase ω lors de tels traitements. Pour cette vitesse de refroidissement, nous avons choisi de ne pas mesurer l'avancement de la transformation par résistivimétrie.

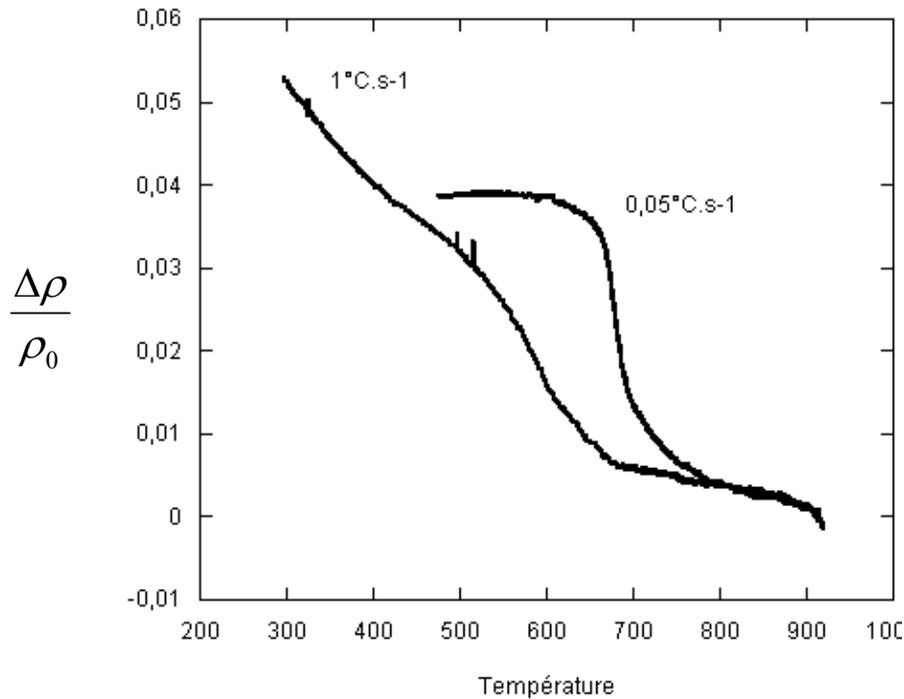


Figure 26 Variation relative de résistivité en fonction de la température au cours d'un refroidissement continu à $0,05^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ et 1°C.s^{-1} .

Nous avons suivi la démarche proposée en [14] pour déduire l'évolution du taux de phase à partir de la courbe de résistivité. Prenons l'exemple d'un refroidissement continu à $0,05^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ (Figure 27).

- (i) La variation relative de résistivité est linéaire entre 920 et 800°C. Il s'agit des variations associées à la phase β seule, que nous avons extrapolé linéairement jusqu'à l'ambiante. Nous obtenons la fonction $d\rho/\rho_{0\beta}$.
- (ii) En dessous de 600°C, nous mesurons les variations relatives associées au mélange $\alpha + \beta$ avec le taux de phase α mesuré en fin de refroidissement, z_{fin} (par RX). Après avoir envisagé plusieurs fonctions pour extrapoler ce domaine de la courbe, nous avons montré que le choix de cette fonction a des conséquences négligeables sur le calcul du taux de phase (Annexe II). Nous avons retenu la solution du polynôme de second degré, de même que dans [14]. Nous obtenons la fonction $d\rho/\rho_{0(\alpha+\beta)}$.

Soit $d\rho/\rho_0$ la variation relative de résistivité à un instant de la transformation. Le taux de phase α s'évalue par la relation :

$$\frac{z}{z_{\text{fin}}} = \frac{\frac{d\rho}{\rho_0} - \frac{d\rho}{\rho_{0\beta}}}{\frac{d\rho}{\rho_{0(\alpha+\beta)}} - \frac{d\rho}{\rho_{0\beta}}}$$

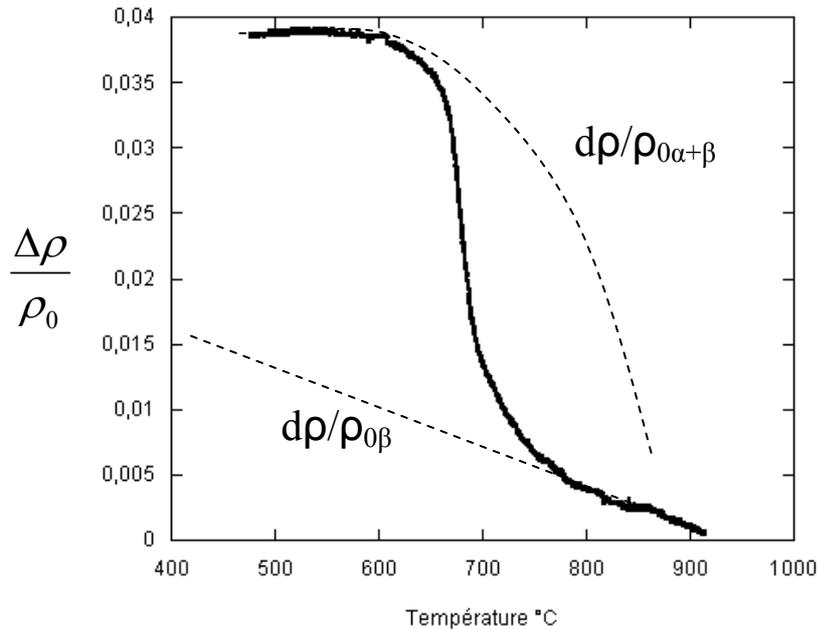


Figure 27 Variation relative de résistivité lors d'un refroidissement continu à $0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

3 Caractérisations microstructurales

Pour caractériser les microstructures, nous avons utilisé les techniques classiques pour ce type d'alliages. Nous répertorions les références des différents matériels que nous avons utilisés. Il est à noter que concernant la diffraction des rayons X, nous comparerons souvent nos mesures aux résultats de F. Bruneseaux, obtenus très récemment en rayonnement synchrotron.

3.1 Préparation des échantillons

Après traitement thermique, les échantillons ont été tronçonnés. (Tronçonneuse LABOTOM-3 de STRUERS, à 2960 rpm). Le polissage a été effectué sur papier abrasif jusqu'au grade 4000 (1 min par papier, polisseuse LABOPOL-5) et enfin à l'OPS de granulométrie $1\ \mu\text{m}$.

3.2 Observations métallographiques et analyse d'images

Le réactif d'attaque utilisé est le 15 – 15, composé de 15% d' H_2O_2 , 15% d' HF et 70% d' H_2O . Les observations en microscopie optique ont été réalisées sur un Polyvar Met REICHERT – JUNG et un Axioplan 2 Imaging ZEISS et les observations en microscopie électronique à balayage, sur un microscope électronique à balayage XL30S FEG PHILIPS, en électrons secondaires (SE) ou rétrodiffusés (BSE).

Le logiciel Aphelion a été utilisé pour effectuer des mesures de taux de phases par seuillage d'observations en BSE de contrastes de composition chimique des phases.

3.3 Diffraction des rayons X

Le taux de phases a également été déterminé par diffraction des rayons X. Les spectres de diffraction des rayons X ont été obtenus à l'aide d'un diffractomètre 4 cercles équipé d'une platine SIEMENS de type F. Nous avons utilisé un détecteur linéaire ELPHYSE ouvert sur 10° . Les spectres de diffraction ont été obtenus dans les conditions suivantes : anode de cobalt ($\lambda=1.78897 \text{ \AA}$), 35 kV, 20 mA ou une anode de cuivre ($\lambda=1.54184 \text{ \AA}$), 40 kV, 25 mA. Les pics de diffraction des phases α et β ont été analysés pour des intervalles 2θ de $[35^\circ, 110^\circ]$ et $[30^\circ, 145^\circ]$ respectivement. Pour chaque analyse, 15 balayages θ - 2θ ont été effectués avec χ variant entre 0 et 45° . Les taux de chaque phase ont été supposés proportionnels à l'aire comprise sous les pics associés. Certains diffractogrammes ont été dépouillés avec la méthode de Rietveld [99]. Les déterminations de taux de phases sont à considérer avec une incertitude de 2% environ, à cause d'un effet de gros grains et de texture de la phase β .

4 Dilatométrie

Les essais ont été réalisés sur le Dilatomètre à Cycle Rapide (DCR) et sur un dilatomètre NETZSCH de modèle DIL 402 C. Les essais ont été faits respectivement sous vide secondaire et sous balayage d'argon.

Conclusion

Bien que les techniques que nous utilisons aient déjà été éprouvées lors de travaux antérieurs, nous avons attaché une importance particulière à la précision de nos mesures par différents moyens : nous avons veillé à limiter l'oxydation de nos échantillons en cours de traitement thermique, nous avons augmenté la précision de notre signal de résistivité. Par ailleurs, pour mesurer le taux de phase α , nous avons utilisé plusieurs techniques différentes (résistivimétrie, diffraction des rayons X, rayonnement synchrotron). La confrontation des résultats issus de ces différentes techniques nous permettra d'estimer la précision de nos mesures.

III Résultats expérimentaux

Nous allons présenter dans ce chapitre les évolutions microstructurales associées à la précipitation de la phase α dans l'alliage Ti17, au cours de traitements thermiques faisant suite à une mise en solution dans le domaine β .

Bien que J. Béchet et B. Hocheid [17] aient déjà proposé une première étude expérimentale sur cet alliage, un travail approfondi s'avère nécessaire, en raison de l'utilisation industrielle de plus en plus large du Ti17 qui justifie une connaissance précise, issue de l'expérience, de ses évolutions microstructurales en cours de traitement thermique.

Par ailleurs notre travail de conception de modèles et d'outils de calcul métallurgiques, qui fera l'objet des chapitres 4 et 5, nécessite cette étude préalable. Nous nous appuyerons en effet sur nos observations pour poser les hypothèses de nos modèles. Certaines de nos mesures nous permettront d'en déduire les données d'entrée tandis que d'autres nous serviront à valider les prévisions de cinétiques de transformation que nous aurons obtenues en utilisant nos outils numériques.

Bien que de nombreuses données soient déjà disponibles pour l'alliage β -Cez qui a une composition chimique et donc des évolutions microstructurales très proches de l'alliage Ti17, nous ne pourrions pas les utiliser en raison de la précision que nous rechercherons lors de nos calculs. En effet, les écarts d'évolutions microstructurales entre ces deux alliages sont non négligeables. Cependant ces études antérieures sur cet alliage nous guideront au cours de notre travail expérimental.

Après avoir présenté les données d'équilibre de l'alliage Ti17, nous aborderons la cinétique des évolutions microstructurales au cours de traitements isothermes, puis anisothermes contrôlés.

1 Détermination des données d'équilibre de l'alliage de titane Ti17

Les données d'équilibre de l'alliage Ti17 dont nous avons besoin pour nos modèles sont présentées. Elles vont nous aider à analyser les mesures de cinétique de transformation ainsi que les observations microstructurales. Ces données d'équilibre sont la température de transus et, en fonction de la température, le taux de phase α d'équilibre et la composition chimique d'équilibre des phases α et β . Nous en déduisons une description de l'équilibre thermodynamique entre les phases α et β .

1.1 Température de transus

La méthode la plus fiable pour cette mesure repose sur l'observation métallographique. Bien que le fournisseur de l'alliage, TIMET Savoie, ait procédé ainsi, nous avons également effectué cette mesure par dilatométrie et par résistivimétrie, à titre de validation de la mesure de TIMET Savoie et également pour éprouver ces deux autres méthodes du suivi de la transformation de phase.

1.1.1 Dilatométrie

En raison de la très faible variation de volume associée à la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ du titane pur, il est généralement difficile de suivre les cinétiques de changement de phase par thermodilatométrie. Cependant, les essais réalisés sur notre matériau ont montré que la transformation $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ s'accompagne d'une diminution de longueur qu'on a mesurée en dilatométrie, sur deux échantillons ayant la microstructure de livraison (§II1). Les essais réalisés à l'aide d'un dilatomètre NETZSCH (§II4) correspondent aux deux cycles thermiques suivants :

- (1) de 20°C à 700°C : chauffage à 5°C.min⁻¹ (0,0833°C.s⁻¹)
- (2) de 700°C à 1000°C : chauffage à 0,1 ou 0,4°C.min⁻¹ (1,67 10⁻³ ou 6,67 10⁻³ °C.s⁻¹)
- (3) de 1000°C à 20°C : refroidissement à -10°C.min⁻¹ (ou -0,167°C.s⁻¹)

On peut séparer trois domaines de température :

- (i) Au chauffage de la température ambiante jusqu'à 750°C environ, la variation de longueur est proportionnelle à la variation de température.
- (ii) Entre 800 et 1000°C on observe une contraction des deux échantillons. Cette différence de comportement lors de la dissolution de la phase α est interprétée en Annexe I. La variation de température redevient linéaire, pour les vitesses de chauffage de 0,1 et 0,4°C.min⁻¹, à respectivement 907 et 925°C.
- (iii) Au refroidissement à partir de 1000°C, la variation de la longueur est pratiquement proportionnelle à la variation de température, mais on note une légère variation de pente à une température d'environ 600°C.

Les domaines linéaires caractérisent la simple dilatation thermique des phases et les écarts à la linéarité ont pour origine les variations de la proportion des phases et de leur composition chimique.

Ainsi, le domaine (i) correspond à la dilatation thermique de la microstructure de livraison, le (ii) à la dissolution de la phase α et l'homogénéisation chimique de la phase β , qui s'achèvent lorsque la courbe redevient linéaire. Au refroidissement (iii), la précipitation de la phase α se traduit par une faible variation du coefficient de dilatation apparent à 600°C.

Nous avons déduit de ces mesures le coefficient de dilatation des phases α et β de l'alliage Ti17, en Annexe I, dans laquelle nous avons ajouté une analyse plus détaillée de ces courbes de dilatométrie.

Pour la vitesse la plus lente de $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, le transus "dynamique" du Ti17 vaut 907°C^3 .

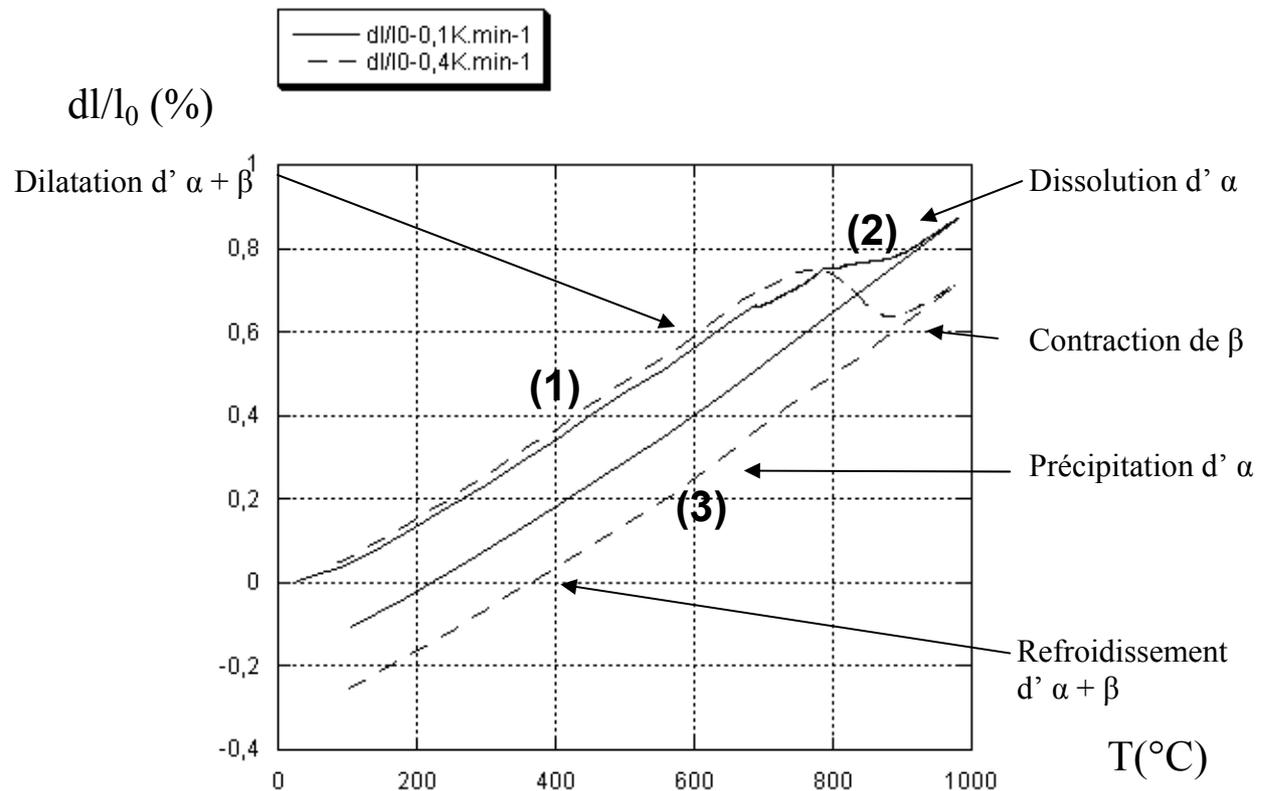


Figure 28 Variation relative de longueur en fonction de la température, pour deux échantillons ayant initialement la microstructure de livraison.

1.1.2 Résistivimétrie

Des essais pour la mesure du transus ont également été réalisés en utilisant la technique de résistivimétrie.

Le cycle thermique décrit dans le paragraphe précédent a été appliqué à l'aide du DCR (§II2.1), avec une vitesse de chauffage de $0,4^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ entre 700 et 1000°C . Nous avons mesuré pendant l'essai la tension électrique aux bornes de l'échantillon qui est proportionnelle à sa résistivité.

³ Cependant, nous avons précisé en Annexe que la mesure de température doit être rectifiée, ce qui conduirait à une température de transus de 880°C .

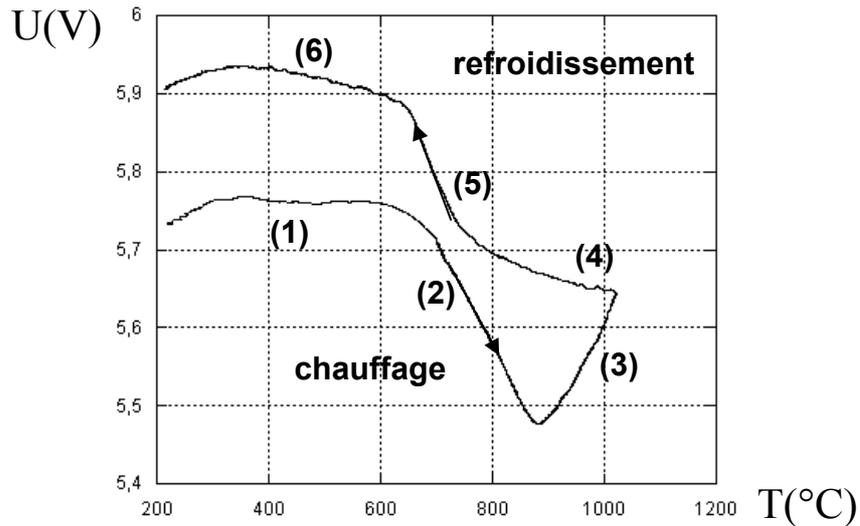


Figure 29 Tension électrique aux bornes d'un échantillon ayant initialement la microstructure de livraison, en fonction de la température.

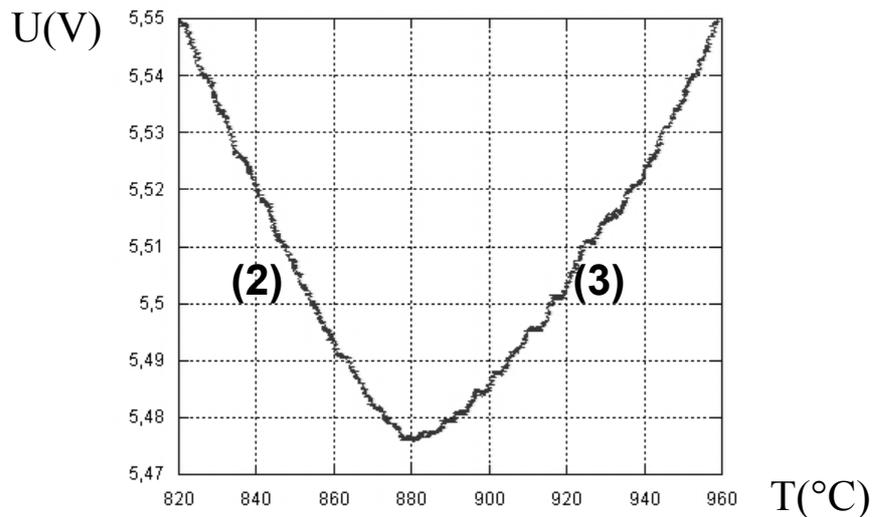


Figure 30 Tension électrique aux bornes d'un échantillon ayant initialement la microstructure de livraison, en fonction de la température, au chauffage, entre 820 et 960°C.

Au cours du chauffage, la résistivité électrique :

- (1) reste sensiblement constante jusqu'à environ 600°C,
- (2) diminue de 600 à 880°C de manière linéaire,
- (3) augmente de 880 à 1000°C, de manière linéaire.

Au cours du refroidissement, la résistivité électrique :

- (4) augmente de manière linéaire jusqu'à 800°C,
- (5) augmente plus rapidement entre 800 et 600°C,
- (6) reste presque constante en dessous de 600°C.

Dans les domaines (1) et (6), on mesure la résistivité du mélange $\alpha + \beta$ de la microstructure de livraison et issue de la précipitation au refroidissement. Il n'y a pratiquement pas d'évolution microstructurale et pourtant la résistivité ne présente pas de variation linéaire en fonction de la température.

Les domaines (2) et (5) sont ceux pour lesquels on a respectivement dissolution et précipitation de la phase α , qui a une résistivité plus élevée que la phase β .

Dans les domaines (3) et (4), la microstructure se compose uniquement de phase β . Les variations ne sont jamais parfaitement linéaires et de sens opposé au chauffage et au refroidissement. L'augmentation de la résistivité de la phase β au refroidissement n'a pas d'explication à ce jour.

D'après la courbe de la Figure 30, nous considérons que la température de transus est atteinte au passage du domaine (2) au domaine (3), soit le minimum de résistivité. Elle vaut (Figure 30) $880 \pm 5^\circ\text{C}$.

1.1.3 Observations micrographiques

On peut évaluer précisément le transus en déterminant la présence de phase α à l'issue d'un maintien isotherme assez long pour atteindre l'état d'équilibre. Le fournisseur de l'alliage TIMET trouve ainsi une valeur de 880°C .

1.1.4 Conclusion

La résistivimétrie électrique et la dilatométrie diffèrent de plus de 25°C . Ce désaccord peut provenir de la méthode de dépouillement des courbes et également des conditions expérimentales, car les mesures de résistivité et de dilatométrie ont été faites respectivement sous vide secondaire et sous balayage d'argon, moins efficace contre l'oxydation stabilisatrice de la phase α , ce qui augmente le transus.

La technique des observations métallographiques semble la plus précise et la valeur fournie par TIMET correspond aux données de la littérature [107] ainsi qu'à nos mesures de résistivité.

Par la suite, on considérera que notre approvisionnement de Ti17 a une température de transus de 880°C .

Par ailleurs, nous avons illustré la meilleure aptitude de la technique de résistivimétrie à rendre compte des évolutions du taux de phase α .

1.2 Evolution du taux de phase α d'équilibre en fonction de la température

Le taux de phase α d'équilibre nous servira pour proposer un modèle de l'équilibre thermodynamique, comme donnée d'entrée de nos modèles cinétiques et pour interpréter nos mesures de cinétique de transformation.

Deux procédures expérimentales différentes ont été utilisées pour le mesurer en fonction de la température :

(i) Dans le travail de L. Hélicher [3], des échantillons ayant la microstructure de livraison ont été mis en solution à 870°C , en dessous du transus, pour obtenir une microstructure composée de nodules de phase α répartis dans une matrice β . Ensuite, des maintiens isothermes ont été effectués à différentes températures (entre 700 et 870°C) pour faire croître ces nodules de phase α . La durée de ces maintiens était assez élevée (jusqu'à 100 heures) pour que le taux de phase α atteigne sa valeur d'équilibre pour la température considérée.

La fraction volumique d'équilibre de phase α a été déterminée par analyse d'images ; les mesures obtenues sont rappelées en Figure 31 et correspondent aux points marqués "équilibre". (ii) Nous avons réalisé d'autres mesures sur nos échantillons mis en solution dans le domaine β , puis transformés en conditions isothermes. Le taux de phase α a été mesuré par analyse d'images (maintiens à 800, 750 et 700°C) sur des micrographies obtenues en BSE et par diffraction des rayons X. L'incertitude absolue associée à ces deux méthodes est respectivement de 4 et 1% de taux de phase α .

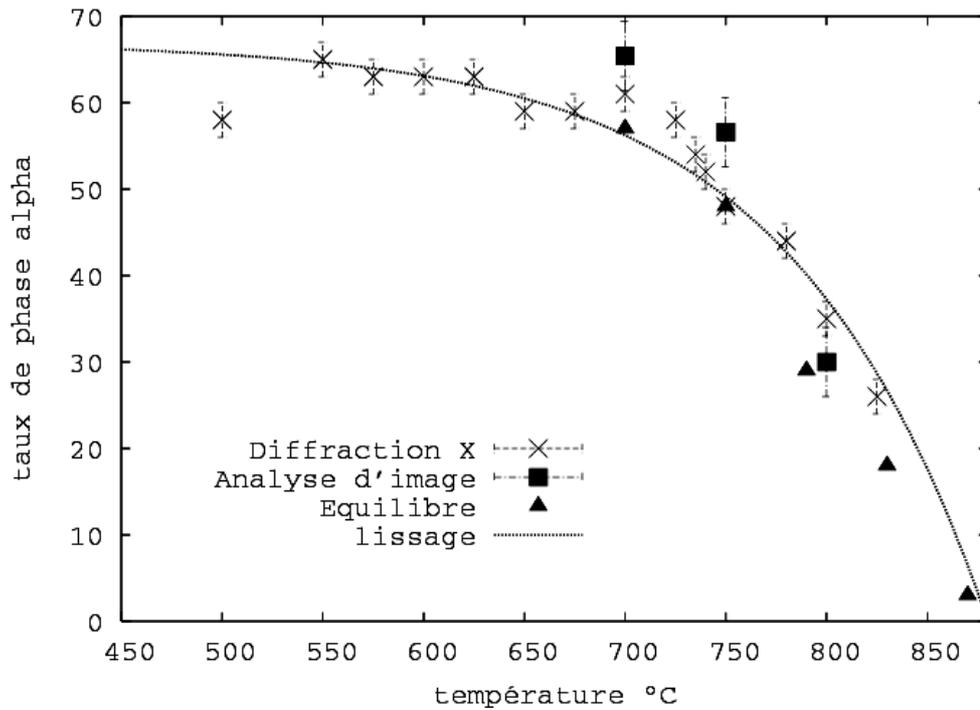


Figure 31 Taux de phase α d'équilibre en fonction de la température.

Pour les échantillons qui ont subi une mise en solution à 920°C, la diffraction des rayons X et l'analyse d'images donnent, entre 700 et 800°C, des valeurs proches avec un écart absolu inférieur à 10%. On remarque qu'entre 700 et 830°C, les deux types de traitements (mise en solution à 920 et 870°C), donnent les mêmes taux de phase α . On en déduit que le taux de phase α en fin de maintien isotherme est égal au taux de phase d'équilibre dans tout le domaine de température étudié, de 400 à 825°C.

L'ensemble des points expérimentaux se répartit en une courbe finale qui, compte tenu des incertitudes de mesure, a la même allure que pour plusieurs autres alliages de titane (Figure 2). Elle suit bien la relation empirique proposée par C. Angelier [8]:

$$z_{eq}(T) = z_{eq}(20^\circ\text{C}) * (1 - \exp(-A(T_\beta - T))) \quad (25)$$

$$\text{Avec } z_{eq}(20^\circ\text{C})=0,67 ; A = 0,01015 ; T_\beta=880^\circ\text{C}$$

Les coefficients $z_{eq}(20^\circ\text{C})$ et A ont été déterminés par la méthode des moindres carrés à partir de l'ensemble des résultats expérimentaux présentés Figure 31.

1.3 Composition chimique des phases et description thermodynamique de l'alliage Ti17

Lorsque nous devons calculer la force motrice de germination et la vitesse de croissance des précipités de phase α , nous aurons besoin d'un modèle pour représenter l'équilibre thermodynamique entre les deux phases. Un tel modèle a été proposé dans le cadre du travail de L. Hélicher [3]. Il repose sur la mesure de la composition chimique des phases, que nous avons corrélée à nos mesures de paramètre de maille par diffraction des rayons X.

1.3.1 Mesure de la composition chimique d'équilibre des phases α et β entre 700°C et la température de transus (Rappel de [3])

Pour les échantillons ayant subi les traitements thermiques décrits dans le §1.2(i), la composition chimique des phases α et β a été mesurée par microanalyse chimique (microsonde de Castaing).

- La concentration de la phase β en éléments bétagènes chrome et molybdène varie de la valeur nominale au transus (resp. 3,8 et 1,9%) à resp. 8,2 et 4,3% à 700°C (Figure 32).
- La concentration de la phase β en aluminium, élément alphagène, évolue de la valeur nominale au transus (8,7%) à 5,8% à 700°C
- La concentration en étain et en zirconium conserve sa valeur nominale dans les deux phases
- La composition chimique de la phase α ne dépend pratiquement pas de la température.

Ainsi, seule la phase β voit sa composition chimique varier en fonction de la température, entre 700 et 870°C. Plus la température est basse, plus la phase β est riche en éléments bétagènes chrome et molybdène et plus elle s'appauvrit en aluminium, élément alphagène.

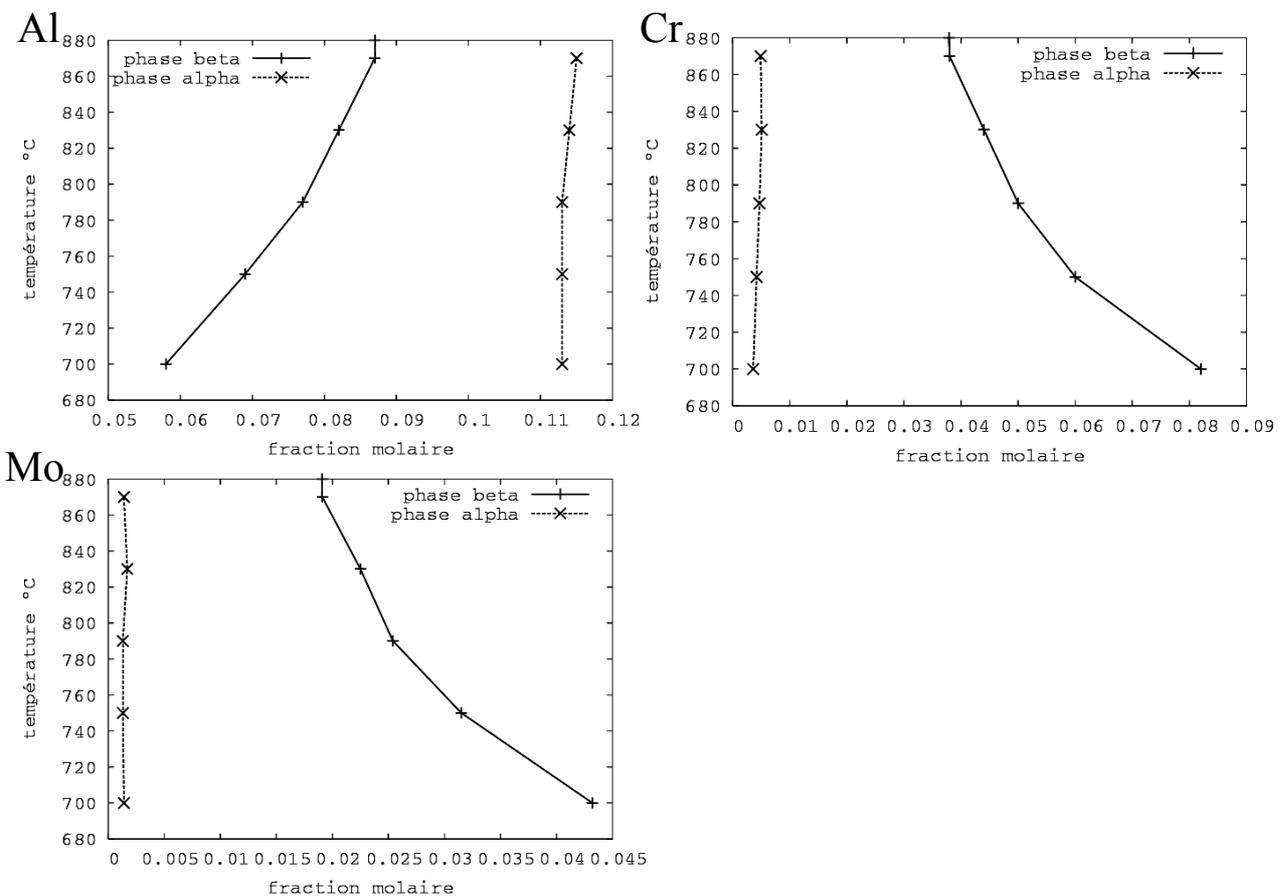


Figure 32 Fraction molaire à l'équilibre dans les phases α et β des éléments Al, Cr et Mo, pour l'alliage Ti17 [3].

1.3.2 Corrélation entre composition chimique des phases, paramètres de maille et taux de phase α

Nous avons mesuré à température ambiante, par diffraction des rayons X, les paramètres de maille a_α , c_α et a_β en fin de traitement de maintien isotherme (ie. en fin de transformation) effectué entre 550 et 825°C (Figure 33).

Le paramètre de maille a_β augmente de manière continue avec la température de transformation : il passe de 3,22 à 3,25 Å pour des températures respectives de 600 et 825°C.

A l'exception de trois points singuliers à 550, 600 et 650°C, les paramètres de maille a_α et c_α sont sensiblement constants : ils valent respectivement 2,93 et 4,68 Å.

Les variations du paramètre de maille a_β sont corrélées à la variation du taux de phase α en fin de transformation isotherme en fonction de la température (voir §1.2), comme le montre la Figure 34.

Ces résultats confirment le fait que la composition chimique de la phase β dépend de la valeur du taux de phase α (et donc de la température). De plus, il faut noter que le paramètre de β , à taux de phase sensiblement identique, varie fortement pour les températures de transformation de 675 – 700°C et 650 – 625°C. La phase α garde quant à elle toujours une composition chimique constante.

Cependant, les paramètres a_α et c_α sont plus faibles à 550 et 600°C. On verra plus loin (§2.2.3) qu'on forme alors une phase α à partir d'un mécanisme de transformation encore peu étudié à ce jour et qu'on a noté "troisième mécanisme de transformation". Peut-être que ce mécanisme de transformation introduit des contraintes à l'origine de variations de paramètres de maille dans la nouvelle phase, ou que la composition chimique de la phase formée diffère de celle de la phase formée à plus haute température. Dans ce dernier cas, la composition de la phase β (voir son paramètre de maille) devrait être plus proche de celle de la phase β initiale.

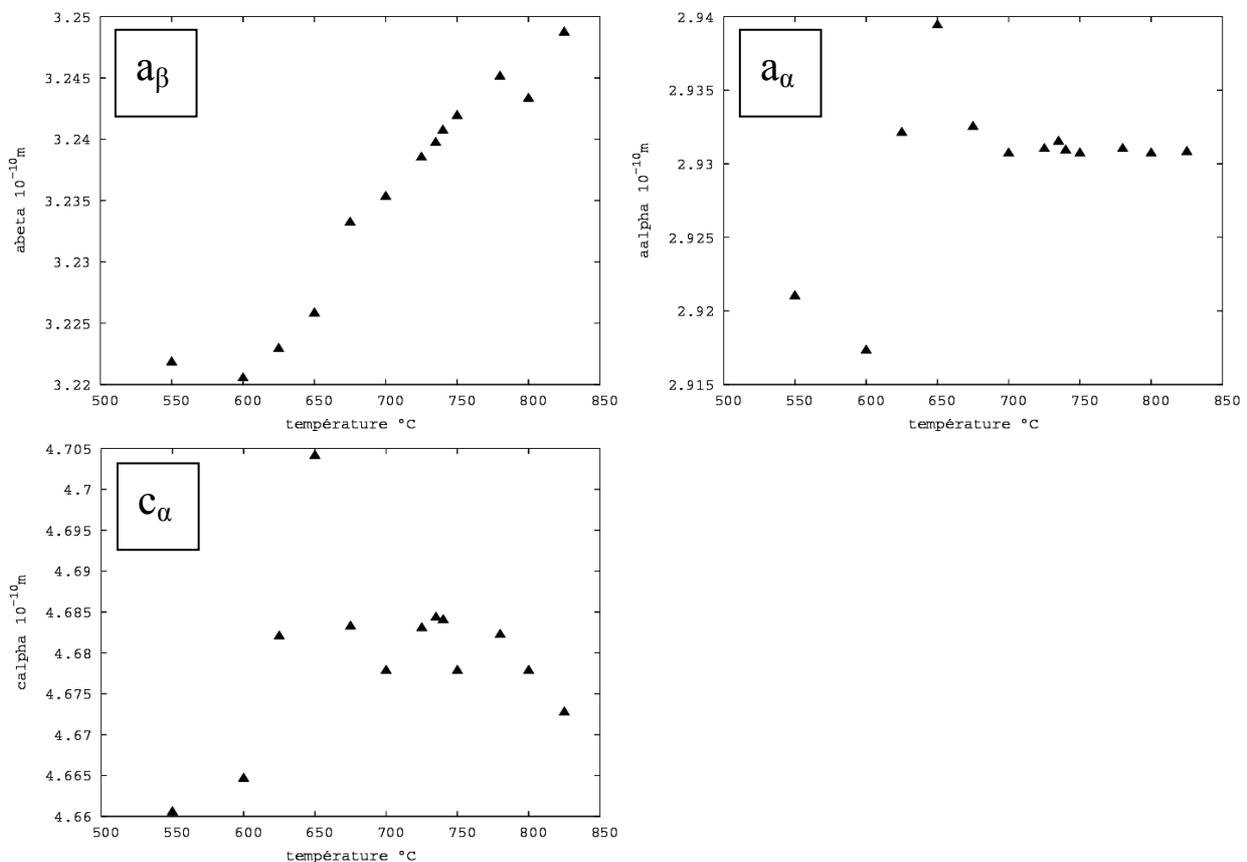


Figure 33 Evolution en fonction de la température de traitement isotherme des paramètres de maille a_α , c_α et a_β en fin de transformation isotherme après mise en solution à 920°C.

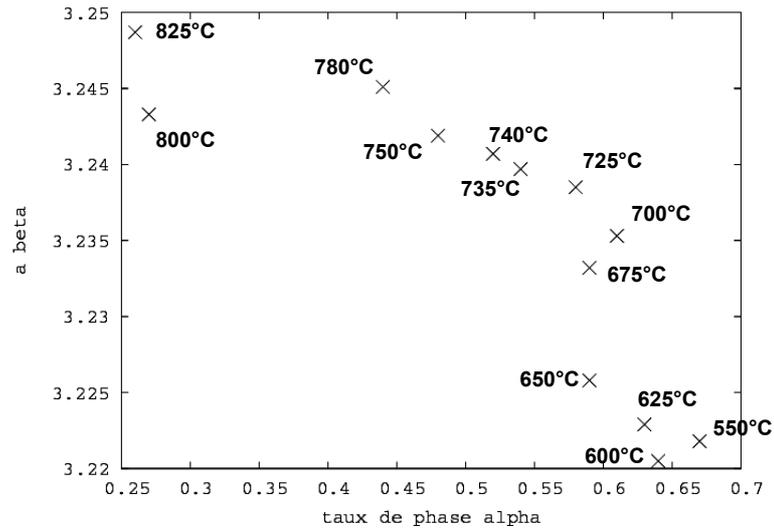


Figure 34 Paramètre de maille a_{β} en fonction du taux de phase α en fin de transformation isotherme.

1.3.3 Description de l'équilibre thermochimique pour l'alliage Ti17

La description thermodynamique de l'alliage, rappelée au §1.1 et détaillée en [3], repose sur le résultat présenté dans le paragraphe précédent : on suppose que la phase α est stoechiométrique⁴ en raison de sa composition chimique presque constante et que la phase β est régulière. Ceci permet d'exprimer l'équilibre entre les deux phases par la relation (2). Notre détermination de K_0 et ΔH par la méthode des moindres carrés à partir des données expérimentales de [3] donne les valeurs suivantes :

$$K_0 = 0,904 \text{ et } \Delta H = 4140 \text{ J.mol}^{-1}$$

⁴ Ceci est une approximation ; en effet nous savons que le Ti17 peut subir une transformation martensitique, ce qui va à l'encontre de cette hypothèse

2 Caractérisation des évolutions microstructurales en conditions isothermes

Nous avons caractérisé la cinétique de transformation et la microstructure au cours de traitements isothermes. Nos observations microstructurales ont conduit à reconnaître les différentes morphologies de la phase α que nous avons définies dans l'étude bibliographique. Nous mesurons pour chacune de ces morphologies leur cinétique de transformation isotherme. A l'aide de nos observations, nous nous sommes efforcés de mieux comprendre quels mécanismes sont impliqués dans la transformation de phase, comment les différents précipités interagissent au cours de leur croissance et comment évolue leur répartition au cours d'un traitement. Ces mesures de cinétiques et ces observations nous serviront par la suite pour établir et valider nos modèles.

2.1 Etude cinétique isotherme par résistivimétrie in-situ et par diffraction des rayons X

Nous avons utilisé deux méthodes différentes pour suivre l'évolution du taux de phase : la résistivimétrie in situ et la diffraction des rayons X sur échantillons trempés. Nous comparerons également certaines de nos mesures aux résultats obtenus par F. Bruneseaux [105], par rayonnement synchrotron, lors de mesures in-situ à l'ESRF. A partir de ces mesures, nous avons tracé le diagramme TTT de l'alliage Ti17.

2.1.1 Mesures de résistivité in-situ, de diffraction des rayons X sur des maintiens interrompus et de diffraction des rayons X in-situ à l'ESRF [105]

Pendant nos essais, l'évolution en continu du taux de phase α a été déduite des mesures de résistivité en calculant dans un premier temps le taux d'avancement de la transformation :

$$\frac{z}{z_{fin}} = \frac{\rho(t) - \rho(t_d)}{\rho_{fin} - \rho(t_d)} \quad (18)$$

Le taux de phase α en fin de transformation z_{fin} , ayant été mesuré par diffraction des rayons X, sa valeur en cours de traitement z , a été calculée en multipliant le taux de phase final par le taux d'avancement de la transformation.

Nous avons porté Figure 35 les évolutions de taux de phase α en fonction du temps ainsi obtenus. L'instant 0 correspond à la fin du traitement de mise en solution et il y a un intervalle de temps avant le début de la transformation, correspondant au temps de début de transformation.

Enfin, nous portons également le taux de phase α mesuré par DRX sur des échantillons partiellement transformés.

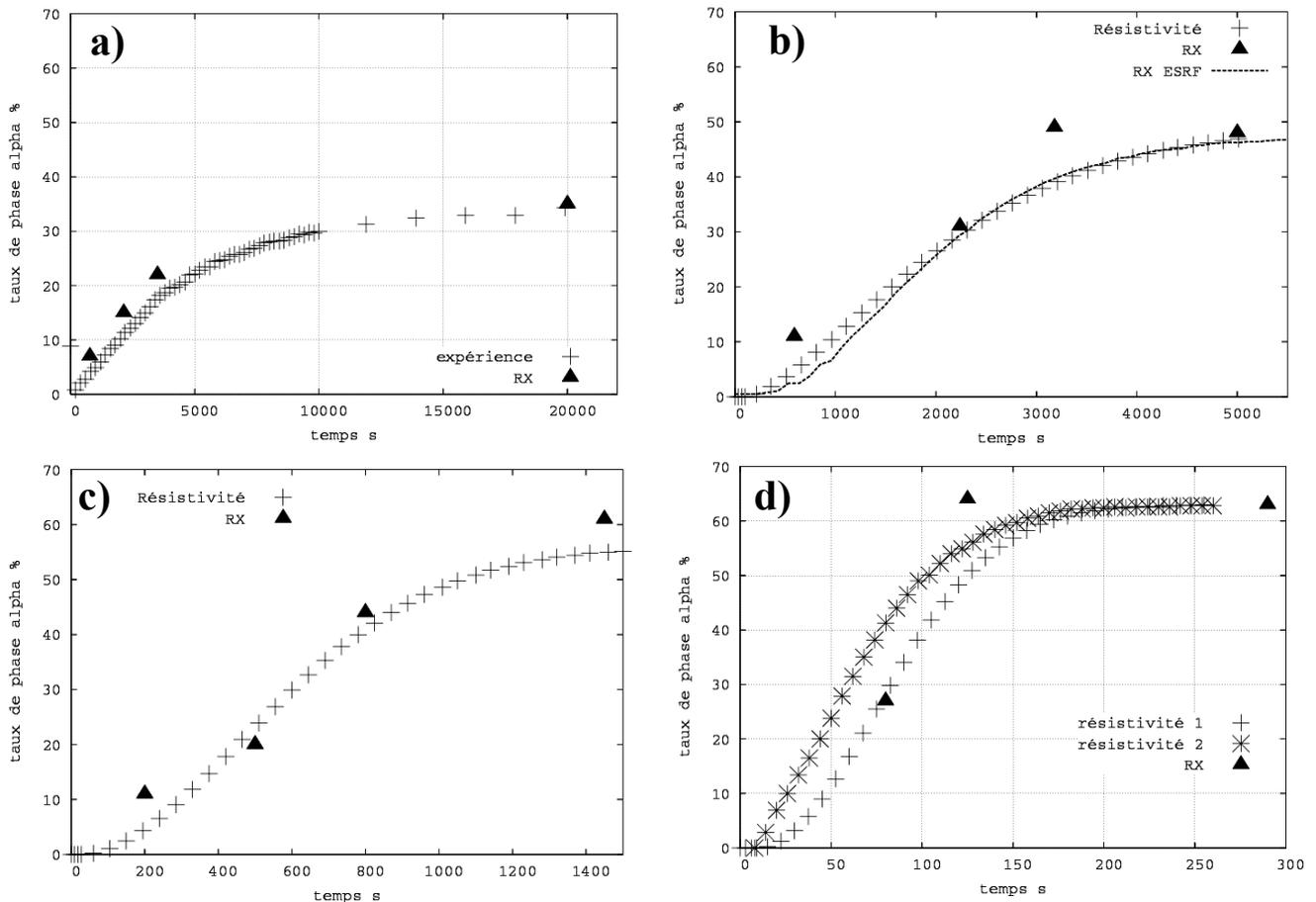


Figure 35 Variation relative de résistivité en fonction du temps pour différentes températures de maintien isotherme : (a) 800, (b) 750, (c) 700 et (d) 600°C. Mesures en diffraction des rayons X sur maintiens interrompus ou in-situ (750°C).

A 800, 750 et 700°C, on obtient une bonne corrélation entre diffraction des rayons X et résistivité : l'écart entre ces deux méthodes reste inférieur à 10% pendant toute la durée des transformations. De plus, à 750°C, la mesure in-situ à l'ESRF donne pratiquement la même courbe que la résistivimétrie, avec des écarts inférieurs à 5%.

A 600°C, la plus grande rapidité de la transformation induit des incertitudes de mesure qui s'ajoutent à la difficulté de détermination du temps de début de transformation causée par le soufflage de début de maintien isotherme (voir §II.2.3.1). Pour évaluer ces incertitudes, nous avons suivi par résistivimétrie un maintien isotherme à 600°C sur deux échantillons différents et nous avons comparé ces mesures à des maintiens interrompus à 80 et 120s, caractérisés en diffraction des rayons X. Les courbes de résistivité électrique peuvent diverger de 15% de taux de phase α et les déterminations par diffraction des rayons X se situent dans cette incertitude.

Ainsi, on obtient une bonne corrélation entre diffraction des rayons X et résistivimétrie électrique, mais l'incertitude absolue sur la valeur du taux de phase α en cours de maintien isotherme peut atteindre 15% à 600°C, où la cinétique est très rapide.

Cependant, pour une cinétique de transformation plus lente à 750°C, l'écart entre diffraction des rayons X in-situ et la résistivimétrie, sur deux échantillons différents, reste inférieur à 3% pendant toute la durée du traitement. Cet accord entre deux méthodes de mesure complètement différentes montre la précision de nos mesures par résistivimétrie.

2.1.2 Diagramme TTT global du Ti17 obtenu par mesure de résistivité

Nous avons tracé le diagramme TTT de l'alliage Ti17 après mise en solution de 30 minutes à 920°C (Figure 36). Il contient la totalité de nos mesures par résistivimétrie de cinétique isotherme de transformation. Nous avons représenté trois courbes d'isovaleurs d'avancement de la transformation de phase : le temps de début, de 10 et de 90% de taux d'avancement.

On peut distinguer nettement trois courbes en C dont les nez sont situés à 750, 650 et 450°C, comme cela avait été observé pour le β -Cez (voir §I1.4.2).

La comparaison des diagrammes TTT du β -Cez et du Ti17 (Figure 37) montre des durées de 90% transformation plus élevées pour l'alliage Ti17. On peut en première analyse attribuer ce résultat au transus élevé du β -Cez, qui vaut 890°C au lieu de 880°C pour l'alliage Ti17, qui fait que les transformations de phases s'y effectuent avec une force motrice plus élevée pour une même température de traitement. En revanche, les temps de début sont systématiquement plus faibles pour l'alliage Ti17. Nous attribuons cela à l'amélioration que nous avons apportée à la mesure de résistivité électrique (§II2.2), permettant de détecter des taux plus faibles de phase α .

Les mesures de résistivité électrique donnent en continu le taux de phase α global, mais on ne connaît pas sa morphologie. Les études précédentes avaient montré que chaque courbe en C est associée à une morphologie de la phase α et nous l'avons vérifié pour notre alliage.

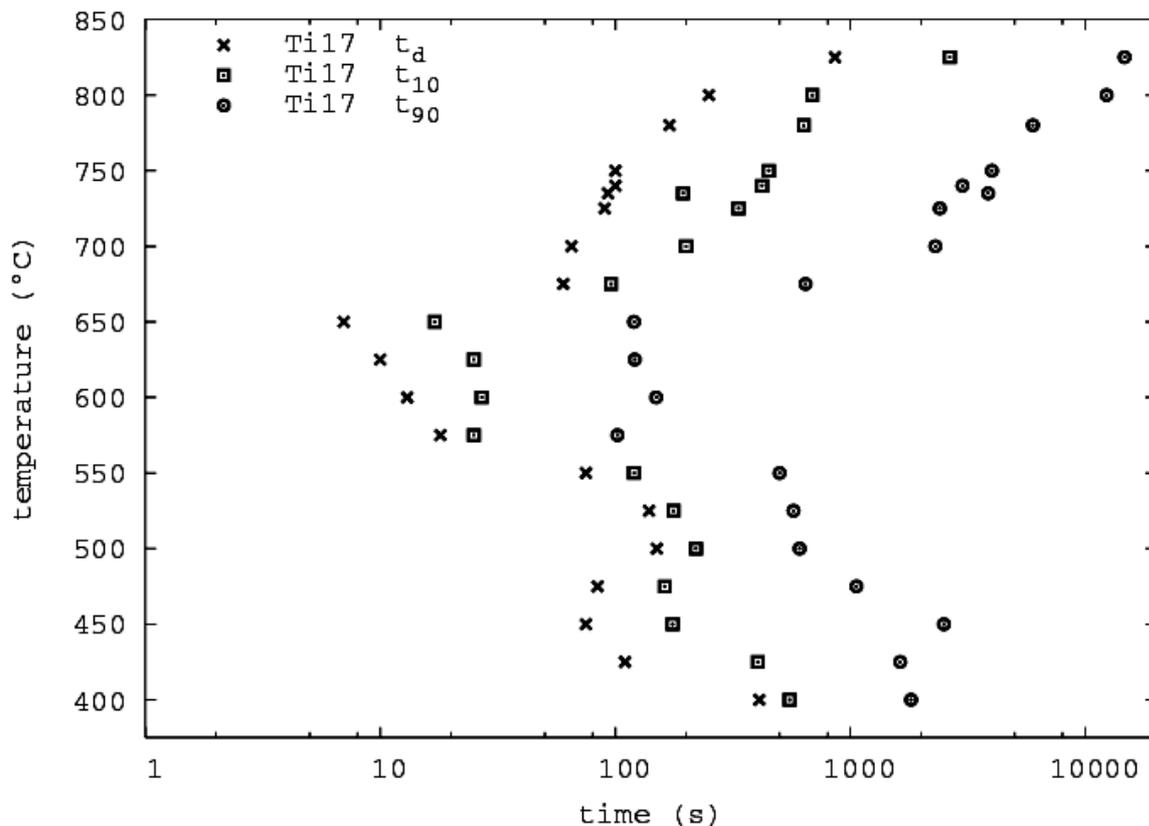


Figure 36 Diagramme TTT expérimental du Ti17 déterminé par mesure de résistivité électrique, après 30 minutes de mise en solution à 920°C. t_d : temps de début de transformation, t_{10} et t_{90} : temps nécessaires pour atteindre 10 et 90% d'avancement de la transformation.

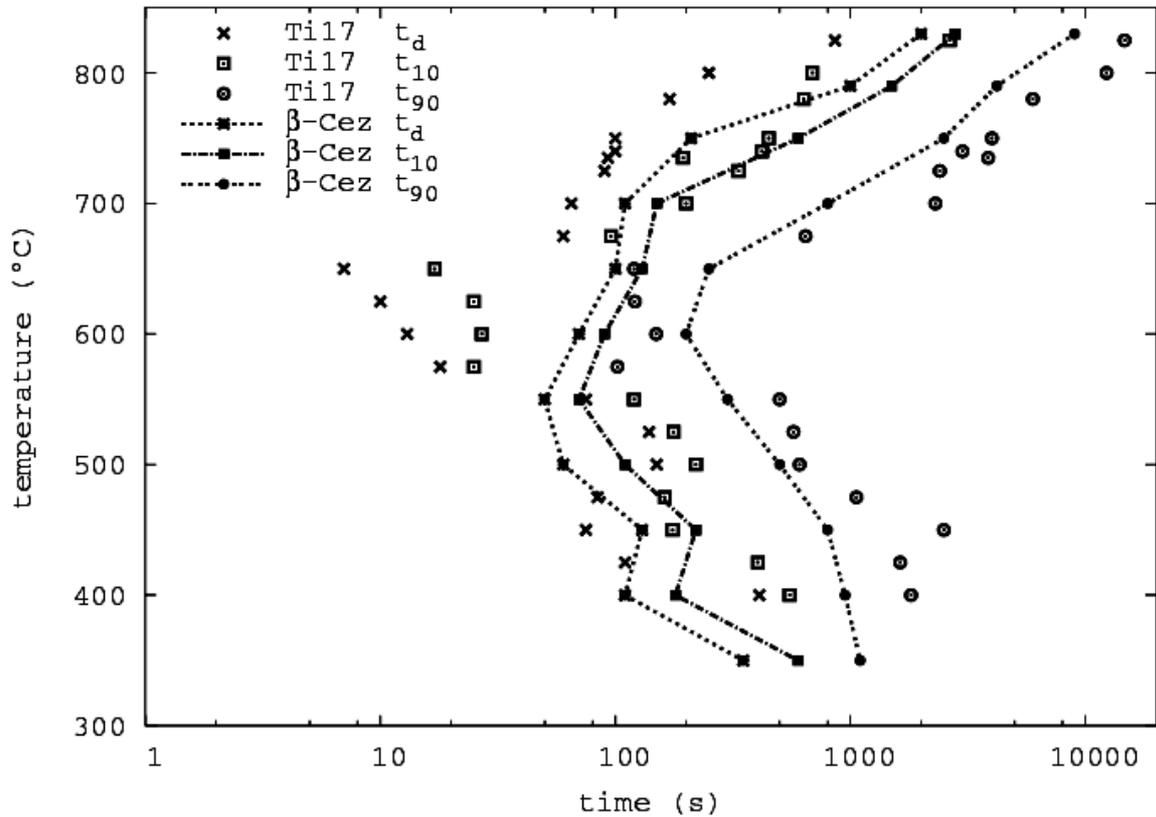


Figure 37 Comparaison des diagrammes TTT des alliages β -Cez [109] et Ti17

2.2 Observations microstructurales

Les différentes morphologies ayant déjà été clairement établies pour d'autres alliages, nos observations ont pour but de nous assurer qu'elles sont les mêmes dans l'alliage Ti17, de mesurer la taille des précipités de phase α et d'apporter des éléments descriptifs de la transformation de phase qui nous permettront ensuite de poser les hypothèses de nos modèles. Après avoir caractérisé la microstructure monophasée β en fin de traitement de mise en solution, nous avons caractérisé les morphologies α_{GB} , α_{WGB} , α_{WI} puis la morphologie issue du « troisième mécanisme de transformation ». Nous pourrons alors établir pour chaque morphologie le domaine des températures auxquelles leur formation est possible.

2.2.1 Microstructure après mise en solution 30 minutes dans le domaine β

Après mise en solution à 920°C pendant 30 minutes suivie d'une trempe, la microstructure se compose de grain β équiaxes dont la taille est estimée après mesure en ASTM entre 150 et 200 μm de diamètre. Sur la Figure 38, les différences de niveaux de gris proviennent de l'orientation cristallographique des grains qui est révélée par les électrons rétrodiffusés.

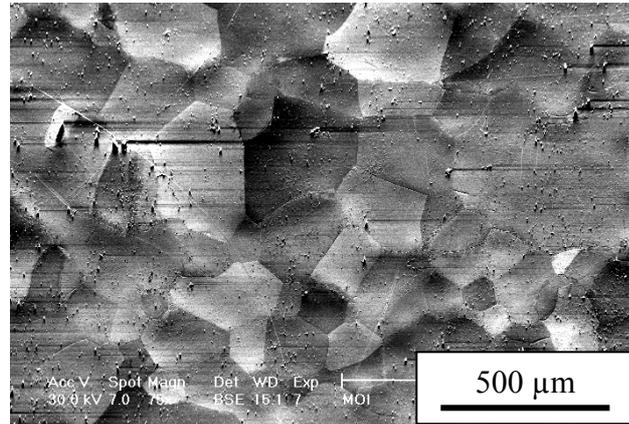


Figure 38 Microstructure après mise en solution à 920°C pendant 30 minutes. Observation en microscopie électronique à balayage, aux électrons rétrodiffusés.

2.2.2 Microstructure de la phase α

2.2.2.1 Morphologie α_{GB}

En Figure 39 est observé aux électrons rétrodiffusés un grain transformé à l'issue d'un maintien isotherme à 750°C. La phase α apparaît en sombre par contraste de composition chimique.

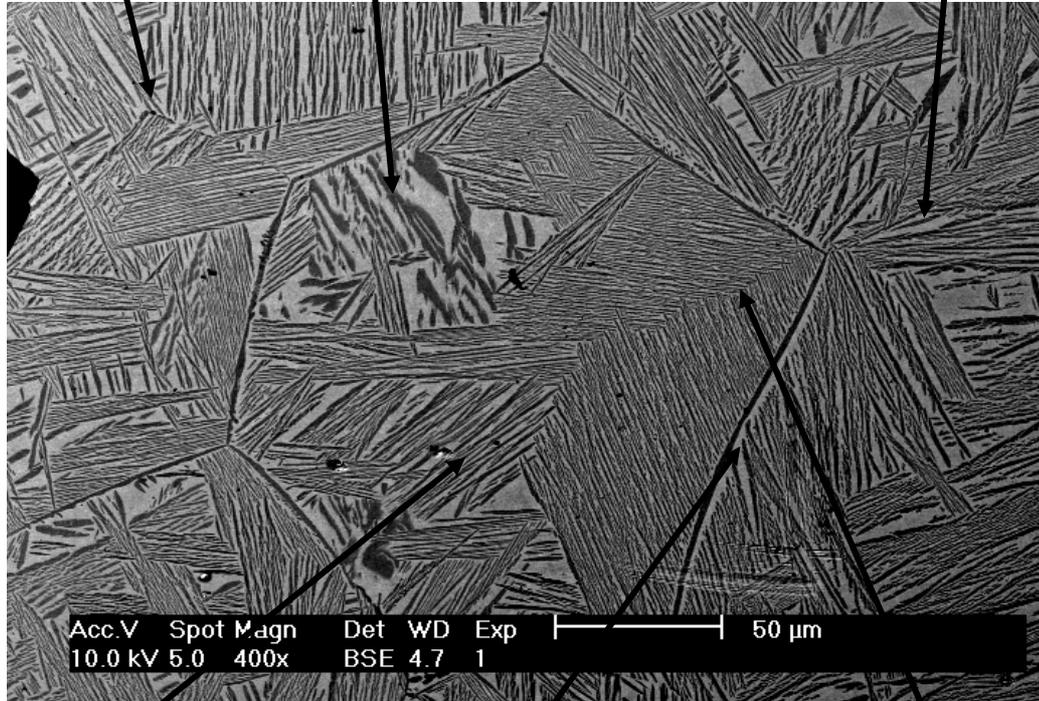
La morphologie α_{GB} se présente généralement sous la forme d'un liseré continu recouvrant le joint sur toute son étendue, dont l'épaisseur à 750°C, variable d'un joint à l'autre, va jusqu'à 1,6 μm . Le liseré est parfois discontinu (il y a des portions de joint de grain non transformées) et peut présenter des excroissances (Figure 40) vers l'intérieur du grain qui sont peut-être des embryons de plaquettes de α_{WGB} s'étant formées par germination sympathique ou par déstabilisation du front de croissance (§I1.5.2). Tous les joints de grain β - β ne sont pas des sites favorables de germination de la phase α car certains en sont dépourvus (voir la légende de la Figure 39). On note qu'en fin de traitement isotherme à 800°C, la proportion de joints de grain non transformés est plus importante (Figure 41).

Les études expérimentales citées au §I1.5.1 décrivent un remplissage progressif des joints de grain par la phase α . Bien que nous n'ayons pas effectué de traitement interrompu pour confirmer cela sur notre alliage, les observations que nous avons ne vont pas à l'encontre de ce mécanisme de transformation.

Joint de grain sans α_{GB} , traversé par plusieurs colonies d' α_{WGB}

Colonie d' α_{WGB} qui a été sectionnée dans un plan proche de celui des plaquettes

Joint de grain sans α_{GB} , franchi par plusieurs colonies d' α_{WGB}



Colonie d' α_{WGB} dont joint de grain d'origine n'est pas observable sur le plan de coupe

Séparation entre une colonie d' α_{WGB} et le joint de grain d'origine

Hard impingement des colonies α_{WGB}

Figure 39 Microstructure en fin de transformation lors d'un maintien isotherme à 750°C. Observation en MEB, aux électrons rétrodiffusés.

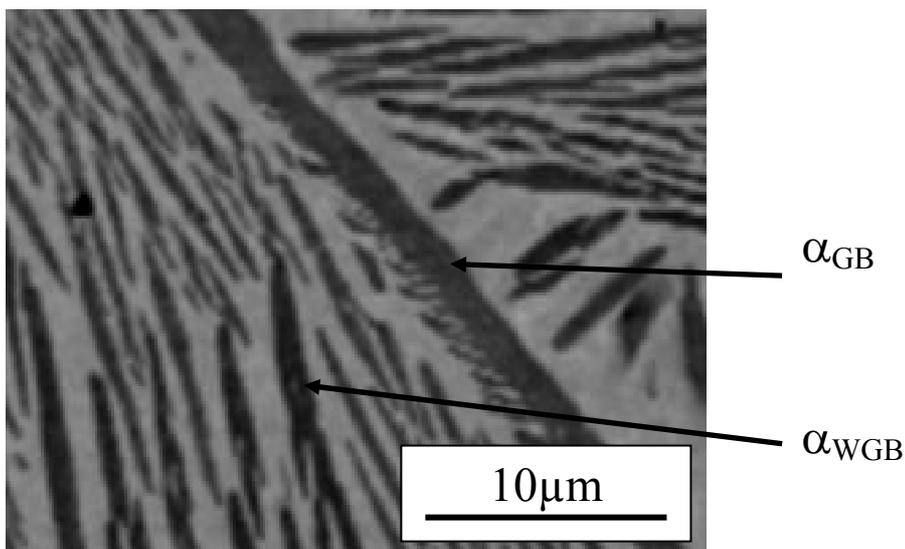


Figure 40 Morphologie α_{GB} en fin de maintien isotherme à 750°C.

2.2.2.2 Morphologie α_{WGB}

Confirmation des observations citées dans la bibliographie (§11.5.3)

Nos observations sur l'alliage Ti17 confirment des résultats antérieurs solidement établis :

- En volume occupé, la morphologie α_{WGB} prédomine par rapport à la morphologie α_{GB} .
- Elle s'organise en plusieurs colonies de plaquettes de phase α séparées par de la phase β .
- Quelle que soit la colonie considérée, ces plaquettes ont sensiblement la même épaisseur si la transformation s'est effectuée en conditions isothermes.
- La morphologie α_{WGB} apparaît aux joints de grain et il est vraisemblable que la présence d' α_{GB} soit nécessaire à cette formation.
- Un joint de grain peut comporter plusieurs colonies différentes d' α_{WGB} .

Il est nécessaire de prendre en compte la position du plan de coupe et la géométrie tridimensionnelle de la microstructure pour expliquer certains écarts apparents à ces observations :

- Un espace de phase β de plusieurs microns sépare l' α_{GB} de la colonie qu'elle a vraisemblablement générée (voir la légende de la Figure 39). Les plaquettes d' α_{WGB} ne recouvrent pas forcément l' α_{GB} complètement. Ainsi, le « raccord » se situerait au niveau d'un autre plan de coupe.
- Des colonies semblent s'être formées à l'intérieur du grain, mais on peut supposer que leur joint de grain et leur α_{GB} précurseurs sont observables sur un autre plan de coupe.
- On s'attend à mesurer la même épaisseur de plaquette au sein de toutes les colonies d' α_{WGB} qui croissent dans les mêmes conditions vers l'intérieur du grain, mais elle diffère d'une colonie à l'autre, ce qu'on peut attribuer à l'orientation du plan de coupe par rapport à celle des lamelles. Par exemple, on peut observer une colonie (voir légende) qui a été coupée pratiquement dans le plan des plaquettes.

Ainsi, ces écarts apparents ne remettent pas en cause les observations antérieures sur le mécanisme de précipitation de la phase α .

Croissance des colonies de plaquettes

Il est important de savoir dans quelle mesure la croissance des plaquettes peut être ralentie par la proximité d'une autre colonie. En effet, celle-ci est contrôlée par la diffusion en volume des éléments d'alliage en avant du front de croissance [37], dont E. Laude a évalué, pour le β -Cez, à la microsonde, la distance à 3 et 20 μm à respectivement 750 et 830°C. Or dans cette distance, la matrice β est enrichie en éléments bétagènes, ce qui peut empêcher la croissance d'une autre plaquette par un mécanisme d'interaction dit de soft impingement.

On observe en Figure 39 (voir la légende) deux colonies qui s'interpénètrent sans que leur croissance ne semble avoir été empêchée ou ralentie : il n'y a pas de zone non transformée et de plus l'espacement des lamelles reste constant à l'approche du contact.

Cependant, on observe à 750°C des espaces de phase β non transformée, d'un diamètre de l'ordre de 10 μm . A 800°C (Figure 41), ces espaces sont encore plus importants, à cause de la plus faible valeur du taux de phase d'équilibre à cette température et peut être aussi parce que le soft impingement n'est pas sans effet, les distances de diffusion étant plus grandes qu'à 750°C.

Les lamelles d' α_{WGB} peuvent franchir les joints ne comportant pas d' α_{GB} , comme on peut le voir en haut à gauche de la microstructure Figure 39.

L'observation en Microscopie Electronique à Transmission (MET) (Figure 42) des plaquettes d' α_{WGB} montre que celles-ci sont discontinues et qu'elles semblent résulter de l'accolement de précipités distincts. On observe à la surface d'autres plaquettes des marches d'une hauteur de

60 nm, que H. I. Aaronson et al. [42] désignent par « supermarches » dans une étude sur le TA6V. Des observations similaires sont présentées dans d'autres études qui proposent un mécanisme de croissance de la morphologie α_{WGB} par germinations sympathiques successives.

Par ailleurs nous avons déterminé qualitativement la composition chimique à l'intérieur des colonies de plaquettes. Comme attendu, la concentration de la phase α est plus élevée que celle de la phase β en aluminium et plus basse en molybdène et en chrome. Les éléments zirconium et étain gardent une concentration constante. Le long des plaquettes d' α_{WGB} , les concentrations restent constantes, de même que pour les espaces interlamellaires de phase β enrichie.

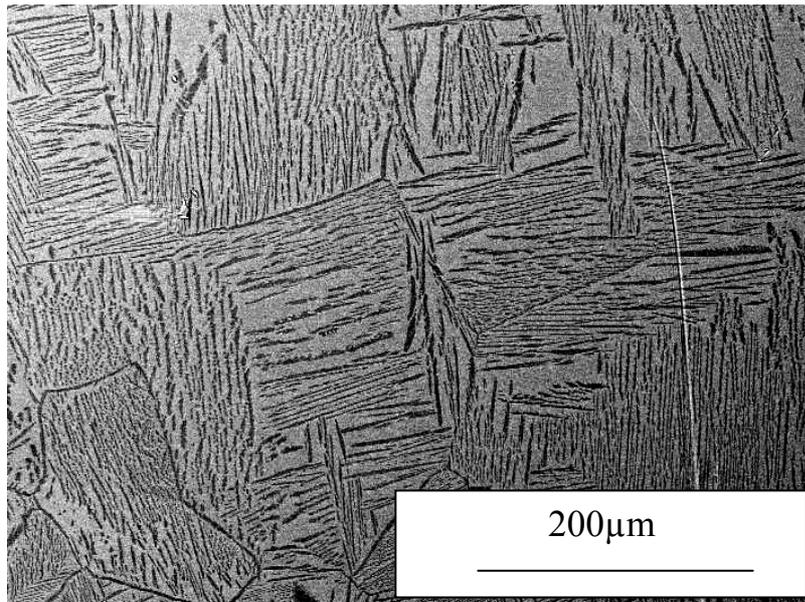


Figure 41 Microstructure en fin de transformation lors d'un maintien isotherme à 800°C. Observation en MEB, aux électrons rétrodiffusés.

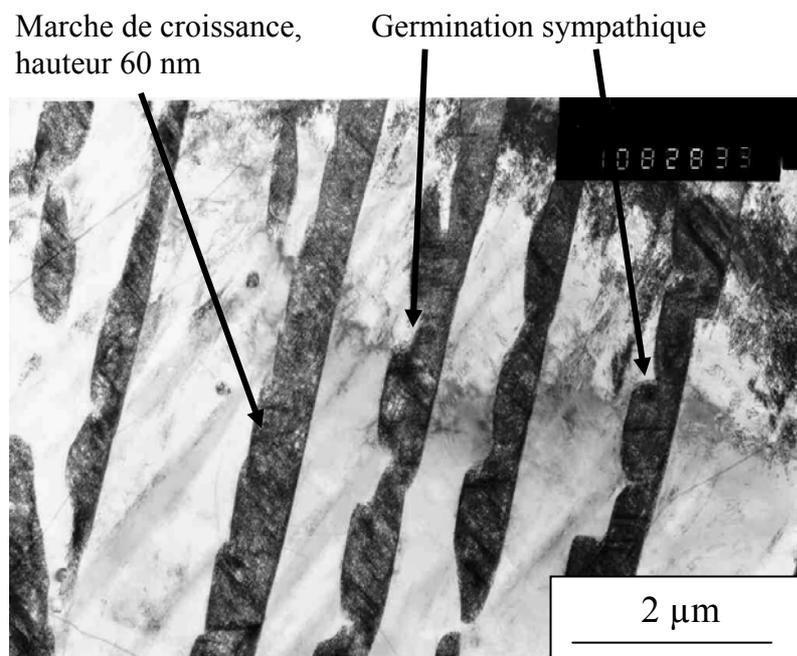


Figure 42 Microstructure en fin de transformation lors d'un maintien isotherme à 800°C, pour un taux d'avancement de la transformation de 30%. Observation en Microscopie électronique à Transmission de la morphologie α_{WGB} en sombre.

La microstructure issue d'une transformation à 700°C est portée Figure 43. On observe aux électrons rétrodiffusés un grain transformé rempli de la morphologie en vannerie α_{WI} . A fort grossissement (Figure 44), on peut attribuer aux germes une géométrie d'aiguille ou d'ellipsoïde avec un facteur de forme élevé.

L'observation d'un maintien à 700°C interrompu après 800 secondes (Figure 46) confirme que les sites de germination sont situés au cœur des grains, mais on observe que les joints de grain et leur voisinage sont également des sites de germination pour cette morphologie et qu'ils sont même plus efficaces comme le montre la plus grande quantité de phase α désordonnée (non organisée en colonies) à leur proximité.

A 700°C, le nombre d'aiguilles d' α_{WI} augmente progressivement, comme le montrent des observations de maintiens interrompus à 200, 500 et 800 secondes (Figure 45 et Figure 46). De plus, quelle que soit la température de maintien isotherme, une microstructure finale de morphologie α_{WI} comporte toujours une distribution de longueur d'aiguilles (Figure 44, à 600°C) qui peut aller de quelques μm à 50 μm . Si la germination des aiguilles était immédiate, elles auraient sensiblement la même longueur et elle dure donc au contraire pendant toute la transformation.

Observées à fort grossissement (Figure 44) en fin de maintien isotherme à 700°C, les aiguilles de morphologie α_{WI} sont irrégulières et semblent résulter de l'accolement de plusieurs précipités de phase α accolés dans le sens de la longueur.

La largeur des aiguilles augmente avec la température de maintien isotherme : elle vaut 0,7 +/- 0,2 μm à 700°C et 0,1 μm +/- 0,05 à 600°C. On peut comparer ces résultats à ceux d'E. Laude sur le β -Cez à 600°C, qui avait aussi mesuré une largeur d'aiguille de 0,1 μm .

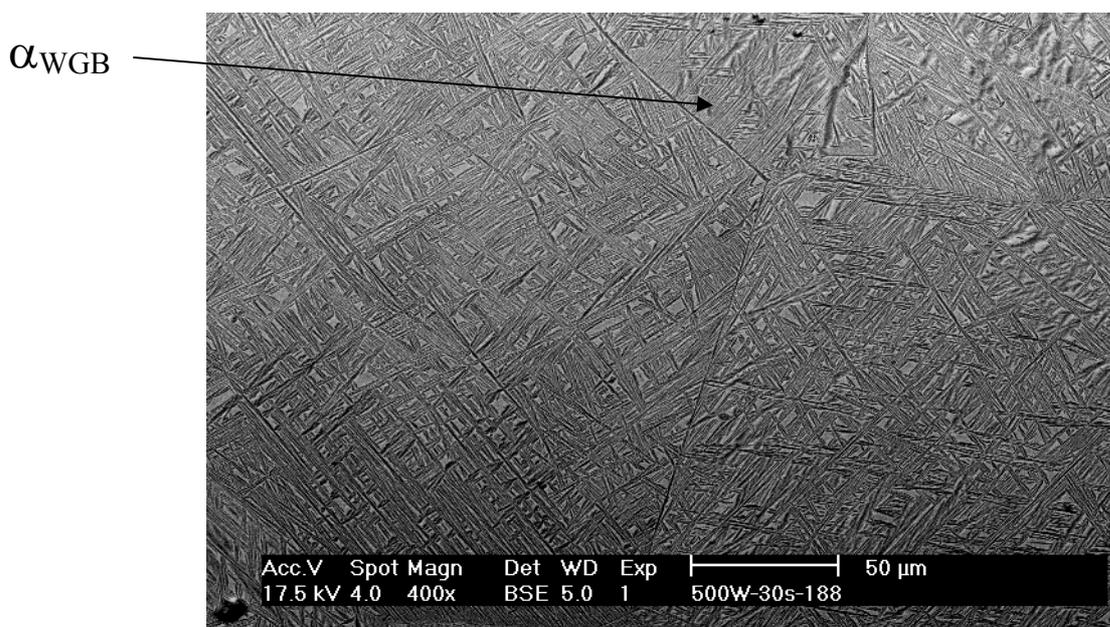


Figure 43 Microstructure en fin de transformation (1500 s) lors d'un maintien isotherme à 700°C. Observation en MEB, aux électrons rétrodiffusés.

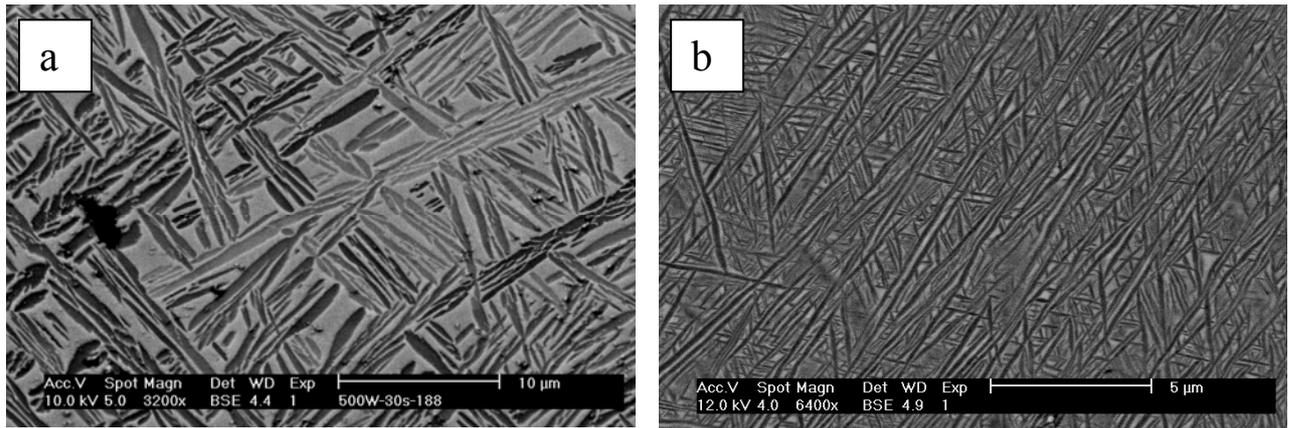


Figure 44 Microstructure en fin de transformation (1500 s) lors d'un maintien isotherme à a) 700°C (1500 s) et b) 600°C (300 s). Observation en MEB, aux électrons rétrodiffusés.

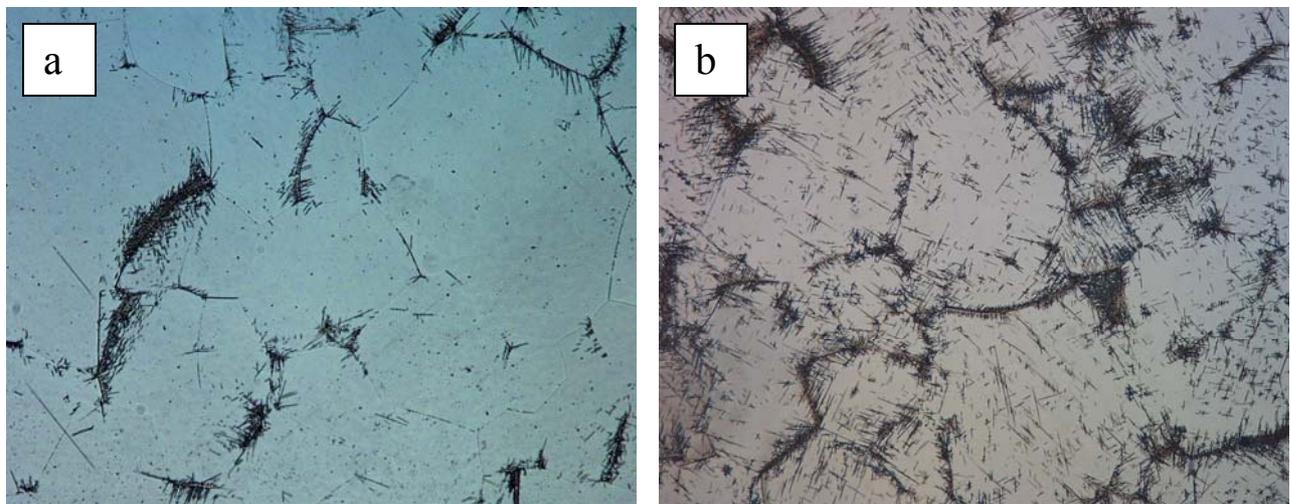


Figure 45 Microstructure à l'issue d'un maintien isotherme à 700°C interrompu après a) 200 s ; b) 500s. Observation en microscopie optique.

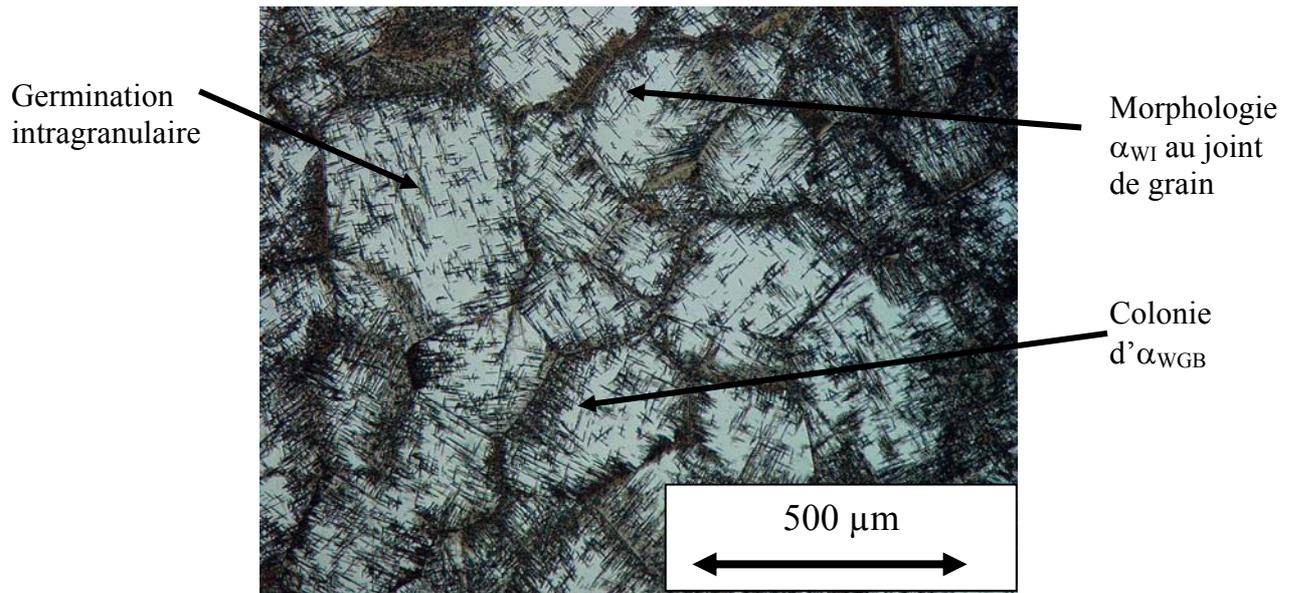


Figure 46 Microstructure à l'issue d'un maintien isotherme à 700°C interrompu après 800s. Observation en microscopie optique.

2.2.2.4 « Troisième mécanisme » de transformation

Une dernière morphologie intragranulaire est observable aux températures de transformation les plus basses. On ne peut pas la mettre en évidence par contraste de composition chimique aux électrons rétrodiffusés et il faut effectuer une attaque chimique pour l'observer, en électrons secondaires ou en microscopie optique. Les précipités sont organisés en « épine dorsale », qui s'est peut-être formée par germination sympathique de précipités secondaires sur un long précipité principal. Pour cette morphologie, il apparaît que les joints de grain ne représentent pas des sites préférentiels de germination. Nous avons également observé que les diffractogrammes obtenus aux températures correspondantes donnent des pics peu résolus, rendant impossible la détermination du taux de phase α .

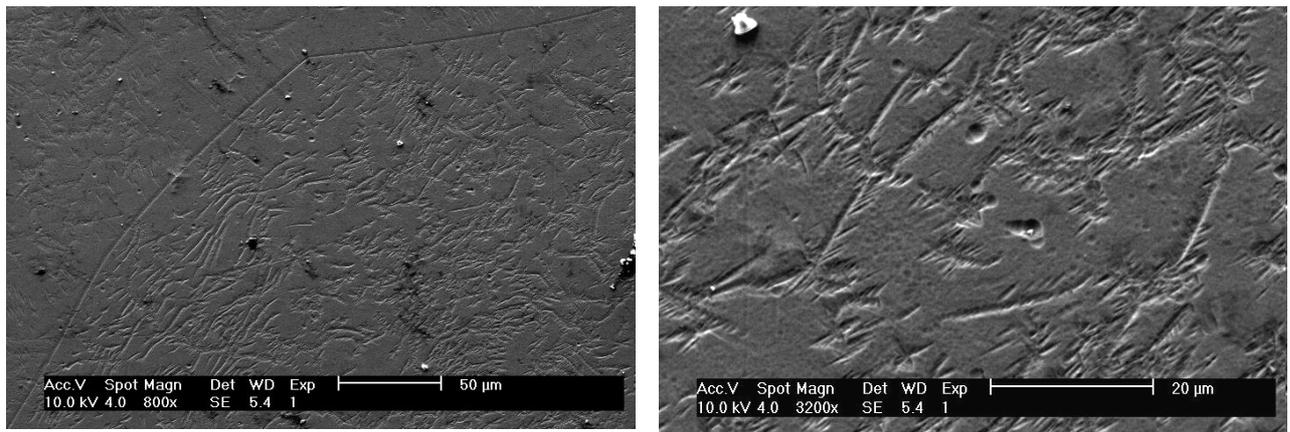


Figure 47 Microstructure en fin de traitement isotherme à 400°C (4400 s). Observation en MEB, aux électrons rétrodiffusés, échantillon attaqué au réactif de Kroll.

2.2.3 Attribution d'un domaine de température aux morphologies de phase α

Pour des températures de maintien supérieures ou égales à 750°C, les seules morphologies observables sont α_{GB} et α_{WGB} . Entre 550 et 750°C, les trois morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} se forment simultanément l' α_{WI} étant prépondérant entre 700 et 550°C. Entre 525 et 400°C, la morphologie associée au troisième mécanisme de transformation apparaît seule. Ces intervalles de température correspondent aux positions des trois courbes en C observables sur le TTT du Ti17. Ainsi, les mesures de résistivité électrique et les observations de microstructure concordent.

Entre 750 et 700°C, les morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} se forment simultanément avec des taux comparables (Figure 48). La fraction volumique de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) a été déterminée par analyse d'images. La proportion de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) serait moins importante à 740 qu'à 725°C (Tableau 2), ce qui montre qu'une incertitude importante est associée à cette mesure. On considérera par la suite que la proportion de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) se situe entre 20 et 30% entre 725 et 740°C.

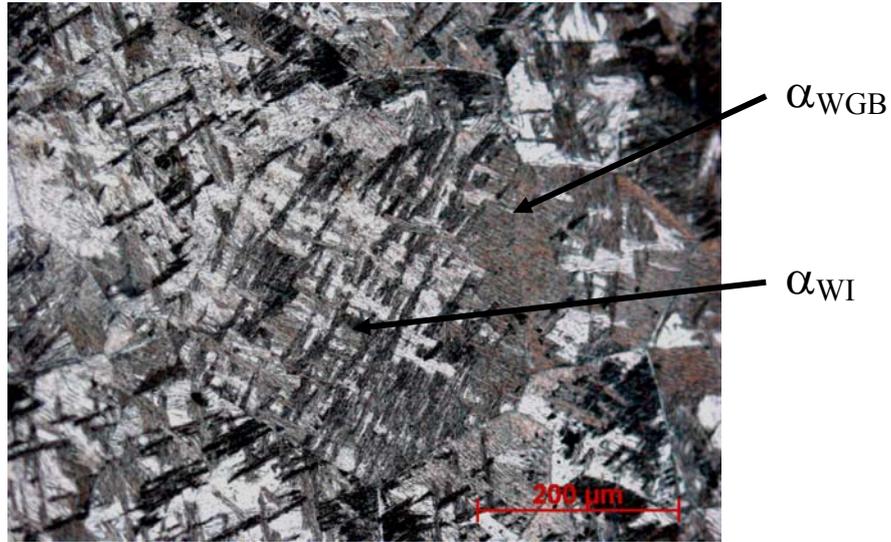


Figure 48 Microstructure en fin de traitement isotherme à 725°C (9000 s). Observation en microscopie optique.

	$\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ (AI)	α_{WI}	Total (RX)
740	20	32	52
735	33	21	54
725	33	25	58

Tableau 2 Proportions des morphologies de phase α dans le domaine « bicinétique » ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) + α_{WI} .

Il existe également un domaine bicinétique pour la morphologie α_{WI} et celle issue du troisième mécanisme, mais la mesure séparée était impossible car elles ont les mêmes sites de germination intragranulaires et de plus elles sont difficiles à différencier.

Ces observations permettent de préciser les domaines de température pour chaque mécanisme, c'est-à-dire d'attribuer une courbe en C à chaque mécanisme de transformation (Tableau 3).

	$\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$	α_{WI}	« troisième mécanisme »
prépondérante	$750 < T < T_{\beta}$	$550 < T < 700$	$T < 525$
présente	$525 < T < 750$	$700 < T < 750$	$500 < T < 525$
absente	$T < 525$	$T > 750$ et $T < 525$	$T > 550$

Tableau 3 Domaines de températures où sont observées les différentes morphologies de phase α .

Ainsi, une première estimation du nez de la courbe en C :

- de la morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ se situe à 750°C, soit $T_{\beta}-130^{\circ}\text{C}$;
- de la morphologie α_{WI} se situe à 625°C, soit $T_{\beta}-255^{\circ}\text{C}$;
- du troisième mécanisme de transformation se situe à 450°C, soit $T_{\beta}-430^{\circ}\text{C}$.

On peut comparer ces résultats à ceux de S. Bein (Figure 7) qui avait, pour les alliages Ti-10.2.3, Ti-6.2.4.6 et β -Cez, des écarts entre transus et nez de la courbe en C valant 150, 300 et 450 pour les trois morphologies respectivement.

2.3 Conclusion

Nous avons montré que la résistivimétrie permet de suivre in situ la cinétique de transformation de phase. A partir de ces mesures nous avons tracé le diagramme TTT de l'alliage Ti17 et à partir de nos observations, nous avons attribué à chaque morphologie de phase α un domaine de température de transformation, en identifiant, en particulier, les domaines de température où peuvent se former simultanément plusieurs morphologies de phase α . Bien que les mécanismes de transformation soient les mêmes, l'alliage Ti17 présente des cinétiques de transformation sensiblement plus rapides que l'alliage β -Cez. Des questions subsistent quant à certaines étapes de la transformation, notamment la germination aux joints de grain, l'apparition et le mode de croissance des colonies de α_{WGB} . Cependant, nous avons clairement mis en évidence l'absence d'interaction à longue distance entre les précipités de phase α , le franchissement de certains joints de grain par les colonies de morphologie α_{WGB} , la germination de la morphologie α_{WI} sur les joints de grain.

3 Etude anisotherme

Les traitements thermiques réels sont des traitements de refroidissement. En caractérisant la microstructure au cours de tels traitements dans des conditions contrôlées (vitesse de refroidissement constante et petites éprouvettes sans gradient), nous pourrions mieux observer comment interagissent les morphologies se formant successivement : d'abord les morphologies α_{GB} et α_{WGB} à haute température, puis la morphologie α_{WI} et enfin celle qui provient du « troisième mécanisme » de transformation. Nous avons également mesuré les cinétiques de transformation. Ces mesures nous serviront par la suite pour valider nos prévisions.

3.1 Etude cinétique anisotherme par résistivimétrie in-situ et par diffraction des rayons X

De même qu'en conditions isothermes nous avons suivi les cinétiques de transformation de phase par résistivimétrie et par diffraction des rayons X sur des traitements interrompus. L'interprétation des mesures de résistivité étant plus difficile en conditions anisothermes, nous attacherons une importance particulière à la précision de nos mesures, là encore en confrontant les différentes méthodes expérimentales et en particulier certaines mesures effectuées in situ par rayonnement synchrotron. Grâce à la précision des mesures de résistivité, nous pourrions établir les températures de début de transformation. A l'aide de notre étude isotherme, nous pourrions également établir les domaines de température où se forme chaque morphologie de phase α .

A $0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (Figure 49), la transformation commence à 800°C , s'effectue lentement jusqu'à 700°C , puis s'accélère jusqu'à 650°C où le taux de phase α atteint sa valeur d'équilibre. La connaissance des domaines de température associés à chaque morphologie de phase α permet d'attribuer le premier domaine de température à la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et le second à la morphologie α_{WI} . Les mesures de résistivité permettent ainsi d'estimer, pour toutes les vitesses de refroidissement, les domaines de formation de chaque morphologie de phase α .

Ces mesures, déduites des courbes tracées en Figure 49, sont reportées dans le Tableau 4. La précipitation de chaque morphologie démarre à une température d'autant plus basse que la vitesse de refroidissement est élevée. Le taux de phase α final vaut environ 60% entre 0,02 et 0,5°C.s⁻¹. Un refroidissement plus rapide ne permet pas d'atteindre le taux de phase α d'équilibre. Sa valeur finale s'élève à 43 et 23% à respectivement 0,75 et 1°C.s⁻¹.

Vitesse de refroidissement (°C.s ⁻¹)	0,02	0,05	0,1	0,5	0,75	1
Début ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$)	825	790	800	-	-	-
Début α_{WI}	-	700	690	685	680	650
équilibre	650	650	630	540	-	-
Fin (RX)	59%	52%	61%	57%	470°C (43%)	450°C (23%)

Tableau 4 Température de début de formation de chaque morphologie, température d'atteinte du taux d'équilibre et taux de phase final, en fonction de la vitesse de refroidissement.

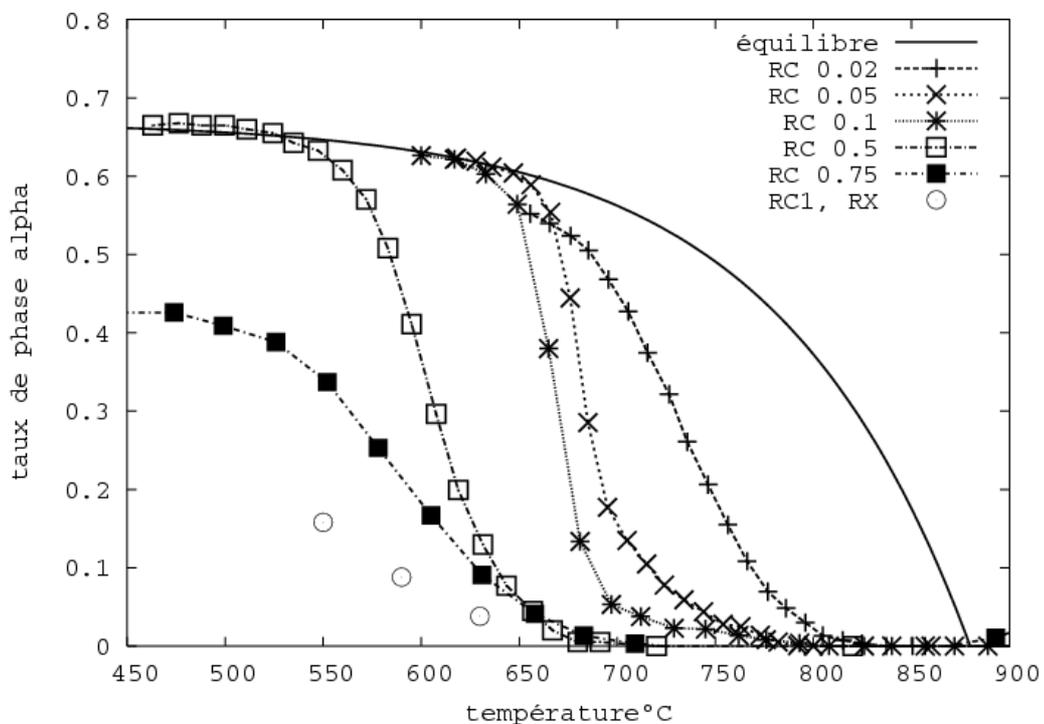


Figure 49 Evolution du taux de phase α en fonction de la température pour différentes vitesses de refroidissement continu, et du taux de phase α d'équilibre.

Nous avons reporté en Figure 50 la dérivée du taux de phase α par rapport à la température pour chaque vitesse de refroidissement. Comme la valeur finale du taux de phase α est sensiblement la même pour des vitesses de refroidissement variant de $0,02$ à $0,75^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, l'aire intégrée sous les pics est sensiblement la même et nous pouvons donc comparer les intervalles de température où s'effectue la transformation :

- A $0,02^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, le pic de vitesse de transformation est centré à 740°C , c'est-à-dire au niveau du nez de la courbe en C associée à la morphologie $\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$. La vitesse de transformation ne fait qu'augmenter jusqu'à ce pic. Il ne semble pratiquement plus y avoir de transformation de phase dans le domaine de la morphologie α_{WI} . On peut donc s'attendre à observer une microstructure composée surtout de la morphologie $\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$.

- A $0,05$ et $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, l'aire comprise sous le pic dans l'intervalle de température associé à la morphologie $\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$ est beaucoup plus réduite, tandis que la plus grande partie de la transformation s'effectue entre 700 et 620°C , avec un pic de vitesse situé à respectivement 670 et 650°C pour les vitesses de refroidissement de $0,05$ et $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Pour ces deux vitesses, la morphologie prépondérante sera l' α_{WI} , avec cependant une quantité de morphologie $\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$ non négligeable pour le refroidissement continu à $0,05^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

- A $0,5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la transformation s'étale à nouveau sur un large intervalle de température, compris entre 700 et 500°C . Le pic de vitesse de transformation se situe à 600°C , soit dans le domaine de température associé à la morphologie α_{WI} . Cet étalement en température provient de la vitesse de refroidissement plus élevée, et non d'un ralentissement de la transformation, qui dure environ 200 s à ces températures.

Pour les refroidissements continus effectués à une vitesse supérieure ou égale à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la morphologie prépondérante est vraisemblablement l' α_{WI} : plus la vitesse de refroidissement est élevée et plus la transformation va s'étaler sur un large intervalle de température, ce qui conduira à davantage d'hétérogénéités de taille des aiguilles.

Les pics obtenus sont presque symétriques. Pourtant les phénomènes associés à la montée et à la diminution de vitesse sont différents. Pour la montée, on active un nombre de plus en plus grand de sites de germination et la vitesse de croissance des précipités s'accélère. La partie descendante des pics correspond à l'épuisement du volume non transformé disponible.

A $0,1$ et $0,05^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, les pics présentent une large dissymétrie à droite due au fait qu'on active d'abord les sites intergranulaires ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$), puis les sites intragranulaires (α_{WI}). Cette analyse montre qu'il y a un pic associé à chaque morphologie. La déconvolution de ces pics pourrait être une méthode de mesure du taux de chaque morphologie.

Pour les vitesses rapides, la transformation s'étend jusqu'à des températures pour lesquelles la vitesse de transformation ralentit.

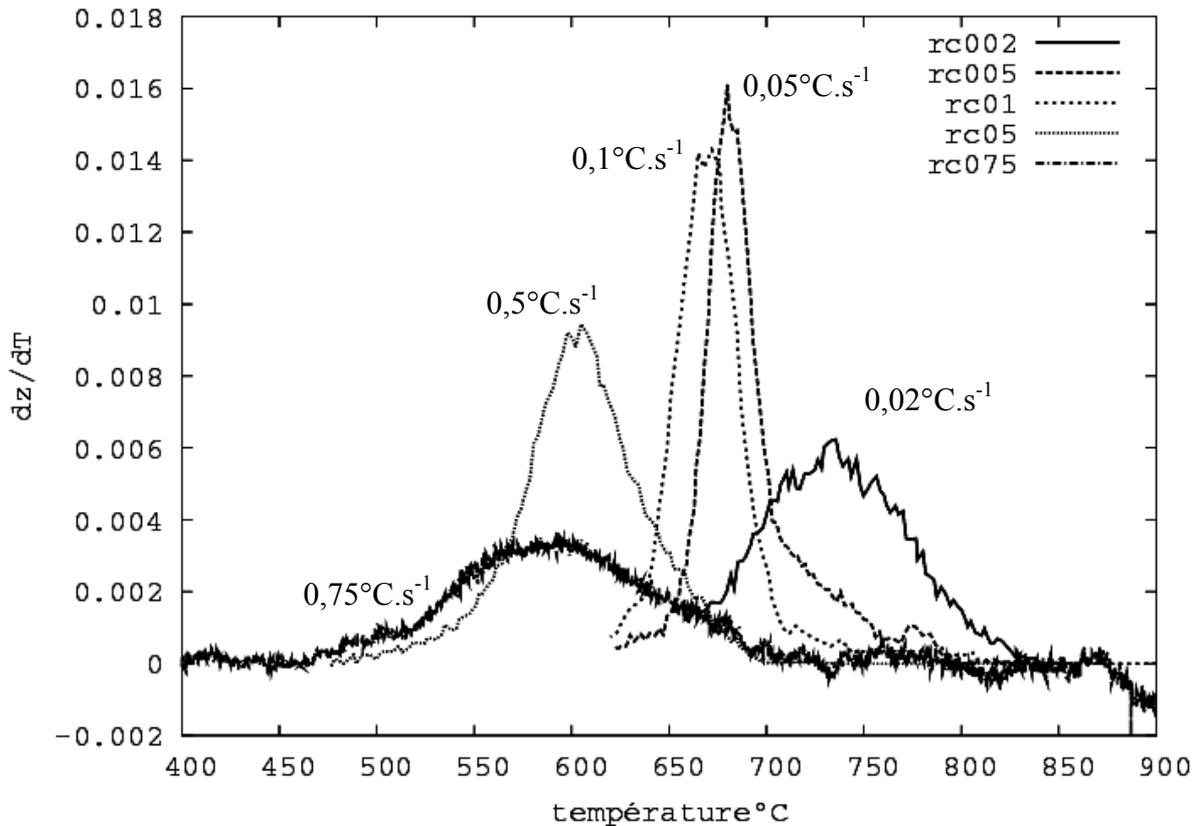


Figure 50 Dérivée du taux de phase α par rapport à la température pour différentes vitesses de refroidissement continu, en unités de fraction volumique par degré.

3.2 Observations microstructurales

Nous avons caractérisé les microstructures obtenues en cours et en fin de refroidissement continu, afin d'établir de manière qualitative quelles sont les interactions entre les différentes morphologies de phase α et afin de mesurer le taux de chaque morphologie en fin de traitement.

L'observation de la microstructure en fin de traitement thermique par microscopie optique permet de connaître la quantité de chaque morphologie (Figure 51).

- La morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est prépondérante à $0,02^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et elle est observable jusqu'à une vitesse de refroidissement de $0,5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.
- La morphologie α_{WI} coexiste avec la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) en quantités comparables, pour les vitesses de refroidissement de $0,05$ et $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.
- Pour les vitesses de refroidissement supérieures ou égales à $0,5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la morphologie α_{WI} est prépondérante. Le taux de phase α final diminue lorsque la vitesse de refroidissement augmente (52, 43 et 20% à respectivement $0,5$, $0,75$, et $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$).
- La troisième morphologie est absente quelle que soit la vitesse de refroidissement considérée.

Ces observations vont dans le même sens que les mesures de résistivité :

- A $0,02^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la courbe d'évolution du taux de phases (Figure 49) ne présente pas d'accélération ou de ralentissement car on ne forme pratiquement que de la morphologie α_{WGB} .
- A $0,1$ et $0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, on traverse deux domaines de température : une transformation lente entre 800 et 700°C , puis une accélération. Ces intervalles de température correspondent à la formation successive des morphologies ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) puis α_{WI} .
- Pour des vitesses supérieures, on traverse trop rapidement le domaine de température de l'($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) qui est une transformation lente et la morphologie α_{WI} devient prépondérante. Cependant, la morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) a le temps de démarrer car elle est observable en faibles quantités, même à une vitesse de refroidissement de $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (Figure 53).

Ces observations sont donc en accord avec nos mesures de résistivité et également avec les études antérieures citées au §II.4.3.

A $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, nous avons suivi l'évolution du taux de phase α sur des échantillons issus de refroidissements continus interrompus par soufflage d'hélium à 630 , 590 et 550°C (Figure 53). Des observations structurales et des analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées. A 630°C , on peut observer (Figure 53a) une faible quantité de morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$), le taux de phase mesuré étant de 4% . Il n'y a pas de morphologie α_{WI} . A 590°C , la précipitation d' α_{WI} a commencé. Le taux de phase α est alors de 9% . A 550°C , l'aspect de la microstructure est proche de l'aspect obtenu en fin de traitement. Le taux de phase α mesuré est de 16% , ce qui est proche de la mesure effectuée en fin de traitement soit 20% . On peut noter pour cette valeur de taux de phase l'aspect clairsemé de la microstructure.

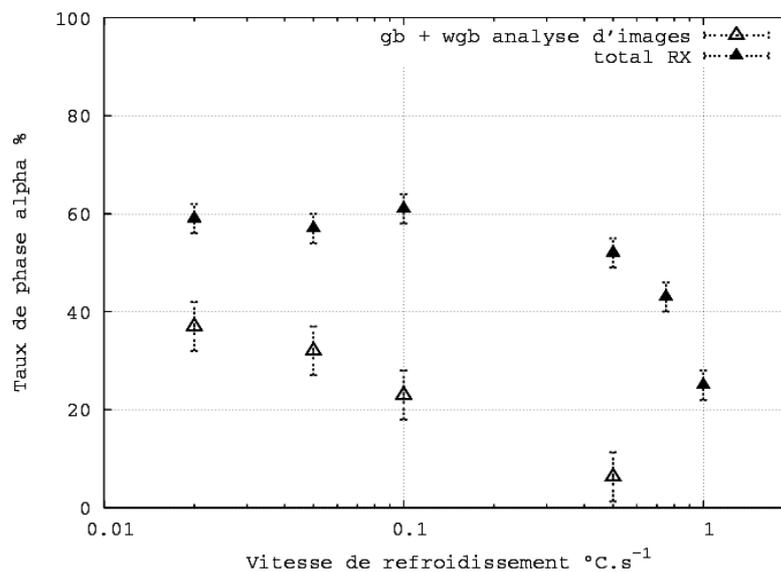


Figure 51 Evolution du taux de phase α global (RX) et $\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$ (Analyse d'Images) en fonction de la vitesse de refroidissement continu.

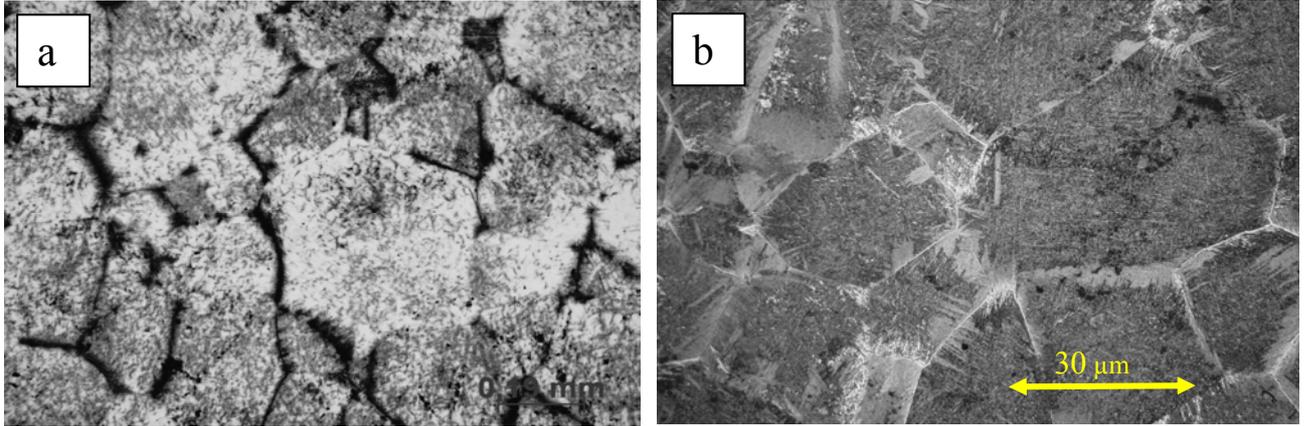


Figure 52 Microstructure en fin de refroidissement continu à a) 0,75 et b) 0,05°C.s⁻¹. Observation en microscopie optique.

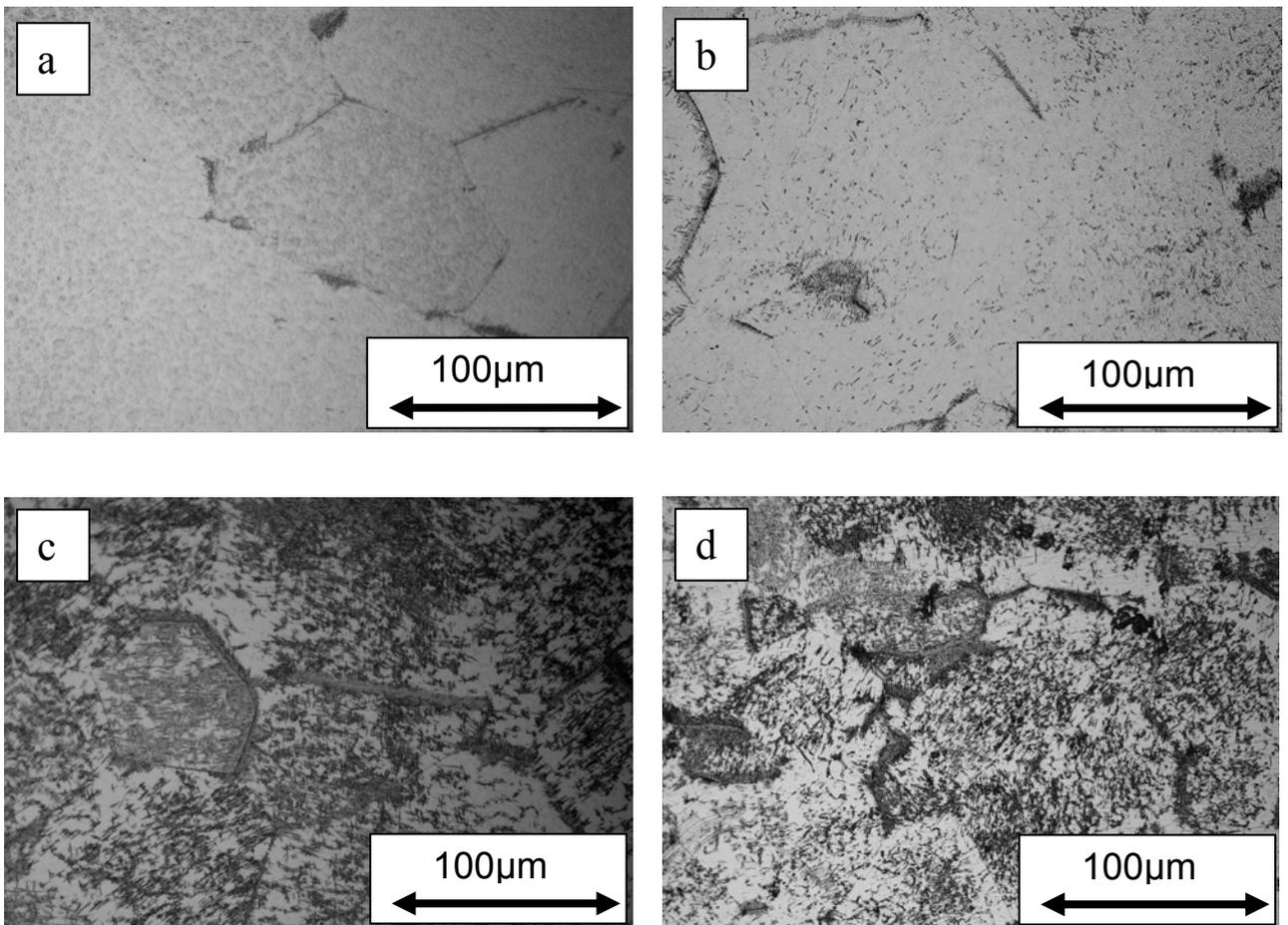


Figure 53 Microstructure obtenue pour un refroidissement continu à 1°C.s⁻¹ interrompu respectivement à a) 630°C, b) 590°C, c) 550°C et d) 20°C. Observations en microscopie optique.

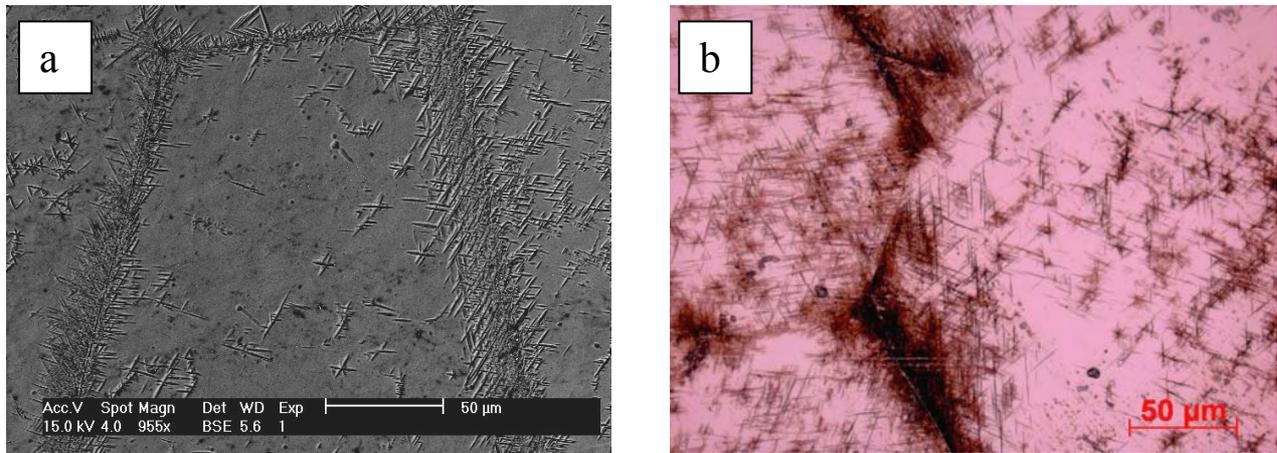


Figure 54 Microstructure obtenue pour un refroidissement continu
 a) à 1°C.s⁻¹. Observation en MEB aux électrons secondaires, échantillon attaqué au réactif de Kroll.
 b) à 0,75°C.s⁻¹. Observation en microscope optique.

Comme on l'avait observé lors d'un maintien isotherme interrompu à 700°C (Figure 46), l' α_{WI} peut se former sur les joints de grain et à leur voisinage. Il gêne donc la croissance des plaquettes d' α_{WGB} (Figure 54).

Au cours d'un traitement de refroidissement précipitent successivement les morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} . Dans le domaine de vitesses de refroidissement que nous avons étudié, la troisième morphologie n'était jamais observable. En fonction de la vitesse de refroidissement, les proportions respectives des morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} varient, cette dernière étant favorisée par les fortes vitesses de refroidissement. Au delà d'une vitesse de refroidissement de l'ordre de 3°C.s⁻¹, la phase α n'a pas le temps de précipiter.

Lors d'un refroidissement à 1°C.s⁻¹, la morphologie α_{WI} ne semble se former qu'en dessous de 600°C environ, alors que son domaine d'existence s'étend jusqu'à 740°C. Cet exemple montre l'importance pour la suite de notre étude d'une détermination précise du temps d'incubation de la transformation de phase.

Il apparaît clairement que les aiguilles d' α_{WI} peuvent interrompre la croissance des plaquettes d' α_{WGB} . Enfin, il semblerait que les joints de grain soient des sites préférentiels de germination pour la morphologie α_{WI} .

Conclusion

Nous connaissons maintenant précisément les cinétiques de transformation lors de traitements thermiques faisant suite à une mise en solution dans le domaine β . Nous avons reconnu dans l'alliage Ti17 les morphologies qui avaient été mises au jour lors des nombreuses études sur d'autres alliages de titane, notamment l'alliage β -Cez. Bien que ces morphologies étaient déjà connues, nous avons établi pour cet alliage quels traitements thermiques favorisent leur formation. Par ailleurs, nous avons fait de nouvelles observations concernant les mécanismes de transformation et les interactions entre précipités de phase α en cours de traitement.

Des questions restent à résoudre expérimentalement, concernant notamment la germination aux joints de grain, l'apparition des colonies de α_{WGB} et leur mécanisme de croissance. De même le mécanisme de germination et croissance de la morphologie α_{WI} et de celle qui est issue du troisième mécanisme restent inconnus.

Cependant, nos mesures et nos observations qualitatives sont suffisantes pour définir les hypothèses de nos modèles, pour comparer les prévisions que nous obtiendrons à l'aide de nos outils métallurgiques et enfin pour interpréter d'éventuels écarts entre simulation et expérience.

IV Modélisation des cinétiques de transformation de phase par une approche globale. Couplage avec les évolutions de température.

Nous nous proposons dans ce chapitre d'utiliser le modèle de prédiction de cinétique de transformation de phase basé sur la loi de Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov (JMAK) et une hypothèse d'additivité, développé précédemment pour l'alliage β -Cez [4] et complété dans cette étude afin de mieux prédire la formation simultanée de plusieurs morphologies différentes. Nous validons d'abord ce modèle métallurgique pour le refroidissement d'éprouvettes de petites dimensions pour lesquelles nous pouvons supposer une température homogène et donc imposer la loi de refroidissement. Nous implémenterons ensuite notre modèle métallurgique dans le logiciel de calcul par éléments finis Zebulon qui permet d'effectuer un calcul couplé de thermique et d'évolution microstructurale, d'abord pour des éprouvettes de petites dimensions homogènes en température, puis dans des éprouvettes cylindriques dans lesquelles il faut prendre en compte la conduction de la chaleur. Pour les cylindres massifs, nous avons réalisé des expériences de trempes instrumentées afin de mener la comparaison calcul-expérience. Enfin, nous effectuerons un calcul couplé sur une pièce industrielle.

1 Modèle et données d'entrée

Le modèle métallurgique prédit, au cours du refroidissement consécutif à une mise en solution dans le domaine β , la formation simultanée des morphologies α_{GB} , α_{WGB} , α_{WI} ainsi que la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation, en donnant les évolutions de leurs fractions volumiques. Nous décrivons d'abord ce modèle en explicitant les hypothèses qui reposent sur les résultats du chapitre III ainsi que les lois cinétiques en conditions isothermes et anisothermes. Puis nous précisons la prise en compte du couplage entre le modèle métallurgique et le modèle thermique. Finalement les données d'entrée de cinétiques de transformation isotherme issues de notre étude cinétique expérimentale et les données thermophysiques nécessaires au calcul thermique sont décrites.

1.1 Modèle métallurgique

1.1.1 Conditions isothermes

1.1.1.1 Hypothèses

- Pour chaque morphologie de phase α , la cinétique de transformation isotherme suit la loi de Johnson – Mehl – Avrami (JMA)

La validité de cette loi a été montrée pour d'autres alliages de titane (§12.1.1). Dans le cas d'un traitement isotherme conduisant à la formation d'une seule morphologie de phase α , elle s'exprime par la relation :

$$\frac{z}{z_{eq}(T)} = 1 - \exp(-k(t - t_d)^n) \quad (8)$$

Avec z et z_{eq} le taux de phase α courant et à l'équilibre, t_d le temps de début de transformation, n et k les coefficients de la loi de JMA.

Si la cinétique suit la loi de JMA, nous obtenons une relation linéaire entre $Y = \ln \ln \left(\frac{1}{1 - \frac{z}{z_{eq}(T)}} \right)$

et $\ln(t - t_d)$:

$$Y = n \ln(t - t_d) + \ln k \quad (26)$$

qui permet en outre de déterminer les paramètres n et k .

Nous avons vérifié cette hypothèse à l'aide de nos mesures de taux de phase α par résistivimétrie. La Figure 55 donne à titre d'exemple le résultat obtenu pour les transformations isothermes à 550 et 750°C. Nous obtenons à 750°C $n=1,5$ et $k=1,2 \cdot 10^{-5}$ et à 550°C, $n=1,7$ et $k=1,9 \cdot 10^{-4}$. Nous pouvons noter que les valeurs de n sont proches de celles données dans la littérature (§I2.1.1).

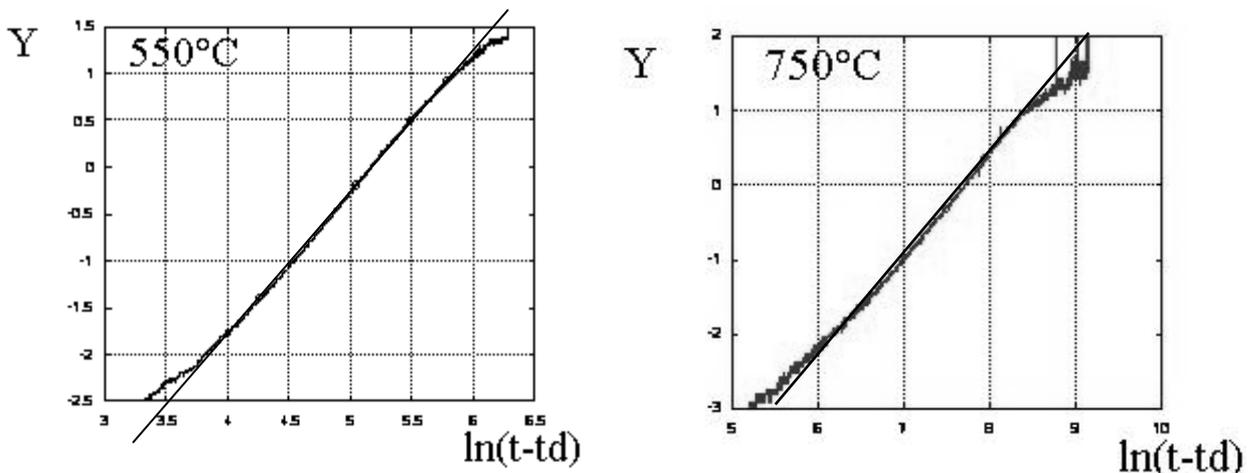


Figure 55 Vérification expérimentale de la validité de la loi de JMA pour une transformation isotherme à 750 et 550°C.

- Les morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont décrites par une seule cinétique du point de vue de la modélisation par la loi de JMA.

Dans le modèle nous désignons les deux morphologies α_{GB} et α_{WGB} par une seule entité qu'on appellera morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$).

En effet, même si le volume occupé par la morphologie α_{GB} est négligeable devant celui de l' α_{WGB} (Figure 39) nous savons que la formation de α_{GB} est indispensable à l'apparition de la morphologie α_{WGB} .

De plus, lors de maintiens isothermes entre 825 et 750°C, la loi de JMA formulée selon l'équation (8) traduit bien la cinétique de transformation globale (Figure 55), comme si celle-ci résultait de la formation d'une seule morphologie.

- Interactions entre précipités de phase α au cours de leur germination et de leur croissance

Comme nous l'avons mentionné précédemment, lors de la croissance des colonies de α_{WGB} , la distance de diffusion des éléments d'alliage en avant du front de croissance est limitée par rapport à la taille des grains [4]. Pour cette raison, le soft impingement (interactions entre champs de diffusion) qu'elles génèrent est très limité, comme le confirment les observations microstructurales (Figure 39) qui montrent que les colonies d' α_{WGB} croissent indépendamment les unes des autres jusqu'à ce qu'elles se « rejoignent », leurs interactions se limitant ainsi à du hard impingement.

De plus, si on suppose que la germination et la croissance de la morphologie α_{WI} et de la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation sont localisées aléatoirement à l'intérieur du grain non transformé, alors elles s'effectuent dans une matrice β dont la composition chimique reste inchangée.

On considérera dans notre modèle que l'interaction entre précipités de phase α de chaque morphologie se limite au hard-impingement.

- Taux de phase α en fin de transformation

D'après les mesures présentées au §III.2 le taux de phase α contenu à l'intérieur d'un volume entièrement transformé à température constante est le taux de phase d'équilibre.

1.1.1.2 Définition et calcul du volume transformé

On définit le volume transformé par le mélange de nouvelle phase α et de phase β enrichie en éléments bétagènes. Par exemple dans le cas de la morphologie α_{WGB} , il comprend aussi bien les plaquettes de phase α que les espaces interlamellaires de phase β .

Dans le cas de transformations simultanées (ici $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ et α_{WI}) et avec les hypothèses présentées au paragraphe précédent, le calcul du volume transformé se fait de la manière suivante [58] :

On définit pour chaque morphologie de phase α un volume transformé étendu V_i^e :

$$V_i^e = V k_i (t - t_{d_i})^{n_i} \quad (27)$$

avec n_i et k_i les coefficients de JMA pour la morphologie i , t_{d_i} le temps de début de transformation et V le volume initial à transformer

Il correspond à la germination et à la croissance de la phase α dans une matrice β non transformée. Ainsi, en début de transformation, le volume transformé réel est égal au volume étendu.

Avrami a montré [47] à [49] que si la germination des précipités de nouvelle phase est localisée aléatoirement et si les interactions entre précipités se limitent au hard – impingement, alors le volume transformé réel peut être déduit du volume étendu par la relation :

$$dV_i = \left(1 - \frac{\sum V_i}{V} \right) dV_i^e \quad (28)$$

avec V_i le volume réel de morphologie i .

1.1.1.3 Calcul du taux de phase α à l'intérieur du volume transformé

Comme on a supposé que le taux de phase α à l'intérieur du volume transformé a la valeur d'équilibre de la température courante, on écrira, pour un maintien isotherme :

$$dz_i = z_{eq}(T) \frac{dV_i}{V} \quad (29)$$

avec z_i le taux de phase α associé à la morphologie i

Dans le cas de la précipitation d'une seule morphologie de phase α à température constante, on retrouve la formulation de la loi de JMA (8) à partir des équations (27) à (29).

1.1.2 Conditions anisothermes

1.1.2.1 Hypothèse d'additivité

Les traitements anisothermes sont décomposés lors de nos calculs numériques en une succession de courts paliers isothermes, pendant lesquels on applique la loi de JMA. Pour pouvoir procéder ainsi, il est nécessaire de supposer que l'incubation et la progression de la transformation sont additives.

Calcul du temps d'incubation de la transformation

Le temps d'incubation est calculé pour chaque morphologie par la méthode de Scheil (§12.1.2).

Soit S_i la somme de Scheil de la morphologie i :

$$\dot{S}_i = \frac{1}{t_{di}(T)} \quad (30)$$

avec t_{di} le temps de début de transformation de la morphologie i à la température T

La morphologie i commence à se former lorsque $S_i = 1$.

Calcul de l'avancement de la transformation

A chaque instant, la vitesse de transformation de la morphologie i ne dépend pas du chemin thermique suivi antérieurement mais uniquement de la valeur du taux de phase global (somme de toutes les morphologies) et de la température, i.e.

$$\dot{z}_i = f_i(T, z) \quad (31)$$

avec z_i le taux de morphologie i et T la température, f_i une fonction que nous préciserons ultérieurement

Nous avons vérifié expérimentalement l'hypothèse d'additivité pour la morphologie $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ selon une démarche proposée par Kamat et al. [59] : un échantillon a été transformé après mise en solution dans le domaine β à 815°C pendant 4315 s puis, après un refroidissement rapide, à 750°C pendant 6700 s. Nous avons suivi pendant ce traitement l'évolution du taux de phase en mesurant les variations relatives de résistivité électrique, reportées en Figure 56 et comparées aux variations relatives que nous avons obtenues lors

des maintiens isothermes à 750 et 800°C. Nous avons décalé l'échelle des temps pour une meilleure lisibilité.

Comme attendu, la cinétique mesurée à 815°C est plus lente que celle que nous avons mesurée à 800°C. Nous observons que la vitesse de transformation change rapidement quand la température de transformation diminue. De plus, la vitesse de transformation après le saut de température correspond à la vitesse mesurée à 750°C pour le taux de phase α déjà formée à l'instant considéré.

De plus l'observation d'une colonie de lamelles d' α_{WGB} à la fin de ce traitement (Figure 57) montre une diminution rapide de leur espacement au cours de leur croissance qui passe de 1,2 à 0,6 μm . Cette variation d'épaisseur provient vraisemblablement de la variation de température de transformation. En effet, E. Laude avait mesuré ces épaisseurs en fonction de la température de maintien isotherme [4] pour l'alliage β -Cez et avait obtenu 0,6 et 1,1 μm à 750 et 815°C respectivement (par extrapolation).

Ces observations microstructurales et ces mesures de vitesse de transformation justifient donc l'hypothèse d'additivité de la progression de la transformation de phase pour la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$).

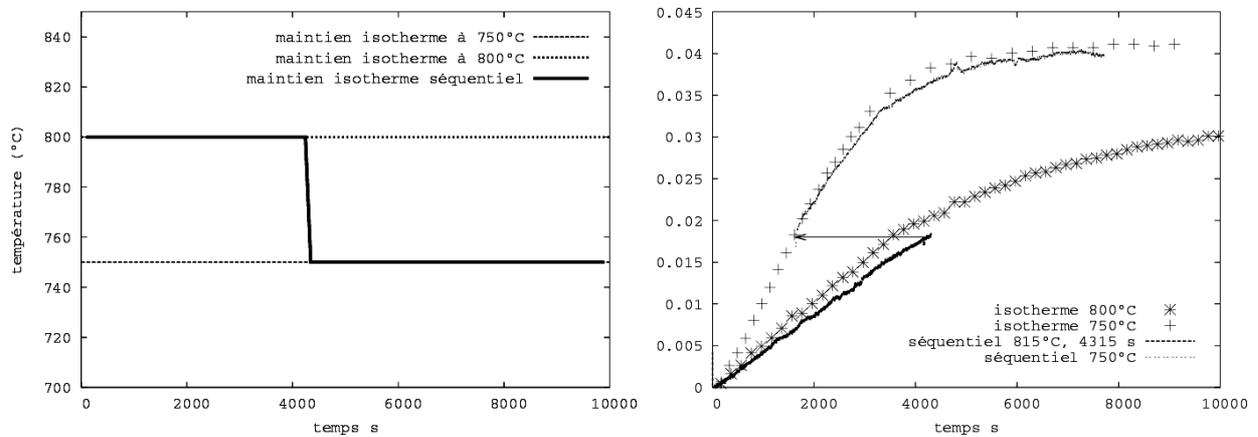


Figure 56 Vérification expérimentale de l'additivité de la précipitation de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) par mesure de cinétique de transformation.

Lamelles
formées à 815°C

Lamelles
formées à 750°C

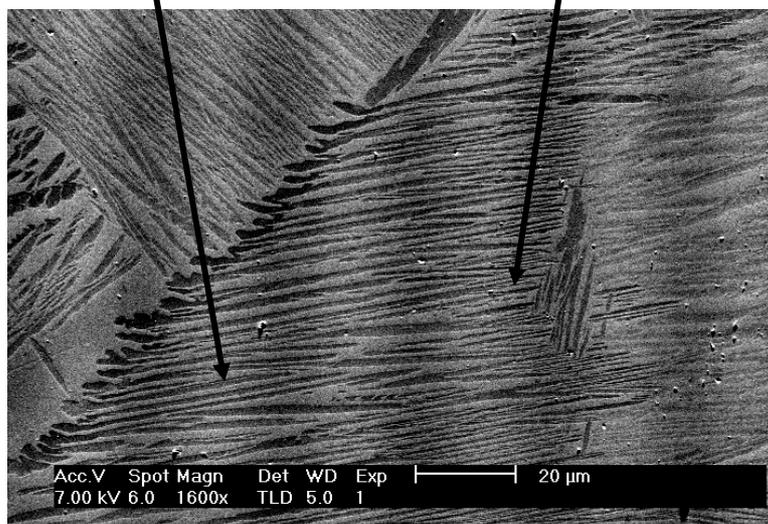


Figure 57 Vérification expérimentale de l'additivité de la précipitation de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) par observation microstructurale d'une colonie de plaquettes d' α_{WGB} .

1.1.2.2 Calcul du taux de phase α à l'intérieur du volume transformé

La dernière étape de nos calculs est la détermination du taux de phase α à l'intérieur du volume transformé. Si nous considérons un traitement anisotherme, alors nous devons prendre en compte la forte dépendance du taux de phase α d'équilibre z_{eq} à la température. Dans le volume transformé, le taux de phase α a tendance à rejoindre le taux d'équilibre par des processus diffusifs, comme nous l'avons schématisé en Figure 58 pour la morphologie α_{WGB} . Ainsi, l'augmentation du taux de phase α a deux origines : la croissance du volume transformé au taux d'équilibre et la diffusion à l'intérieur du volume transformé.

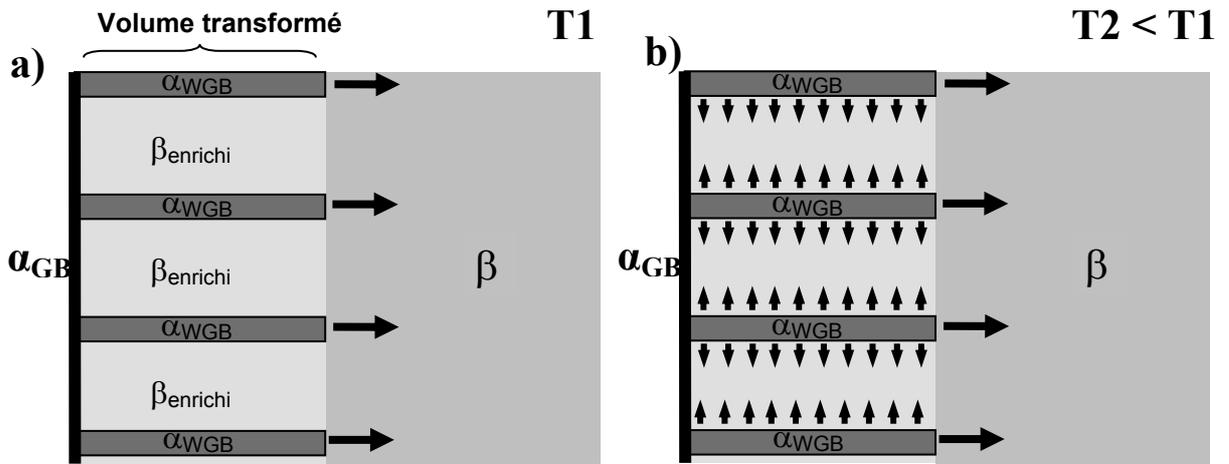


Figure 58 Représentation schématique des deux modes de croissance des plaquettes de morphologie α_{WGB} . a) à la température T_1 ; b) à $T_2 < T_1$

Ce résultat peut être montré de la manière suivante :

$$\frac{dz_i}{dt} = \frac{1}{V} \frac{d}{dt} \left(\int_{D_i} y_i dv \right) \quad (32)$$

Avec y_i le taux de phase local dans le volume transformé de D_i le domaine qui contient le volume transformé.

Ainsi, d'après la règle de Leibniz :

$$\frac{dz_i}{dt} = \frac{1}{V} \int_{D_i} \frac{dy_i}{dt} dv + \frac{1}{V} \int_{S_i} y_i^* u ds \quad (33)$$

Avec S_i la surface mobile du domaine D_i , y_i^* le taux de phase α à l'interface entre le volume transformé et la matrice β non transformée et u la vitesse de l'interface

En considérant la moyenne du taux de phase α à l'intérieur du volume transformé, $\langle y_i \rangle$ et en supposant partout à l'interface le taux de phase d'équilibre, il vient :

$$\frac{dz_i}{dt} = \frac{V_i}{V} \left\langle \frac{dy_i}{dt} \right\rangle + \frac{1}{V} z_{eq}(T) \frac{dV_i}{dt} \quad (34)$$

Si la diffusion est assez rapide, alors le taux de phase α atteint immédiatement la valeur d'équilibre.

$$\frac{z_i}{z_{eq}(T)} = \frac{V_i}{V} \quad (35)$$

Cette hypothèse de diffusion rapide peut se justifier en comparant par exemple la durée maximale d'épaississement d'une lamelle lors d'une variation de température à la durée de la transformation. Ainsi, par exemple, l'épaisseur des lamelles de α_{WGB} vaut 1 μm à 800°C [4]. Lors d'un refroidissement de 800 à 700°C le taux de phase α d'équilibre passe de 35 à 55%, ce qui correspondrait à un épaississement de 1 à 1,6 μm . De chaque côté de la lamelle, la distance à parcourir est donc de 0,3 μm . Si nous supposons une croissance plane avec $L = 2\sqrt{Dt}$ (avec L la distance et D le coefficient de diffusion) et nous considérons la diffusion du molybdène (qui est la plus lente) avec $D=8 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ à 700°C, nous obtenons une durée pour l'épaississement de 260s. Cette estimation haute de la durée d'épaississement des lamelles est inférieure au temps de 10% de transformation à 700°C et a fortiori à des températures plus élevées.

Nous pouvons ainsi négliger la durée d'épaississement des lamelles d' α_{WGB} devant la durée de progression du front de croissance.

Quant à la morphologie α_{WI} , elle commence à apparaître à 740°C. A cette température, le taux de phase α d'équilibre vaut 51% et il varie faiblement lorsque la température diminue.

Quant au troisième mécanisme de transformation, il est mis en évidence en dessous de 550°C, où le taux de phase α d'équilibre vaut 65%, soit presque le maximum de 67%.

On a donc considéré que pour toutes les morphologies, le taux de phase α à l'intérieur du volume transformé a la valeur d'équilibre.

1.1.3 Implémentation dans le logiciel de calcul ZéBuLoN

Le modèle présenté ci – dessus a été implémenté dans le logiciel de calcul par éléments finis Zebulon, à l'aide de l'interface Zebfront [110].

A chaque pas de temps, on intègre pour les 3 morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), α_{WI} et le troisième mécanisme la somme de Scheil avant le début de la transformation, selon l'équation (30), puis la fraction volumique étendue et la fraction transformée réelle lorsque l'incubation est terminée, suivant les équations ci-dessous :

$$\dot{v}_i^e = \frac{n_i}{\tau_i} v_i^{e \frac{n_i-1}{n_i}} \quad (36)$$

Avec v_i^e la fraction volumique étendue de la morphologie i :

$$v_i^e = \frac{V_i^e}{V} \quad (37)$$

et

$$\tau_i = k_i^{-1/n_i} \quad (38)$$

D'où il vient la fraction de volume transformé de la morphologie i :

$$dv_i = \frac{dV_i}{V} = (1 - \sum v_i) dv_i^e \quad (39)$$

La fraction de morphologie i z_i est une variable auxiliaire calculée à partir du volume transformé de la morphologie i :

$$z_i = z_{eq}(T)v_i \quad (40)$$

Les équations différentielles (30), (36) et (39) sont intégrées à l'aide de la méthode explicite de Runge-Kutta. Les données d'entrée sont, en fonction de la température, les coefficients de la loi de JMA td_i , n_i et k_i ainsi que le taux d'équilibre de phase α , z_{eq} . Ces données d'entrée sont déterminées à partir des expériences de maintien isotherme (§1.3.1). Dans Zebulon, le modèle pourra être utilisé soit pour un élément de volume homogène, soit pour des calculs par éléments finis pour un solide massif.

1.2 Couplage thermique – métallurgie

Le couplage entre les évolutions de température et les évolutions microstructurales a d'abord été mis en place pour des éprouvettes sans gradient thermique, puis pour des cylindres massifs, sièges de gradients thermiques au cours du refroidissement.

1.2.1 Température homogène

Dans le cas d'un cylindre infiniment long et de rayon suffisamment petit pour considérer qu'il n'y a pas de gradients thermiques, le bilan thermique entre la chaleur emmagasinée, le flux convectif en surface et le terme source qui correspond à la chaleur latente de transformation conduit à :

$$\rho C_p dT = -\frac{2}{R} h(T)(T - T_{ext})dt + \rho \Delta H_{\beta \rightarrow \alpha + \beta} dz \quad (41)$$

Avec ρ la masse volumique de l'alliage, C_p sa chaleur spécifique, R le rayon du cylindre, h le coefficient de transfert convectif, T_{ext} la température extérieure et $\Delta H_{\beta \rightarrow \alpha + \beta}$ l'enthalpie de transformation de phase en $J.kg^{-1}$.

La chaleur spécifique et la masse volumique de l'alliage dépendent des valeurs associées aux phases individuelles et des taux de phase α à travers une loi de mélange :

$$\rho = z\rho_\alpha + (1-z)\rho_\beta \quad (42)$$

Avec ρ_α et ρ_β les masses volumiques des phases α et β

$$Cp = zCp_\alpha + (1-z)Cp_\beta \quad (43)$$

Avec Cp_α et Cp_β les chaleurs spécifiques des phases α et β

Les équations (41) à (43) montrent bien le couplage entre les évolutions de température et les taux de phases. Les données expérimentales supplémentaires nécessaires par rapport à un calcul non couplé sont donc les propriétés thermophysiques de l'alliage (ρ , C_p), des phases α et β , l'enthalpie de transformation $\Delta H_{\beta \rightarrow \alpha + \beta}$ et l'évolution avec la température du coefficient de transfert convectif h .

1.2.2 Prise en compte de gradients thermiques

Le calcul des champs de température dans un solide massif siège de gradients thermiques nécessite de résoudre l'équation de la chaleur.

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \overrightarrow{\text{grad}T}) + \rho \Delta H_{\beta \rightarrow \alpha + \beta} \frac{dz}{dt} \quad (44)$$

Avec λ la conductivité thermique de l'alliage

Les conditions limites consistent en un transfert convectif de la chaleur de la pièce vers le milieu extérieur :

$$\pm \lambda \frac{\partial T}{\partial n} = h(T_s - T_{ext}) \quad (45)$$

Avec h le coefficient de transfert convectif entre la pièce et le milieu extérieur, T_s la température de surface de l'échantillon et T_{ext} la température du milieu extérieur.

Nous avons choisi de considérer que la conductivité thermique de l'alliage suit simplement une loi de mélange (46). En effet il a été montré que pour des phases présentant des conductivités thermiques du même ordre, l'écart engendré par la prise en compte d'une loi correspondant à des phases en série (46) par rapport à une loi pour des phases en parallèle (47) est d'environ 5% et est inférieur aux incertitudes expérimentales.

$$\lambda = z\lambda_\alpha + (1-z)\lambda_\beta \quad (46)$$

$$\frac{1}{\lambda} = z \frac{1}{\lambda_\alpha} + (1-z) \frac{1}{\lambda_\beta} \quad (47)$$

avec λ_α et λ_β les conductivités thermiques des phases α et β

Nous avons utilisé le module de calcul fourni dans le logiciel Zebulon qui permet de résoudre l'équation de la conduction de la chaleur et d'effectuer le calcul couplé d'évolution microstructurale, comme illustré sur la Figure 59.

A chaque pas de temps, la température est calculée aux nœuds des éléments puis interpolée aux points de Gauss, où les coefficients de la loi de JMA (n_i , k_i , td_i) et le taux de phase α d'équilibre z_{eq} sont déduits de la température. A partir de ces données est calculé l'accroissement du taux de chaque morphologie ainsi que le terme source de l'équation de la chaleur. La valeur du taux de phase est ensuite extrapolée aux nœuds, où les propriétés thermophysiques (ρ , C_p , λ) sont déduites du taux de phase α et de la température. L'équation de la chaleur est résolue par éléments finis, ce qui permet le calcul de la nouvelle température et ainsi de suite jusqu'à convergence de la solution.

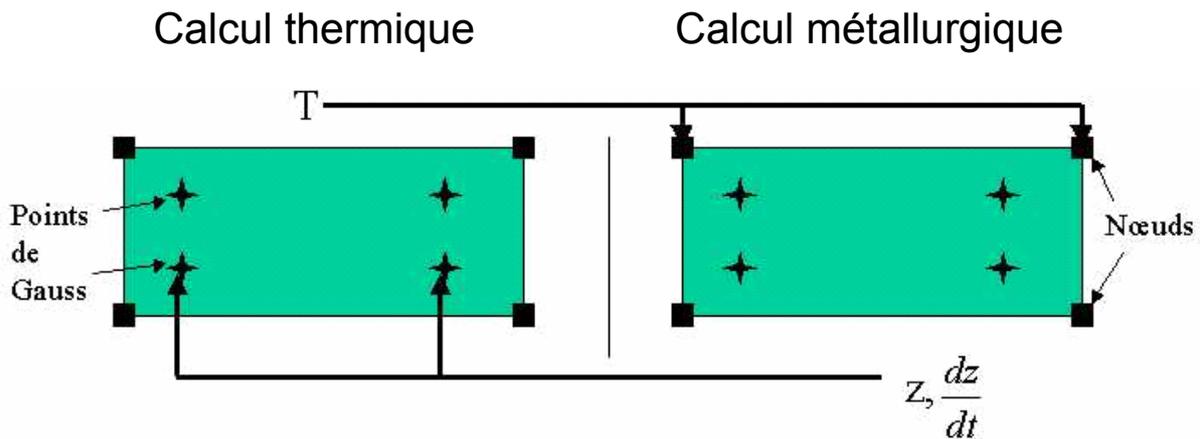


Figure 59 Schéma de la gestion d'un pas de temps lors d'un calcul couplé thermique – métallurgie par éléments finis.

1.3 Détermination expérimentale des données d'entrée du modèle

Les données nécessaires pour ce modèle sont d'après le paragraphe précédent :

- Pour un calcul en condition de température homogène et imposée : td_i pour le calcul de la somme de Scheil, les coefficients de la loi de JMA n_i, k_i et le taux de phase α d'équilibre ;
- Pour un calcul couplé en conditions de température homogène se rajoute la chaleur spécifique et la masse volumique de chaque phase ainsi que le coefficient de transfert convectif.
- Pour une prise en compte des gradients thermiques, il faut connaître en plus la conductivité thermique de chaque phase.

1.3.1 Détermination des paramètres de la loi de JMA à partir des cinétiques isothermes de transformation

Dans les intervalles de température où existe un seul mécanisme de transformation, les paramètres de la loi de JMA ont été déterminés directement à partir des mesures de résistivité électrique, selon la démarche suivante :

Le temps de début de transformation est la durée entre l'instant où l'on a commencé à refroidir l'échantillon à partir de la température de mise en solution et l'instant où la résistivité commence à augmenter à cause de la précipitation de la phase α . Nous avons montré sur un exemple au chapitre 2 notre méthode de détermination du temps de début de transformation et les incertitudes associées à cette mesure. Après la détermination du temps de début, les coefficients n et k sont déterminés par la méthode explicitée en Figure 55.

La démarche présentée ci-dessus pour déterminer les coefficients de JMA n'est plus valable dans les domaines de température dits domaines bicinétiques où plusieurs mécanismes de transformation peuvent avoir lieu simultanément c'est-à-dire :

- entre 550 et 700°C pour les morphologies $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$ et α_{WI} . La fraction volumique de la morphologie $(\alpha_{GB} + \alpha_{WGB})$, déterminée par analyse d'images, se situe entre 20 et 30% entre 700 et 750°C (§III2.2.3). En dessous de 700°C l' α_{WI} est prépondérant.

- entre 550 et 500°C pour la morphologie α_{WI} et la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation. Mais dans ce cas, la mesure de la quantité de chaque morphologie était impossible.

Dans les deux domaines bicinétiques, on a extrapolé les coefficients de JMA obtenus dans les domaines monocinétiques de manière à obtenir sur le diagramme TTT, pour chaque morphologie, des courbes en C «réalistes». Entre 750 et 700°C, on s'est de plus assuré d'obtenir des valeurs finales de taux de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} en accord avec les mesures présentées au Chapitre 3. Par ailleurs, nous avons vérifié que la forme de notre courbe TTT était en accord avec les résultats obtenus par L. Hélicher qui avait calculé les cinétiques de transformation à l'aide d'un modèle de germination – croissance, pour l'alliage β -Cez.

Les valeurs des coefficients de JMA ainsi obtenues pour les différentes morphologies de phase α ne présentent pas d'évolution claire en fonction de la température, comme c'était également le cas pour les études citées au Chapitre 1.

Aussi avons nous utilisé une valeur caractéristique moyenne de n pour chaque mécanisme :

($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) : n = 1,3
 α_{WI} : n = 1,6
 Troisième mécanisme : n = 1,5

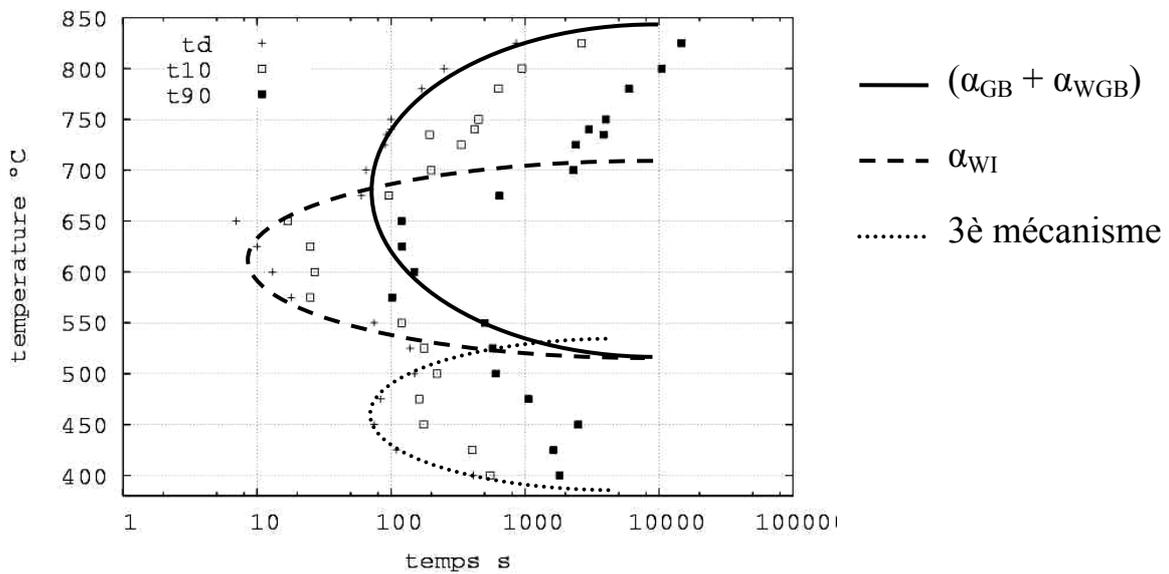


Figure 60 Représentation schématique des courbes TTT de temps de début de formation des morphologies de la phase α .

1.3.2 Données thermophysiques des phases α et β

Nous présentons ici la détermination de la masse volumique, de la chaleur spécifique et de la conductivité thermique des deux phases α et β [106]. La détermination de l'enthalpie de transformation sera présentée ultérieurement (§2.3.1) car elle nécessite l'utilisation du calcul métallurgique.

1.3.2.1 Masse volumique

Pour déterminer la masse volumique des phases α et β , nous avons appliqué la démarche suivante :

Nous avons d'abord mesuré la masse volumique de l'alliage à température ambiante à l'aide d'un pycnomètre. La microstructure est celle de livraison (67% de phase α). Elle vaut $4,65 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$ avec une incertitude de 1,2%.

Nous avons déterminé, lors de notre étude dilatométrique (Annexe I), le coefficient de dilatation linéaire α_L^β de la phase β et du mélange ($\alpha + \beta$) de la microstructure de livraison, $\alpha_L^{\alpha+\beta}$. Ils valent respectivement $1,17 \cdot 10^{-5}$ et $1,06 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Ainsi, la masse volumique de l'alliage varie de $4,65 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$ à 20°C à $4,52 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$ à 920°C .

1.3.2.2 Chaleur spécifique

Les mesures ont été effectuées par analyse enthalpique différentielle au chauffage en mode étagé à l'aide d'un calorimètre DSC SETARAM, entre la température ambiante et 800°C . Un calorimètre haute température SETARAM (multiHTC) a aussi été utilisé pour effectuer des mesures jusqu'à 930°C . Dans les deux cas, la vitesse de chauffage est de 5°C.min^{-1} . Les courbes expérimentales sont données sur la Figure 61. La vitesse de chauffage étant lente, nous pouvons supposer une évolution du taux de phase α proche de l'équilibre, qui est aussi reportée sur la figure. Dans le domaine de température où les taux de phase α et β sont sensiblement constants ($20 - 510^\circ\text{C}$), nous mesurons la chaleur spécifique du mélange $\alpha+\beta$. Pour les températures supérieures, les mesures intègrent aussi l'enthalpie de changement de phases. Ces courbes ont été exploitées en supposant que la chaleur spécifique de la phase β est constante dans tout le domaine de température et égale à $611 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Ainsi, dans le domaine de température $20 - 510^\circ\text{C}$, connaissant le taux de phase α d'équilibre en fonction de la température et en écrivant que la capacité thermique suit une loi de mélanges, nous avons déduit des mesures la chaleur spécifique de la phase α , extrapolée linéairement jusqu'à 880°C (Figure 62).

Nous pouvons noter que ces valeurs de chaleur spécifique sont voisines de celles du titane pur [107] qui sont respectivement de $548 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la phase α à 27°C et de $712 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la phase β (valeur constante en fonction de la température). Selon une autre référence [108], elle varie pour la phase α de 525 à $640 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ de la température ambiante à 500°C .

Cela semble indiquer que la chaleur spécifique est relativement peu dépendante de la composition chimique, en particulier pour la phase α .

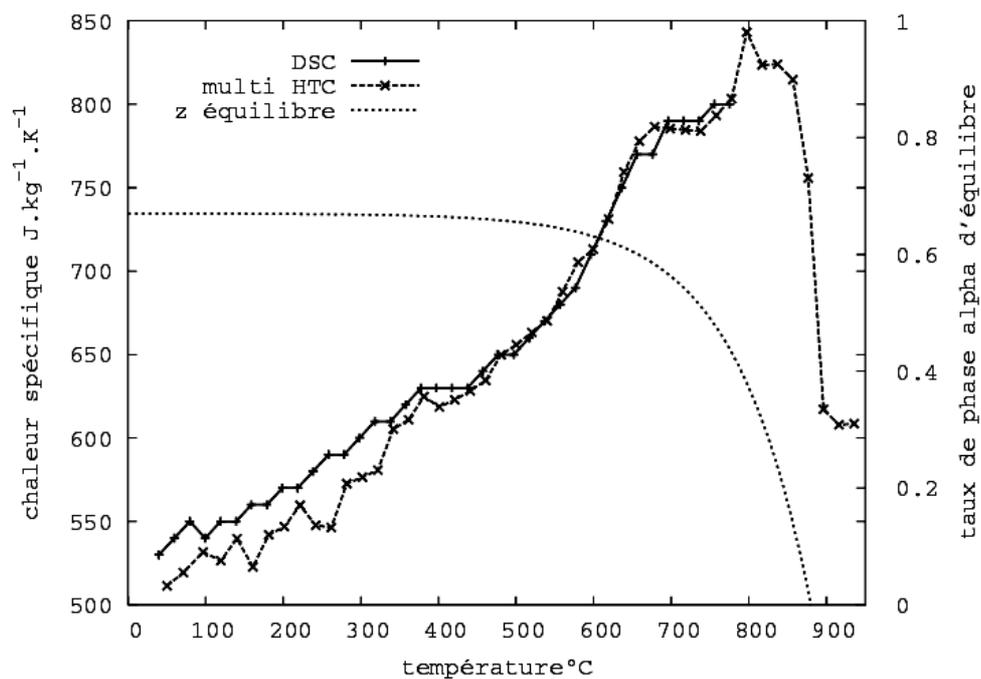


Figure 61 Chaleur spécifique en fonction de la température, mesurée par DSC et multi HTC et taux de phase α d'équilibre en fonction de la température.

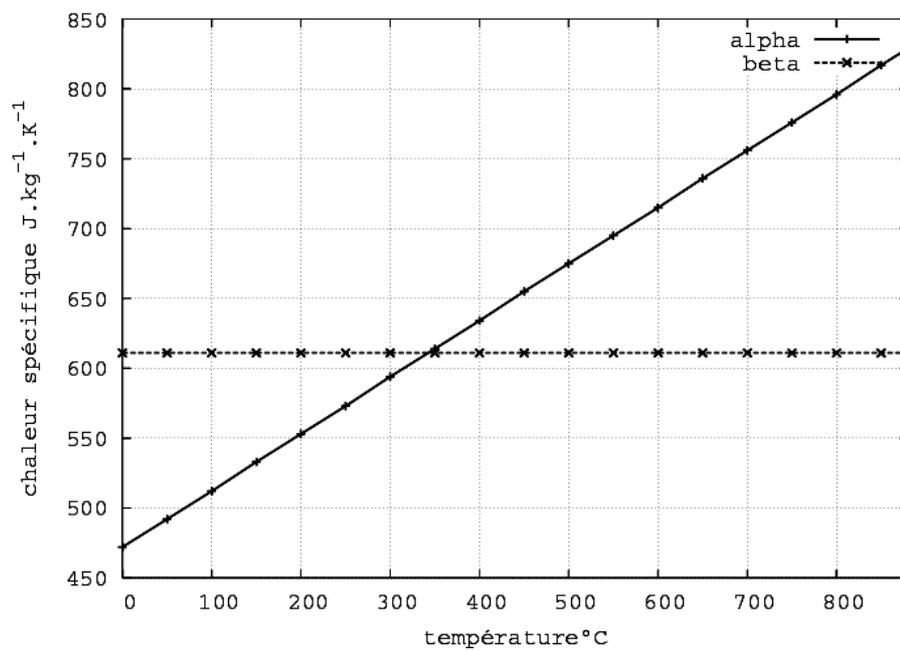


Figure 62 Chaleur spécifique des phases α et β en fonction de la température.

1.3.2.3 Conductivité thermique

Selon la méthodologie établie au LSG2M, la conductivité thermique est déduite de la mesure de la diffusivité thermique a en fonction de la température.

$$a = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (48)$$

La diffusivité thermique a été déterminée par la méthode Flash entre la température ambiante et 1000°C pour une vitesse de chauffage de 5°C.min⁻¹. La courbe expérimentale (Figure 63) montre une variation linéaire sur tout le domaine de température avec néanmoins une faible variation de pente dans le domaine β .

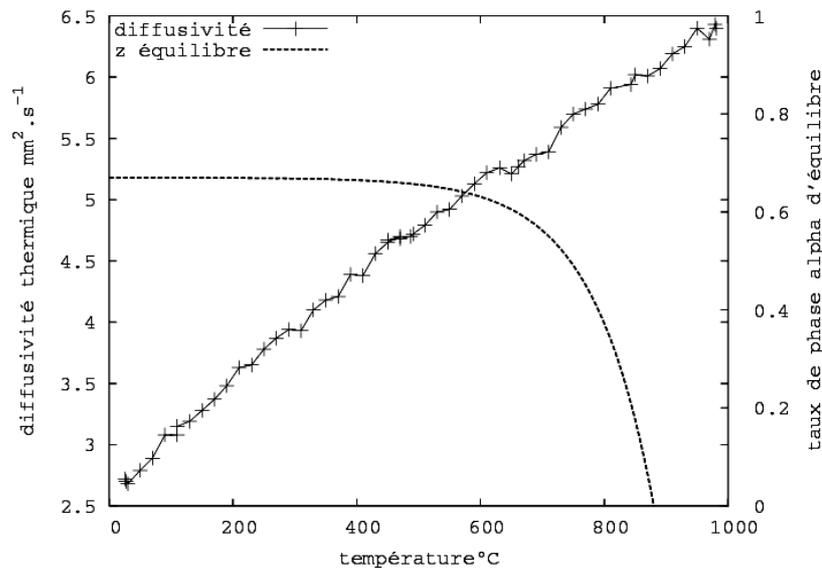


Figure 63 Diffusivité thermique expérimentale en fonction de la température et taux de phase α d'équilibre en fonction de la température.

Connaissant la masse volumique et la chaleur spécifique de la phase β , nous avons déterminé λ_β dans le domaine de température 880 – 980°C et nous l'avons extrapolée jusqu'à la température ambiante. Elle varie (Figure 64) de 4 à 18 W.m⁻².K⁻¹ entre 20 et 1000°C.

A partir de ces valeurs, de la chaleur spécifique et de la masse volumique, nous avons déduit la conductivité thermique de la phase α dans le domaine 20 – 880°C, dans lequel elle varie de 7 à 22 W.m⁻².K⁻¹ (Figure 64). Dans le titane pur [108], elle varie de 5 à 10 W.m⁻².K⁻¹, de l'ambiante à 500°C.

Avec l'ensemble des données thermophysiques ainsi déterminées pour chaque phase, nous avons calculé la diffusivité thermique en fonction de la température (Figure 65). Nous avons porté sur la figure deux calculs, l'un en considérant la conductivité thermique d'un mélange de phases en série et l'autre pour un mélange de phases en parallèle.

L'écart maximal entre calcul et mesure vaut 0,26 mm².s⁻¹, sachant que nous n'avons pas tenu compte dans nos calculs du dégagement de chaleur de transformation au cours de la mesure de diffusivité thermique. Nous remarquons que l'écart de calcul entre les deux hypothèses de calcul de la diffusivité (parallèle ou série) se limite à 0,15 mm².s⁻¹, ce qui peut être négligé par rapport aux incertitudes expérimentales.

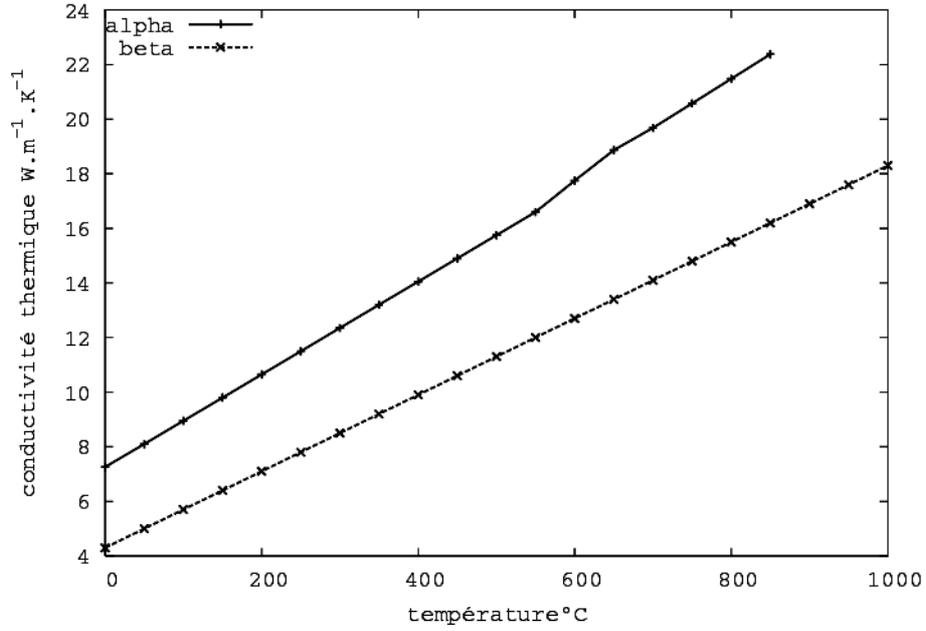


Figure 64 Conductivité thermique des phases α et β en fonction de la température.

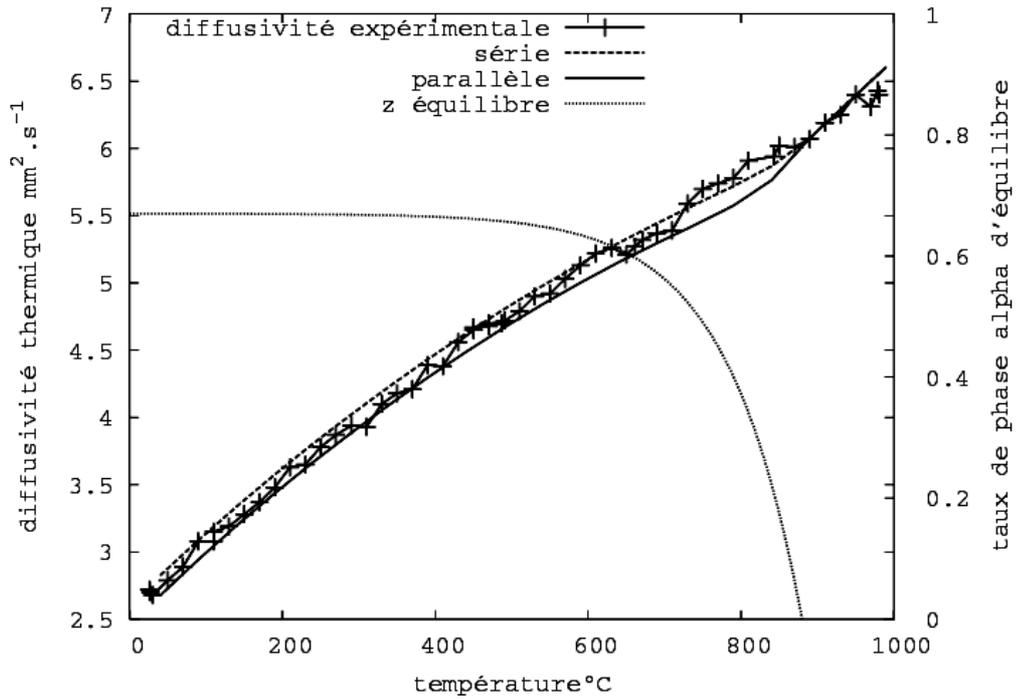


Figure 65 Diffusivité thermique en fonction de la température, expérimentale et calculée en supposant que les phases sont en série ou en parallèle ; taux de phase α d'équilibre en fonction de la température.

2 Simulation en conditions de température homogène et comparaison à l'expérience

Nous menons ici des simulations numériques pour les refroidissements des éprouvettes dont les résultats expérimentaux ont été présentés au §III.3. Nous ferons d'abord des calculs métallurgiques non couplés qui permettront de valider les hypothèses et données d'entrée du modèle métallurgique seul. Au préalable, nous situerons la modélisation de cinétiques isothermes par rapport à nos résultats expérimentaux. Puis des calculs thermique – métallurgie permettront de valider le couplage et les données thermophysiques utilisées.

2.1 Conditions isothermes

Les simulations en conditions isothermes ont été effectuées à 800, 750, 725, 700, 600 et 425°C, la comparaison avec l'expérience permettant d'évaluer les écarts introduits lors de la détermination des coefficients de la loi de JMA (§1.3.1).

A 800°C (Figure 66), où on ne forme que la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), il y a une bonne corrélation si on considère toute la durée de la transformation. Cependant pour des durées de transformation inférieures à 10000 s, l'écart entre simulation et expérience peut atteindre 15% pour la diffraction des rayons X et 10% pour la résistivité électrique.

A 750°C, la formation de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} s'effectue simultanément. L'écart avec les mesures de résistivité et les mesures de diffraction X synchrotron reste inférieur à 5% sur toute la durée de la transformation. L'écart avec les mesures de diffraction des rayons X est inférieur à 8%, à l'exception d'un point singulier à 3186 s où l'écart atteint 9%. Le calcul prévoit la formation de 8,5% de morphologie α_{WI} , ce qui ne peut être vérifié sur les micrographies.

A 725°C, où les 2 mécanismes sont aussi présents, la cinétique de transformation est également bien prédite avec cependant un écart d'environ 6% en fin de transformation, qui a pour origine la différence entre le taux de phase expérimental mesuré en diffraction des rayons X, qui a servi à normaliser notre courbe de résistivité électrique (58%) et la valeur de la courbe de taux de phase α d'équilibre à 725°C : 53% (Figure 31). Le taux final simulé de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) vaut 28%, ce qui est en accord avec les observations microstructurales présentées au §III.2.2.3.

A 700°C également les deux morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} peuvent se former simultanément. L'écart entre simulation et expérience (RX) atteint 9% pour la phase α en début de transformation à 200s. D'après notre simulation il n'y a alors que de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), ce que confirme l'observation (Figure 45a). Conformément à l'expérience, la quantité finale de cette morphologie est faible et se limite à 13% contre 43% de morphologie α_{WI} , ce que confirme l'observation en fin de traitement (Figure 43).

A 600°C, le modèle prévoit un début de transformation plus tardif que l'expérience. Ceci est dû aux incertitudes de mesure et aux interpolations faites sur le temps de début lors de l'établissement du jeu de données. Nous avons noté une incertitude sur les mesures expérimentales qui pouvait atteindre 15% de taux de phase α . L'écart entre simulation et expérience peut atteindre 30% dans le premier stade de la transformation et diminue lorsque la transformation progresse.

De même à 450°C, on observe un décalage en temps de début de transformation à cause des incertitudes de mesure de ce paramètre, mais ce décalage se réduit en fin de transformation.

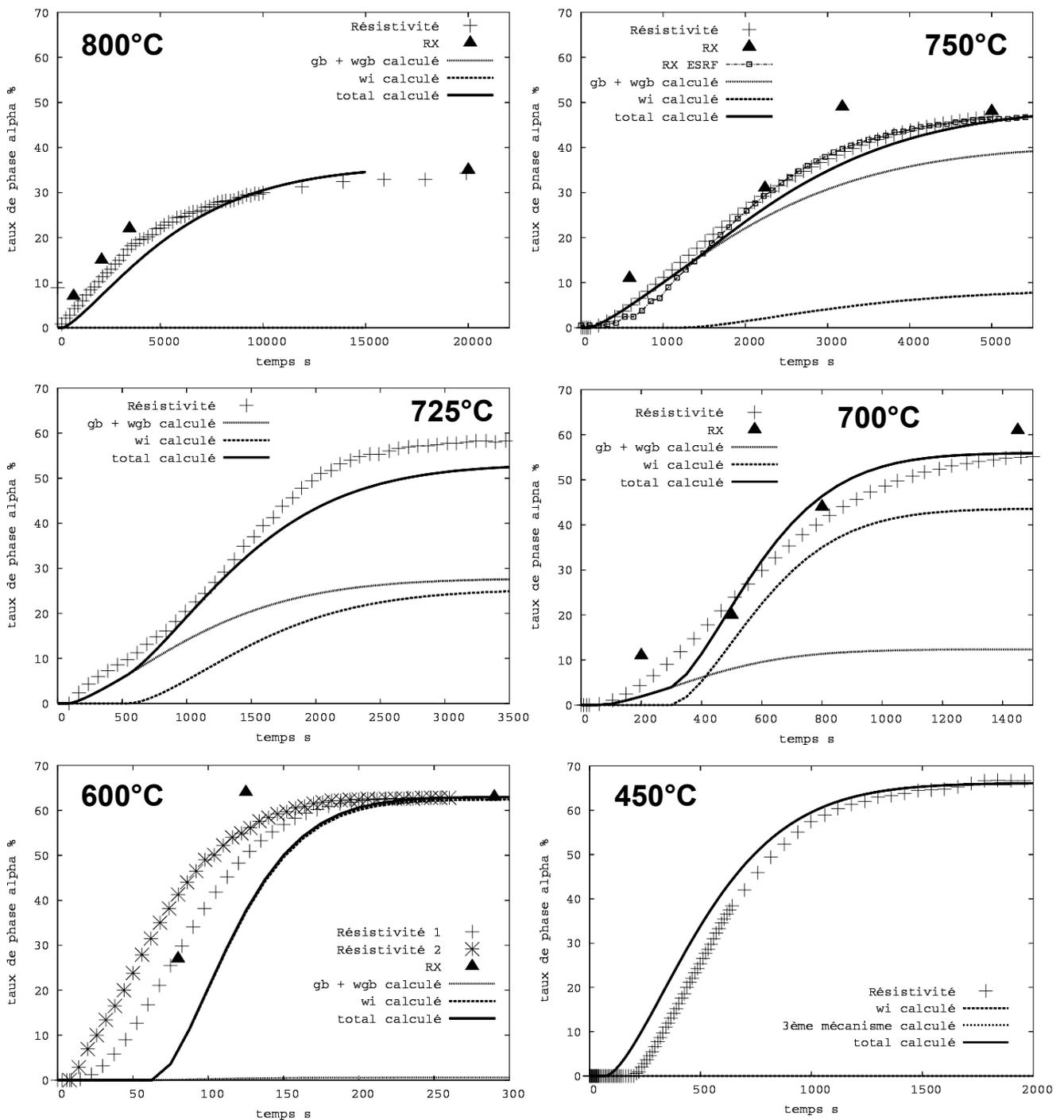


Figure 66 Cinétiques isothermes à 800, 750, 725, 700, 600 et 450°C. Comparaison entre l'expérience et la simulation par la loi de JMA.

2.2 Conditions anisothermes avec une évolution de température imposée

Après avoir présenté les comparaisons calcul – expérience pour les différents refroidissements étudiés expérimentalement au §III3, nous mènerons une discussion pour expliquer les résultats observés

2.2.1 Comparaison entre simulation et expérience

Les comparaisons calcul-expérience sont menées d'abord sur les cinétiques de formation de la phase α en fonction de la température (Figure 67 et Figure 69) et sur les vitesses de transformation (Figure 68) en cours de refroidissement, puis sur les microstructures en fin de refroidissement (Figure 70).

2.2.1.1 En cours de refroidissement

La comparaison des courbes d'évolution du taux de phase α en fonction de la température montre une bonne prédiction de la température de début de formation des morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} , quelle que soit la vitesse de refroidissement.

- A $0,02^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, l'écart entre simulation et expérience est inférieur à 12% de taux de phase α pendant toute la durée du refroidissement (Figure 67). Les vitesses de transformation sont également correctement prédites (Figure 68).

- A $0,05^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et dans une moindre mesure à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la quantité de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est surestimée entre 800 et 700°C , en raison d'une vitesse de précipitation simulée trop élevée par rapport aux mesures de résistivité (Figure 68).

Nous pouvons néanmoins noter que les températures auxquelles les vitesses de transformation sont maximales sont bien prédites par le calcul. Expérimentalement (résistivité) et par la simulation, elles valent respectivement :

- 682 et 700°C pour une vitesse de refroidissement de $0,05^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$,
- 668 et 678°C pour une vitesse de refroidissement de $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$,

soit un écart entre simulation et expérience de 18 et 10°C respectivement pour $0,05$ et $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. La comparaison des mesures de diffraction in situ effectuées à l'ESRF à $0,05^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ montre cependant moins d'écart avec la simulation (Figure 69b).

- A $0,5$ et $0,61^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la température de début de transformation est correctement prédite à 650°C pour les deux vitesses de refroidissement, mais on note une surestimation de la vitesse de précipitation de la morphologie α_{WI} . La courbe simulée rejoint la courbe expérimentale à 550 et 525°C respectivement pour $0,5$ et $0,61^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

- A $0,75$ et $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, nous relevons des écarts en vitesse de transformation et en valeur finale du taux de phase α . La vitesse de précipitation de la morphologie α_{WI} est surestimée de 50%.

Les résultats semblent aussi indiquer que la température de début de transformation de α_{WI} est sous estimée.

On peut noter qu'à $1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, la simulation prédit la précipitation de 2% d'($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) entre environ 700 et 600°C . Ce résultat est confirmé par l'observation de la microstructure trempée à 630°C (Figure 53a), où quelques colonies de α_{WGB} sont observables en l'absence de morphologie α_{WI} . La précipitation d' α_{WI} s'effectue, d'après la simulation, entre 620 et 550°C ce qu'on a confirmé par des observations microstructurales de traitements interrompus. Cependant, on note un écart important de quantité finale de phase α . Les observations microstructurales confirment également l'absence de la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation.

Quelles que soient les vitesses de refroidissement constantes analysées ici, la simulation prédit l'absence de la morphologie issue du troisième mécanisme. Expérimentalement, ce 3^{ème} mécanisme n'a pas non plus été mis en évidence en refroidissement continu dans le cadre de notre étude.

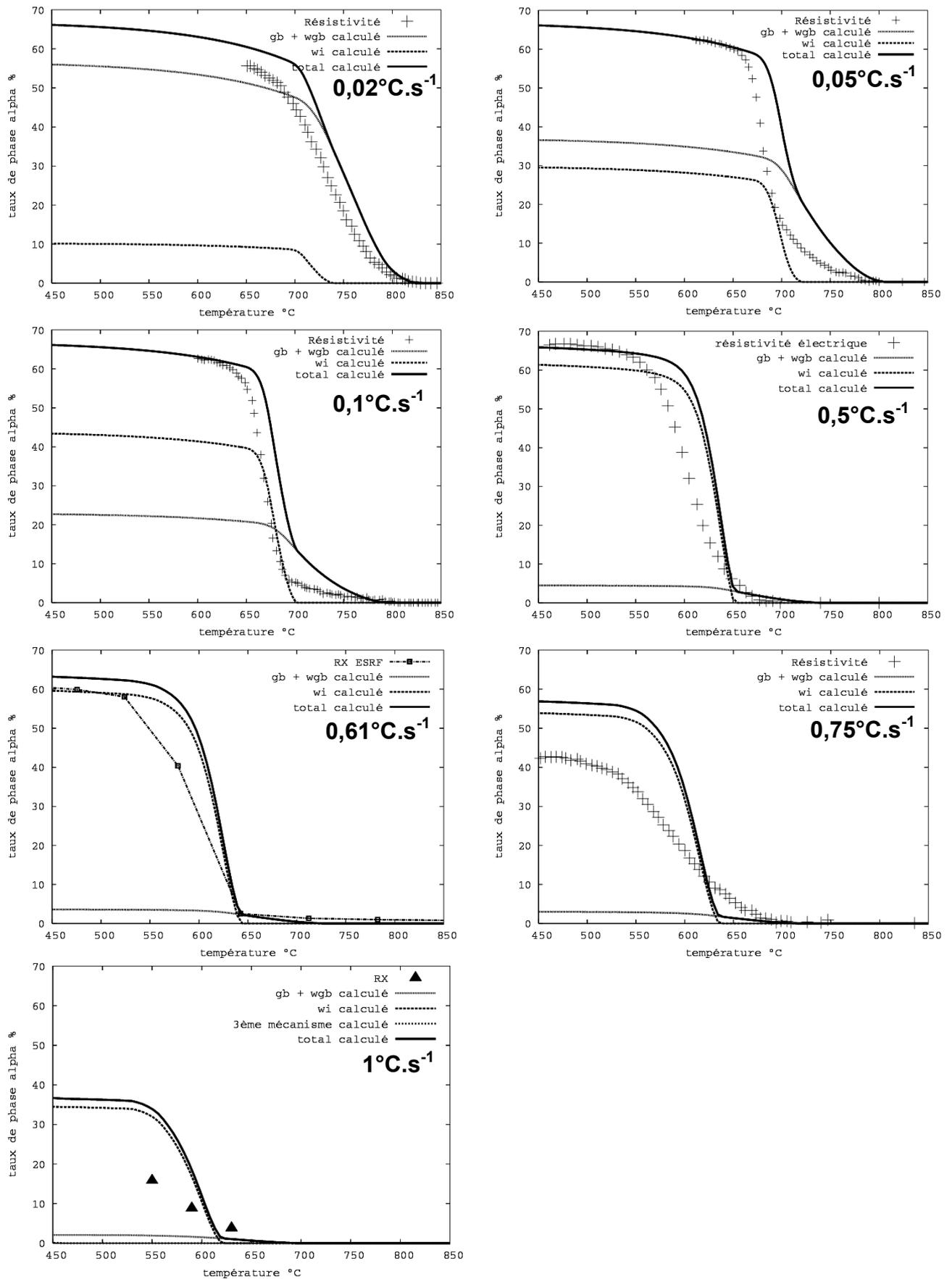


Figure 67 Cinétique de transformation à vitesse de refroidissement constante à 0,02, 0,05, 0,1, 0,5, 0,61, 0,75 et 1°C.s^{-1} . Simulation, résistivité (sauf à 1 et $0,61^{\circ}\text{C.s}^{-1}$), rayonnement synchrotron ($0,61^{\circ}\text{C.s}^{-1}$), RX (1°C.s^{-1}).

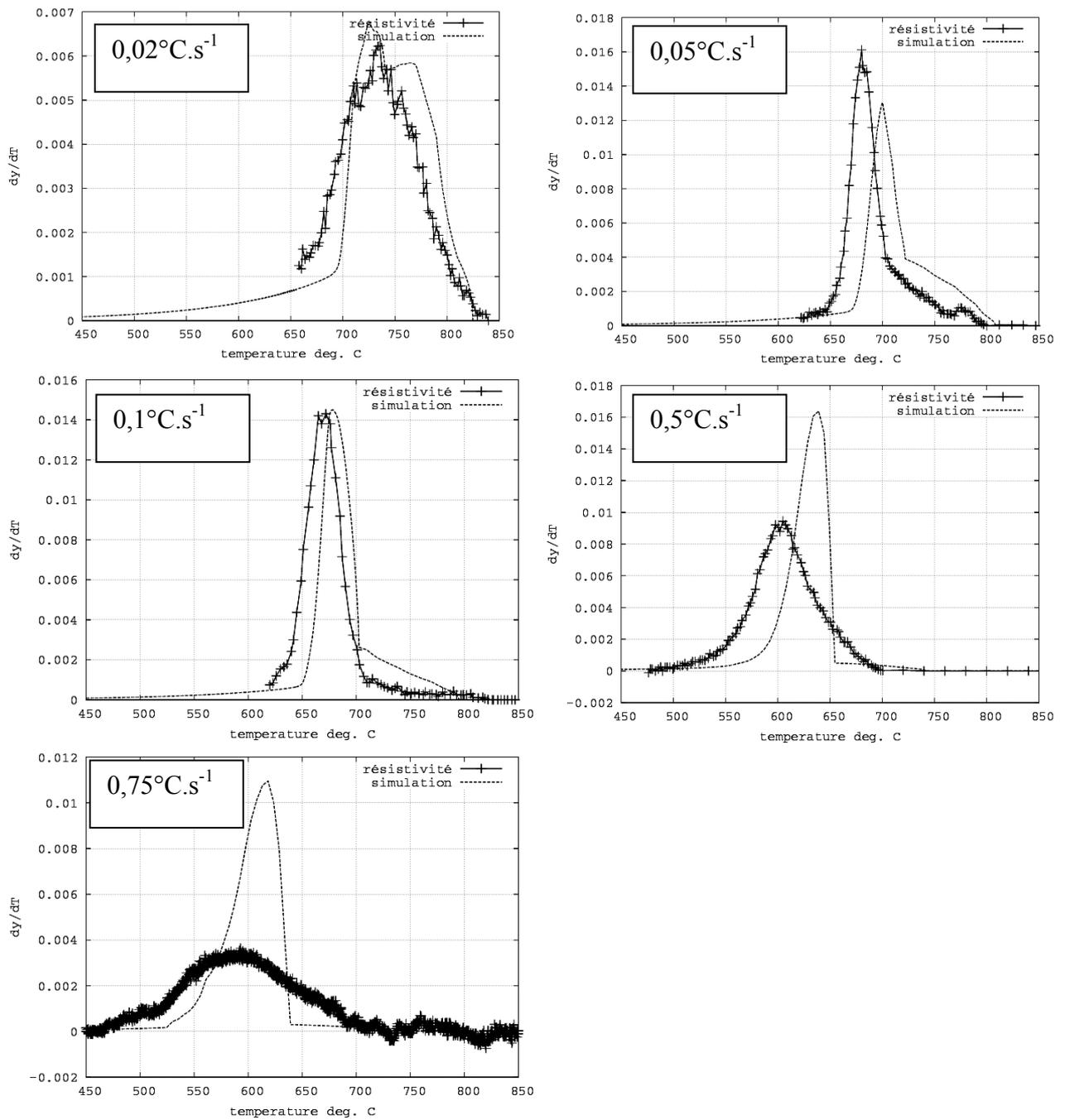


Figure 68 Dérivée du taux de phase α par rapport à la température en cours de refroidissement à vitesse constante de 0,02, 0,05, 0,1, 0,5 et $0,75^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Comparaison entre simulation et mesure de résistivité électrique.

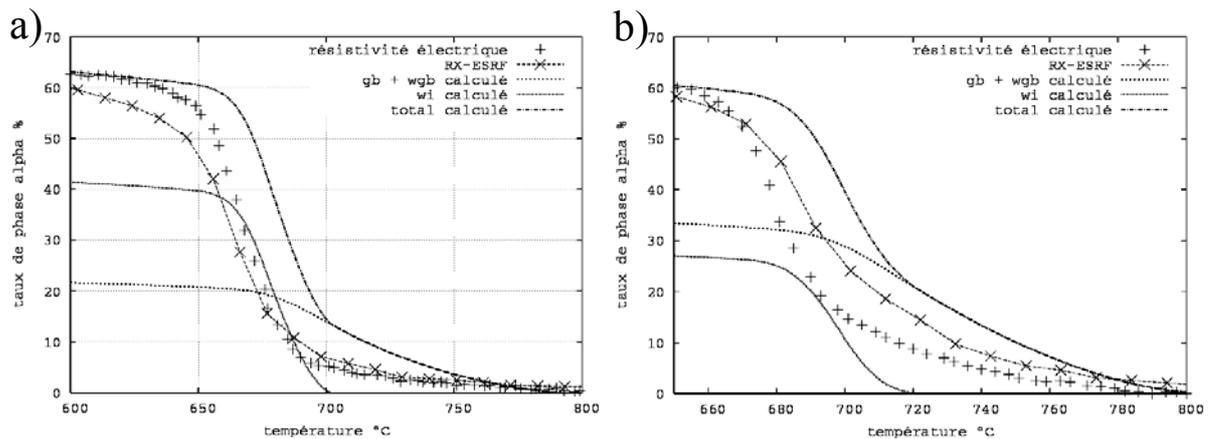


Figure 69 Evolution du taux de phase α en cours de refroidissement à vitesse constante de a) $0,1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et b) $0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Comparaison entre simulation, résistivimétrie in situ et diffraction des rayons X in situ, en rayonnement synchrotron.

2.2.1.2 En fin de refroidissement

Les taux de phase calculés sont comparés aux mesures sur la Figure 70. La fraction volumique de morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) a été mesurée par analyse d'images. Le taux de phase α global a été mesuré par diffraction des rayons X et le taux de morphologie α_{WI} a été déduit par soustraction.

Le taux de phase total calculé est supérieur au taux mesuré par diffraction des rayons X quelle que soit la vitesse de refroidissement. Pour les faibles vitesses de refroidissement, pour lesquelles le volume transformé est obtenu à des températures supérieures à 700°C , le taux de phase α ne peut réellement atteindre sa valeur d'équilibre à l'ambiante (67%) car la diffusion aux températures inférieures à 700°C est trop faible [3]. Si nous considérons le taux de phase α d'équilibre à 700°C qui est de 56% , nous voyons que le taux de phase α final pour les vitesses les plus lentes est proche de cette valeur.

La proportion prédite de morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) respecte les évolutions expérimentales avec un écart inférieur à 5% entre $0,05$ et $0,5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. L'écart important à $0,02^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ est en revanche plus délicat à comprendre. Des mesures complémentaires devraient être réalisées.

On constate qu'aussi bien en expérience qu'en simulation, la microstructure finale est très sensible à la vitesse de refroidissement lorsqu'elle se situe entre $0,5$ et $2^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. En effet dans ce domaine de vitesses le taux de phase α global simulé passe de 67 à 0% . Nous verrons dans la partie 3 que les traitements industriels effectués sur pièce massive sont souvent effectués dans cette gamme de vitesses.

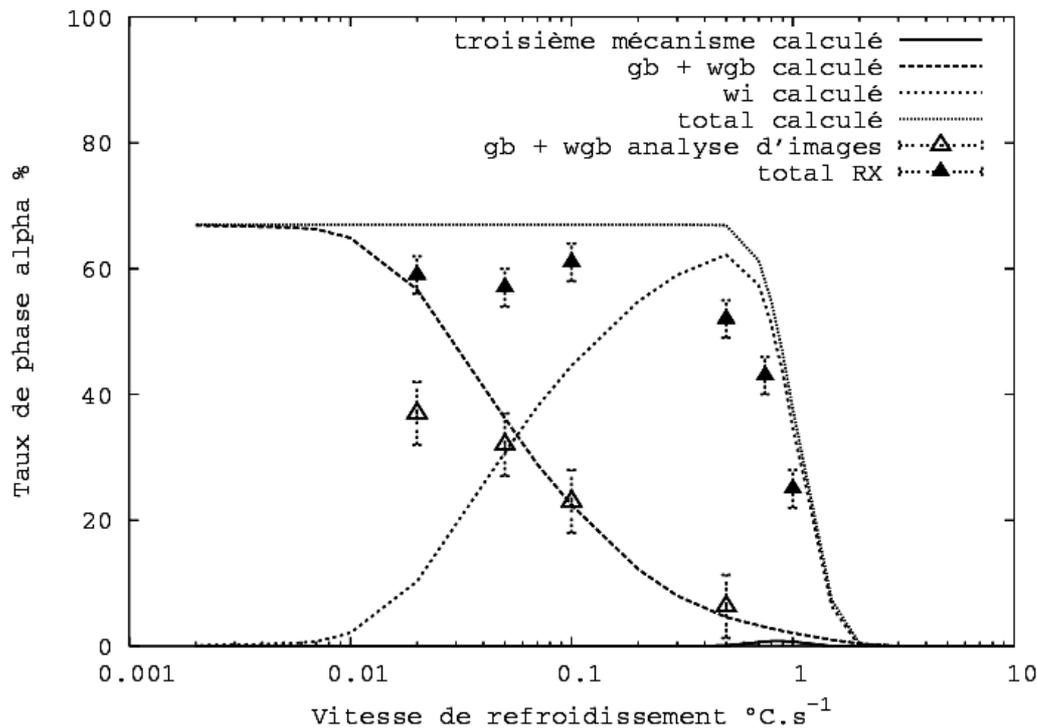


Figure 70 Evolution en fonction de la vitesse de refroidissement du taux expérimental de phase α global (diffraction des rayons X), $\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$ (Analyse d'images) et du taux de chaque morphologie simulé, en fin de refroidissement.

2.2.2 Discussion

Les résultats que nous venons d'analyser indiquent des cinétiques de transformation calculées plus rapides que celles mesurées pour les morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et pour la morphologie α_{WI} lorsque celle-ci est largement majoritaire. Nous allons analyser les origines possibles de ces écarts en revenant sur les hypothèses de notre modèle.

Nous avons simplifié la description des mécanismes de transformation pour pouvoir calculer l'évolution du taux de phase α avec la loi de JMA (§1.1.1.1). Nos hypothèses portaient notamment sur l'estimation du taux de phase α à l'intérieur du volume transformé et sur l'absence d'interactions entre les morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} en dehors du hard-impingement.

Validité de l'hypothèse d'un taux de phase α d'équilibre à l'intérieur du volume transformé

L'hypothèse du taux de phase à l'équilibre dans le volume transformé conduit à surestimer le taux de phase α au cours du refroidissement, surestimation qui sera d'autant plus importante que le refroidissement est rapide. Pour en évaluer l'incidence, nous avons considéré une autre hypothèse extrême qui ne tiendrait pas compte de l'épaississement des lamelles dans le volume transformé au cours du refroidissement et calculé le taux de morphologie α_{WGB} pour les différentes vitesses de refroidissement où apparaissent des taux notables de α_{WGB} , de 0,005 à 0,1°C.s⁻¹. La comparaison avec les résultats présentés précédemment est montrée dans le Tableau 5.

Comme attendu, l'écart entre les deux cas limites devient important lorsque la vitesse de refroidissement est inférieure à 0,05°C.s⁻¹. Mais nous constatons que pour la vitesse de

refroidissement la plus élevée, l'écart entre les deux hypothèses n'est que de 4% et que le taux d' α_{WGB} reste proche de la valeur expérimentale. Ce résultat confirme que notre hypothèse de départ est justifiée.

Vitesse de refroidissement	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1
% α_{WGB} Z fixe	36	40	39	27	18
% α_{WGB} Z= Z_{eq}	67	65	57	36	22

Tableau 5 Influence de l'épaississement des lamelles sur la fraction de morphologie α_{WGB} en fin de refroidissement continu

Validité de l'hypothèse d'absence d'interaction entre les morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI}

Cette hypothèse n'est certainement pas complètement justifiée, car nous pouvons avoir d'une part une influence de la précipitation de la morphologie α_{WI} sur la croissance des plaquettes de morphologie α_{WGB} et d'autre part une influence de la précipitation de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) sur la morphologie α_{WI} .

(i) Influence de la précipitation de la morphologie α_{WI} sur la croissance des plaquettes de morphologie α_{WGB}

Comme on peut l'observer en Figure 54a, la morphologie α_{WI} précipite préférentiellement à proximité ou sur les joints de grain. Or nous avons supposé une distribution aléatoire de la germination de la morphologie α_{WI} à l'intérieur des grains, si bien que nous sous estimons les interactions entre les aiguilles de morphologie α_{WI} avec les plaquettes d' α_{WGB} .

De plus, lorsque cela arrive, notre seule hypothèse d'interaction se limitant au hard impingement, notre calcul s'effectue comme si la plaquette d' α_{WGB} « traversait » l'aiguille d' α_{WI} et poursuivait ensuite sa croissance, ce qui n'est pas le cas sur les observations microstructurales, où l' α_{WI} est clairement un obstacle à la croissance de la morphologie α_{WGB} . A 0,05 et 0,1°C.s⁻¹ les écarts entre simulation et expérience deviennent significatifs en dessous d'une température de 750°C environ, soit lorsque la morphologie α_{WI} commence à se former. A 0,02°C.s⁻¹, les écarts restent faibles car la morphologie α_{WI} n'est présente qu'en faible quantité.

(ii) En ce qui concerne l'influence de la précipitation de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) sur la précipitation de la morphologie α_{WI} , nous pouvons noter que lors d'un refroidissement continu à une vitesse de refroidissement inférieure ou égale à 0,5°C.s⁻¹, la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) occupe une quantité non négligeable de joints de grain et du volume qui les entoure, c'est-à-dire des sites préférentiels de précipitation de la morphologie α_{WI} . Or nous avons obtenu nos coefficients de JMA à partir de traitements isothermes pendant lesquels la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) n'a pas eu le temps de précipiter. L'erreur produite doit être d'autant plus grande que la vitesse de refroidissement est faible, car la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) peut alors occuper un volume plus important. Cela se confirme lorsqu'on compare les écarts entre simulation et expérience sur les vitesses de transformation, qui sont plus marqués à 0,05 qu'à 0,1°C.s⁻¹.

Les écarts observés entre vitesse de transformation calculée et mesurée pour ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) ont donc vraisemblablement pour origine le fait que la précipitation de la morphologie α_{WI} n'est

pas distribuée aléatoirement comme on l'avait supposé et une prise en compte trop grossière des interactions entre différentes morphologies, par un facteur de hard impingement.

En ce qui concerne la surestimation de la vitesse de transformation pour la morphologie α_{WI} (cas des vitesses de refroidissement supérieures à $0,5 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), nous pouvons les attribuer en partie à la sous estimation de la température de début de transformation de α_{WI} . En effet, pour des températures supérieures à 650°C , les cinétiques de formation de α_{WI} se ralentissent fortement.

Par ailleurs, bien que leur quantité soit faible à l'issue de ces refroidissements rapides, les morphologies α_{GB} et α_{WGB} peuvent occuper suffisamment les joints de grain pour entraver la germination de la morphologie α_{WI} sur ces sites.

2.3 Conditions anisothermes avec une température homogène et une vitesse de refroidissement non imposée

Nous avons appliqué le calcul couplé thermique – métallurgie à des échantillons (de diamètre 3 et longueur 30 mm) refroidis à l'air et sous vide, depuis la température de mise en solution (920°C). Ces calculs nécessitent au préalable la détermination de l'enthalpie de transformation et du coefficient de transfert de chaleur entre l'éprouvette et le milieu de refroidissement.

2.3.1 Détermination de l'enthalpie de transformation

Cette mesure a été effectuée par analyse enthalpique différentielle (calorimètre haute température SETARAM, multiHTC). Un premier échantillon a subi 2 cycles de chauffage jusqu'à 1000°C puis un refroidissement à $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ (ou $0,17^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Un second échantillon a subi le même cycle thermique, mais à une vitesse de $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, toujours au chauffage et au refroidissement.

La Figure 71 donne les flux de chaleur mesurés au cours du refroidissement pour les deux vitesses. Nous observons bien le pic exothermique dû à la transformation de phase. Nous avons superposé aux courbes de flux les cinétiques de transformation calculées avec notre modèle métallurgique.

Pour les deux vitesses de refroidissement, il se forme comme attendu d'abord la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), puis la morphologie α_{WI} avec un taux global de 67%, résultat confirmé expérimentalement par diffraction des rayons X.

Nous pouvons noter que les débuts de transformation calculés correspondent approximativement au début du dégagement de chaleur et que la température du maximum du pic exothermique est légèrement décalée par rapport à la vitesse de transformation maximale calculée. On peut toutefois remarquer que ce décalage n'existe pas si on considère la cinétique de transformation mesurée par résistivité pour le refroidissement à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Il est également intéressant de remarquer que pour le refroidissement à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, l'augmentation du flux de chaleur entre 800 et 700°C peut être rattachée à la formation de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$).

Pour extraire l'enthalpie de transformation, nous avons déterminé des bornes d'intégration à partir de la ligne de base et du début de la transformation calculée. La borne supérieure vaut 780°C à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et 775°C à $0,17^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. La borne inférieure vaut 350°C à $0,1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et 362°C à $0,17^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

L'enthalpie de transformation estimée par ces trois expériences est de $49,1 \text{ J.g}^{-1}$, pour 67% de phase α formée.

Le taux de phase α à l'intérieur des deux échantillons, mesuré par diffraction des rayons X, donne une valeur de 67% dans les deux cas, ce qui correspond à la simulation.

Ainsi l'enthalpie de transformation correspondant au mélange biphasé, qui sera prise en compte dans le calcul est de $73,3 \text{ J.g}^{-1}$. Dans la littérature, les valeurs disponibles pour le titane pur se situent entre 80 et 92 J.g^{-1} .

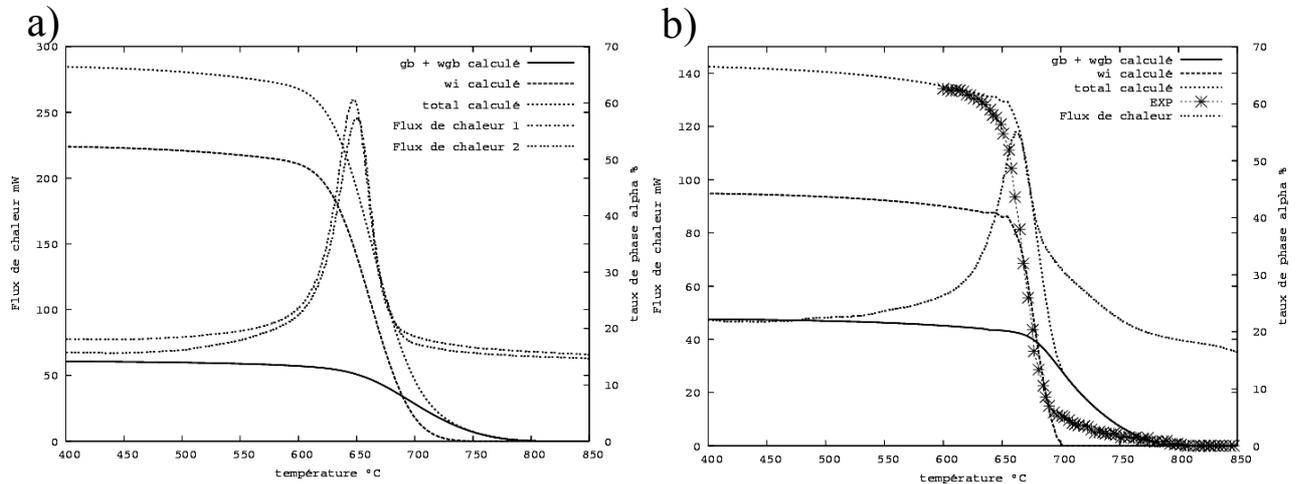


Figure 71 Courbes d'analyse enthalpique différentielle mesurées au refroidissement et cinétique de transformation de phase calculée et mesurée par résistivimétrie. a) $0,17^\circ\text{C.s}^{-1}$; b) $0,1^\circ\text{C.s}^{-1}$.

2.3.2 Refroidissement sous vide

L'évolution de température a été mesurée (Figure 72) lors d'un refroidissement sous vide (5.10^{-5} mbar). La vitesse de refroidissement diminue d'abord de 7 à environ 1°C.s^{-1} entre 920 et 600°C puis cette diminution se ralentit en dessous de 600°C . Il n'y a pas de dégagement de chaleur observable sur la courbe d'évolution de température qui serait le signe d'une transformation de phase. La microstructure finale observée (Figure 73) comporte les trois morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} en faibles quantités et le taux global de phase α mesuré par diffraction des rayons X vaut 5%.

Pour effectuer le calcul couplé thermique – métallurgie, nous avons déterminé le coefficient de transfert de chaleur par méthode inverse. Sa variation avec la température est faible : il varie de 2 à $28 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ de l'ambiante à 900°C . La Figure 72 montre la comparaison calcul – expérience pour les évolutions de température et la cinétique de transformation calculée.

Le calcul prédit la précipitation de la morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) à partir de 600°C , de la morphologie α_{WI} entre 570 et 530°C , puis de la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation entre 467 et 400°C . Les taux finaux obtenus sont respectivement de 0,4, 2,8 et 3,7%, avec un total de 6,9% en accord avec la mesure par diffraction des rayons X (5%). Notons que la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation n'est pas clairement identifiable sur la micrographie. Les températures expérimentale et simulée diffèrent au plus de 20°C .

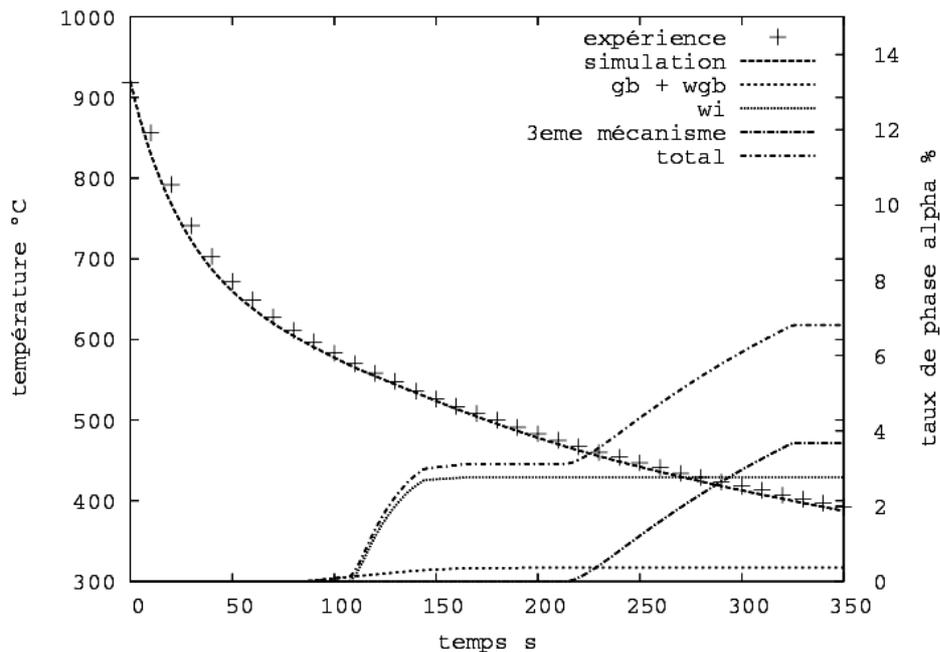


Figure 72 Température et taux calculé des différentes morphologies en fonction du temps au cours d'un refroidissement sous vide.

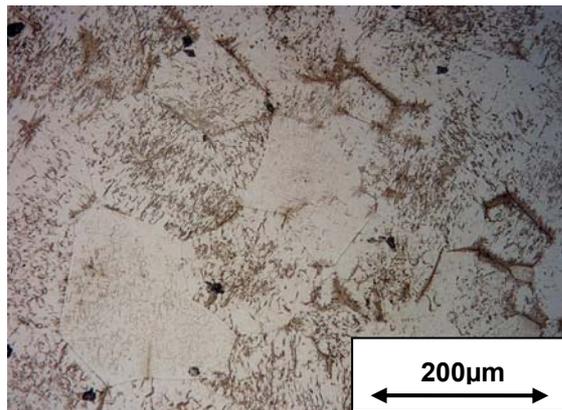


Figure 73 Microstructure en fin de refroidissement dans le vide ($5 \cdot 10^{-5}$ mbar) après mise en solution 30 minutes à 920°C . Microscopie optique.

2.3.3 Refroidissement dans l'air

La Figure 74 donne l'évolution de température mesurée de l'échantillon. Les vitesses de refroidissement sont plus élevées que dans le cas du refroidissement sous vide (elles sont de $9,6$ et $1,2^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ dans des intervalles de température respectifs de 920 à 630 et de 630 à 450°C). L'analyse thermique ne permet pas d'observer de dégagement exothermique associé à la précipitation de la phase α . La microstructure obtenue en fin de traitement (Figure 75) ressemble à celle obtenue après refroidissement dans le vide. Le taux de phase α obtenu par diffraction des rayons X est de 4% .

Comme précédemment, nous avons déterminé le coefficient de transfert de chaleur par méthode inverse. Il varie de 1 à $74 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ de l'ambiante à 900°C . Les évolutions de température calculée et mesurée sont données Figure 74. Notre surestimation de la température à 175 s provient de notre ajustement du coefficient de transfert de chaleur. Le calcul couplé

prédit un taux de phase α final de 5,6% en accord avec la mesure. La morphologie obtenue se composant exclusivement de celle qui est issue du troisième mécanisme de transformation. C'est effectivement ce qu'on observe sur la microstructure finale obtenue (Figure 75). La diffraction des rayons X donne un taux de phase final de 4%.

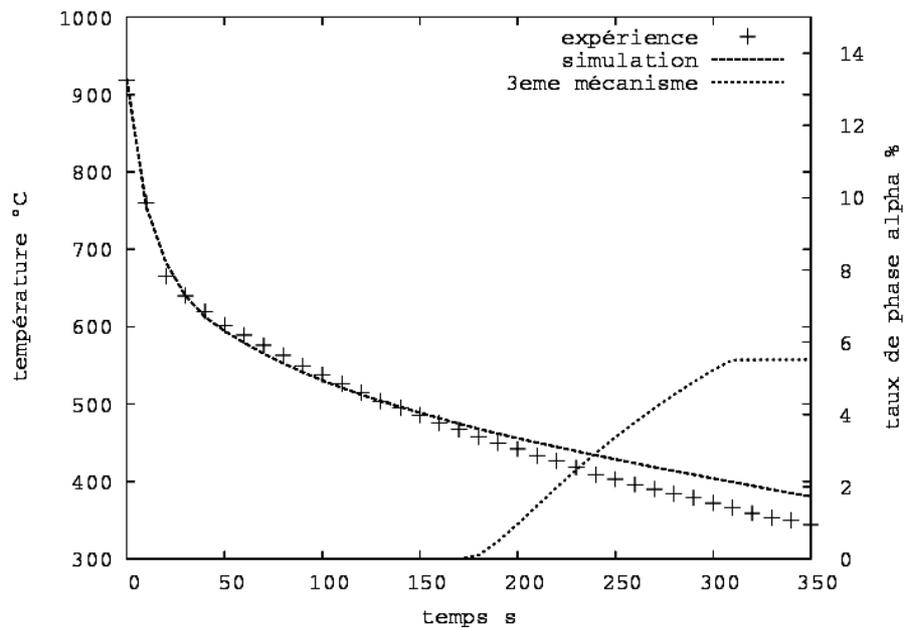


Figure 74 Température et taux calculé des différentes morphologies en fonction du temps au cours d'un refroidissement sous vide.

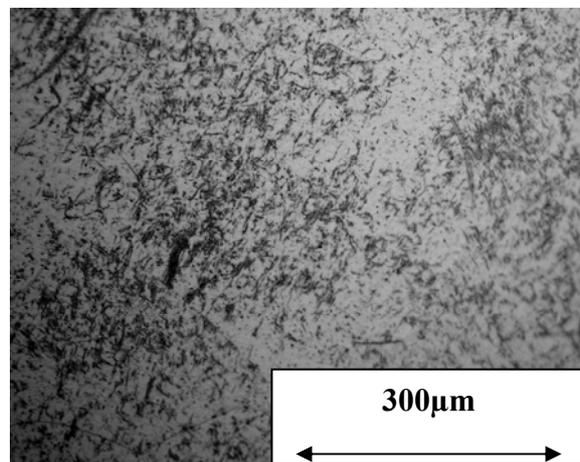


Figure 75 Microstructure en fin de refroidissement dans l'air après mise en solution 30 minutes à 920°C. Microscopie optique.

3 Simulation en conditions de température hétérogène et comparaison à l'expérience.

Nous considérons ici le refroidissement de pièces massives dans lesquelles sont générés des gradients thermiques qui sont calculés en résolvant l'équation de conduction de la chaleur couplée avec le calcul d'évolution microstructurale. Pour mener la validation expérimentale de nos calculs, nous avons réalisé des expériences de refroidissement sur des cylindres de 40 mm de diamètre et 120 mm de long instrumentés de thermocouples et caractérisé les microstructures finales.

Ces pièces de géométrie cylindrique ont été choisies pour des raisons de simplicité et de reproductibilité expérimentale, comme ce fut le cas lors des études antérieures menées au LSG2M. Nous avons aussi étudié un cas de refroidissement d'une pièce industrielle en Ti17.

3.1 Refroidissement de cylindres

Nous présentons d'abord les résultats expérimentaux, puis les comparaisons calcul – expérience.

3.1.1 Expérience

Pour valider au mieux le calcul couplé thermique – métallurgie, l'idéal est de réaliser des expériences de trempe donnant lieu à la fois à des gradients thermiques et à des gradients de microstructure élevés. Dans notre étude, il n'a pas été possible de trouver un tel traitement thermique tout en conservant une taille d'éprouvette raisonnable à l'échelle d'une expérience de laboratoire. Aussi, afin de couvrir une large gamme de vitesses de refroidissement, nous avons réalisé une trempe à l'eau à 20°C, une trempe à l'huile à 20°C et un refroidissement à l'air de cylindres de diamètre 40 mm et de hauteur 120 mm après mise en solution à 920°C pendant 30 minutes. Pour les maintenir verticalement dans le four les cylindres ont été soudés sur une plaque métallique (Figure 76).

La durée du transfert entre le four et le bac de trempe est inférieure à 5 secondes. Au vu des lois de refroidissement obtenues (Figure 77 et Figure 78) et des études métallurgiques précédentes, nous pouvons nous attendre à ce que les trempes à l'eau et à l'huile ne conduisent à aucune transformation de phase.

Aussi un traitement supplémentaire a été effectué de manière à ce qu'il se produise une transformation de phase dans le cylindre : nous avons imposé à l'échantillon un refroidissement dans le four entre 920 et 800°C (conduisant à une vitesse de refroidissement de $0,03 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), un maintien à 800°C de 6900 s, puis un refroidissement à l'air.

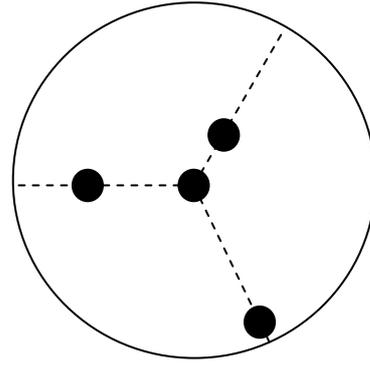
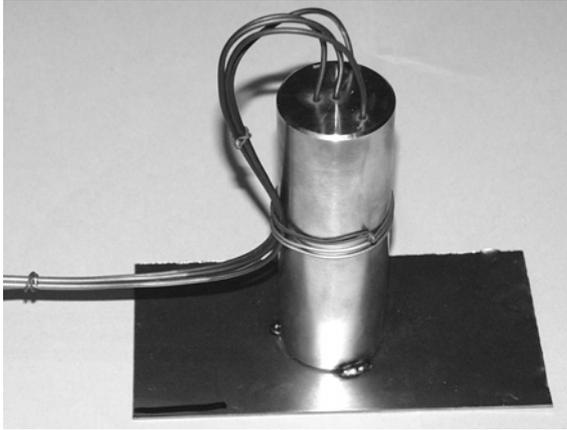


Figure 76 Echantillon de diamètre 40 mm et hauteur 120 mm équipé de 4 thermocouples situés dans le plan médian à 3, 6, 7, 13,3 et 20 mm de la surface.

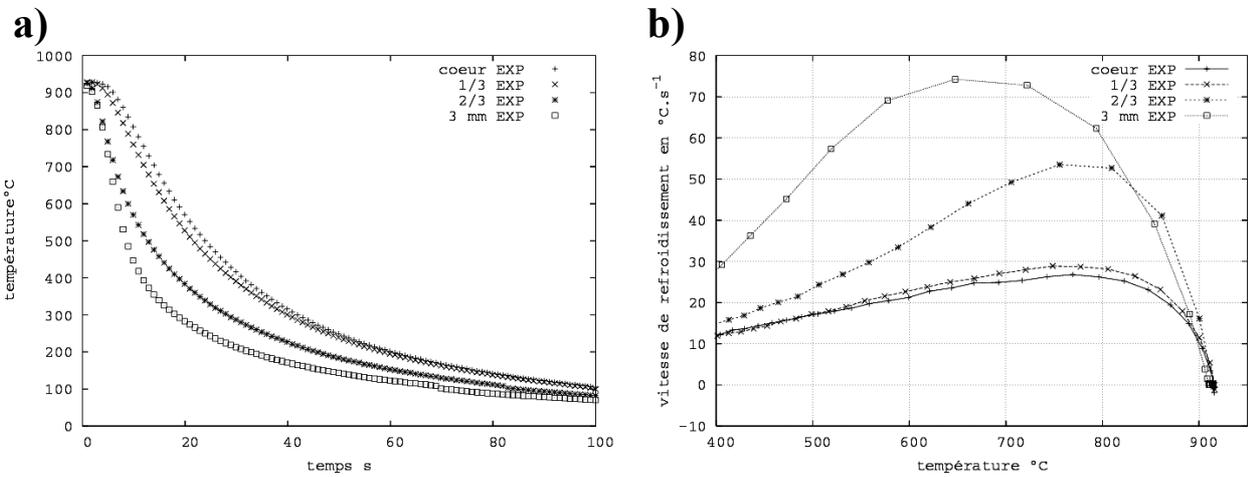


Figure 77 a) Température en fonction du temps et b) vitesse de refroidissement en fonction de la température. Trempe à l'eau à 20°C après une mise en solution de 30 minutes à 920°C.

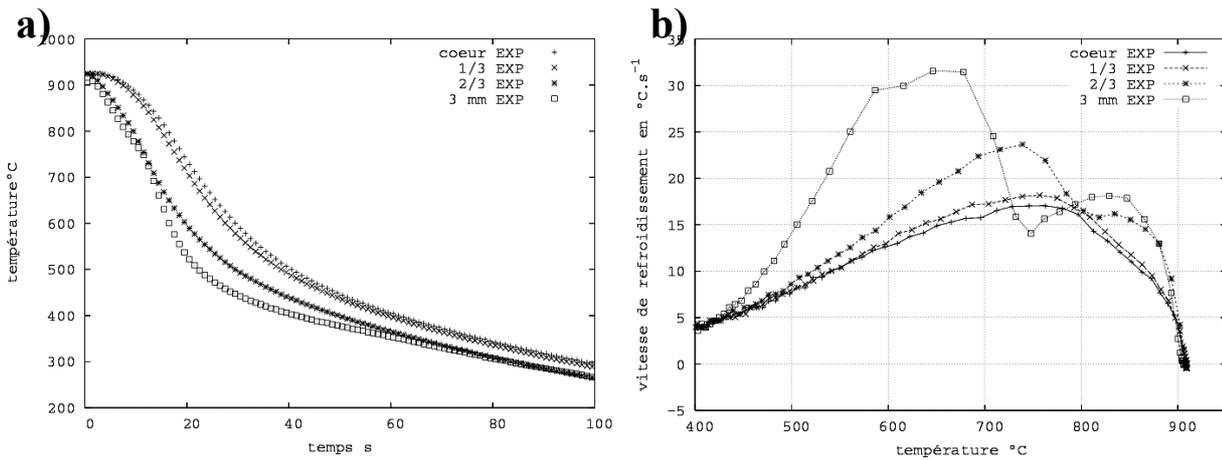


Figure 78 a) Température en fonction du temps et b) vitesse de refroidissement en fonction de la température. Trempe à l'huile après une mise en solution de 30 minutes à 920°C.

La trempe dans l'eau est caractérisée par des vitesses de refroidissement élevées (qui peuvent atteindre $75^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ à 3 mm sous la surface). La différence maximale de température entre le cœur et 3 mm sous la surface atteint 400°C . Les courbes de refroidissement ne montrent pas d'effet thermique associé à un changement de phase.

La trempe dans l'huile est moins rapide : la différence maximale de température entre le cœur et 3 mm sous la surface est de 200°C . Les vitesses de refroidissement sont environ deux fois moins élevées que dans l'eau. L'évolution en fonction de la température de la vitesse de refroidissement dans l'huile près de la surface n'est pas monotone mais présente une augmentation brutale vers 750°C qui correspond à la transition entre le régime de caléfaction et d'ébullition.

Pour ces deux traitements, la vitesse de refroidissement est à chaque instant trop élevée pour permettre à la phase α de précipiter, ce que confirment les observations métallographiques (Figure 79) et la diffraction des rayons X sur l'échantillon trempé à l'huile.

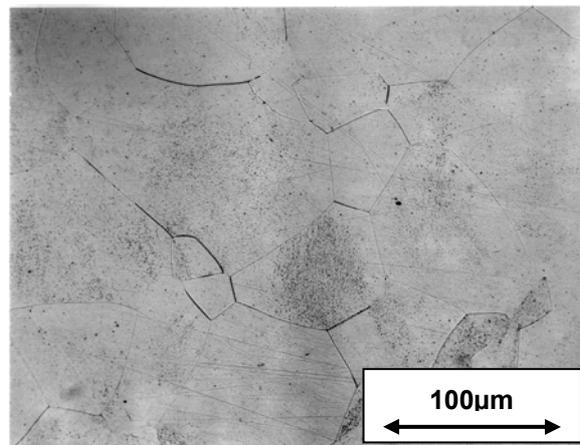


Figure 79 Microstructure en fin de trempe à l'huile après mise en solution à 920°C . (Microscopie optique).

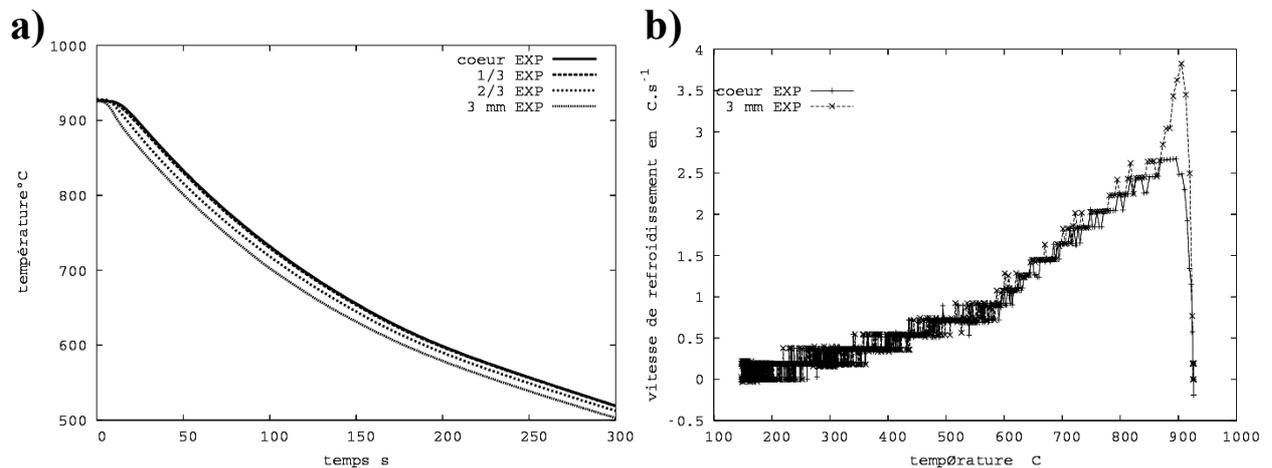


Figure 80 Température en fonction du temps et vitesse de refroidissement en fonction de la température. Refroidissement à l'air après mise en solution à 920°C .

Le refroidissement à l'air est bien sûr plus lent que ceux obtenus dans l'eau ou dans l'huile : la vitesse de refroidissement maximale mesurée est inférieure $4^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Les gradients thermiques sont beaucoup plus faibles : la différence de température entre le cœur et la surface se limite à 33°C , en début de refroidissement.

Ces vitesses de refroidissement laissent prévoir la précipitation de phase α en quantité non négligeable, comme le confirme l'observation microstructurale en fin de refroidissement

(Figure 81) ainsi que la mesure de taux de phase par diffraction des rayons X qui donne 11%. La microstructure a un aspect proche de celle d'un refroidissement continu à $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (Figure 53d) avec de la morphologie α_{WGB} et α_{WI} , mais on ne peut pas exclure le présence du 3^{ème} mécanisme. Elle a un aspect homogène sur toute la section de l'échantillon, de même que le taux de phase déterminé par diffraction des rayons X, comme cela était prévisible au vu des faibles gradients thermiques.

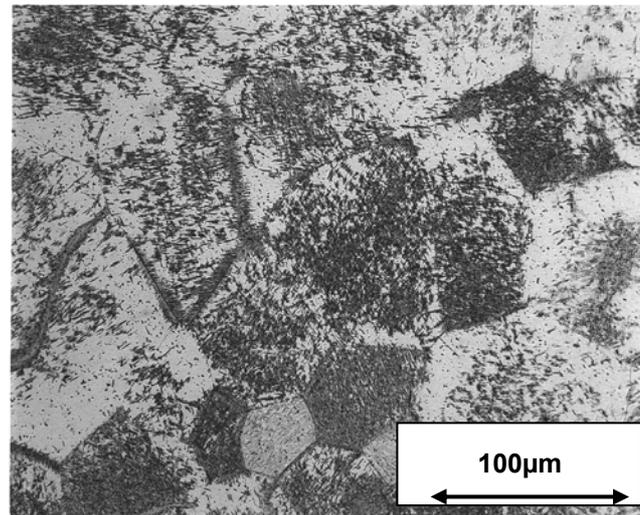


Figure 81 Microstructure en fin de refroidissement à l'air après mise en solution à 920°C . Microscopie optique.

Dans le cas du refroidissement dans le four jusqu'à 800°C puis à l'air, la différence de température entre le cœur et à 3 mm de la surface reste inférieure à 25°C et en dessous de 500°C , la température est pratiquement homogène dans l'échantillon.

Vers 600°C , la transformation de phase se traduit par une diminution de la vitesse de refroidissement (Figure 82) liée à la précipitation de la morphologie α_{WI} qui s'est formée dans ce domaine de température. On l'observe effectivement dans la microstructure finale, ainsi que la morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$). Le taux de phase α total mesuré en fin de traitement thermique par diffraction des rayons X, est de 46%. La microstructure est homogène dans tout le volume de l'échantillon.

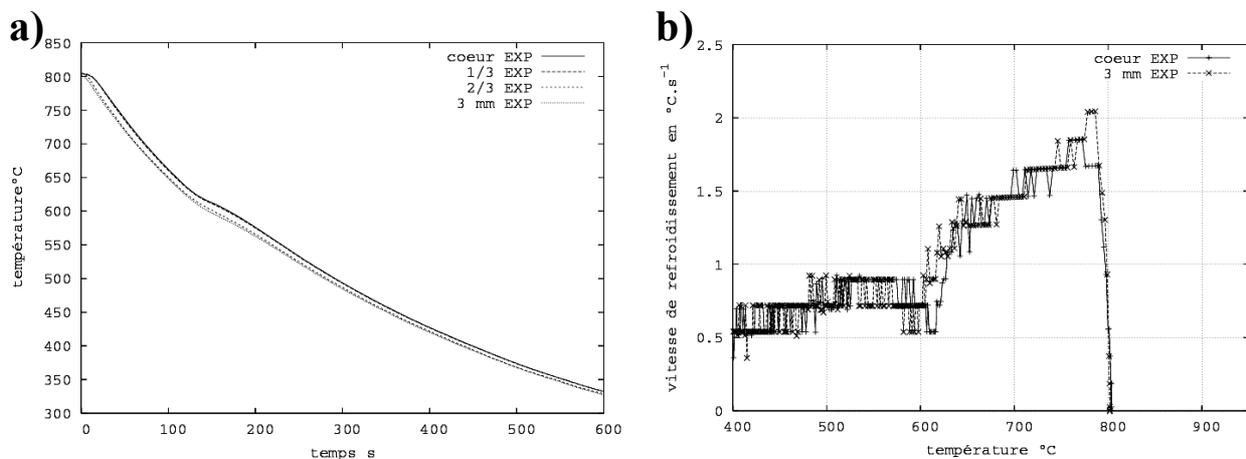


Figure 82 Refroidissement avec maintien isotherme à 800°C . a) Evolution de la température en fonction du temps et b) de la vitesse de refroidissement en fonction de la température.

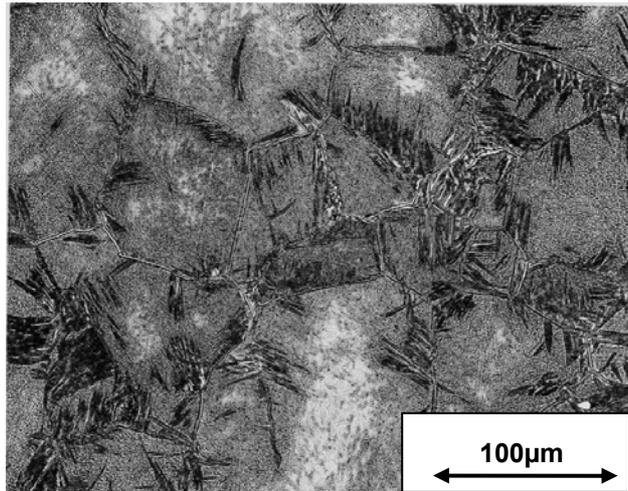


Figure 83 Microstructure en fin de refroidissement à l'air après mise en solution à 920°C et maintien isotherme à 800°C. (Microscopie optique).

3.1.2 Simulation numérique et comparaison calcul - expérience

Le calcul par éléments finis a été réalisé avec une hypothèse 2D axisymétrique, avec la même condition de transfert de chaleur sur la surface latérale et aux extrémités. Pour le maillage, nous avons utilisé des éléments quadratiques à 8 nœuds, avec une progression géométrique, de façon à affiner le maillage dans la zone où les gradients thermiques sont les plus élevés. La maille de surface a ainsi une taille de 0,35 mm.

Le pas de temps est géré automatiquement en fonction d'un critère de variation maximale de température entre 2 pas de temps.

Les simulations numériques nécessitent comme données d'entrée les évolutions des coefficients de transfert convectif en fonction de la température de surface pour chaque milieu de refroidissement. Nous les avons estimés par approches successives de manière à ce que l'évolution simulée de la température à 3 mm sous la surface reproduise le mieux possible l'expérience.

3.1.2.1 Trempes dans l'eau et dans l'huile

Comme attendu, le coefficient de transfert convectif dans l'eau est beaucoup plus élevé que celui dans l'huile.

La Figure 84 et la Figure 85 donnent la comparaison entre les évolutions de température mesurée et calculée respectivement pour la trempe à l'eau et à l'huile, aux quatre points de mesure. Nous avons aussi porté la courbe calculée en surface qui permet de visualiser les gradients thermiques élevés près de la surface : la différence de température entre le cœur et la surface atteint 700 et 400°C dans le cas d'une trempe eau et d'une trempe huile respectivement.

Dans les deux cas de trempe, nous notons des vitesses de refroidissement calculées plus faibles que celles mesurées dans le début du refroidissement, ce qui conduit à un « décalage » des courbes calculées par rapport aux courbes mesurées. Ces écarts peuvent provenir de nos données thermophysiques pour la phase β , notamment l'extrapolation de λ_β vers les basses températures et l'hypothèse de C_β constante.

Les conditions limites de notre calcul du champ de température sont également à prendre en compte. Nous avons en effet considéré une hypothèse 2D axisymétrique alors qu'au vu du dispositif expérimental (cylindre soudé sur une plaque), ces conditions limites sont certainement plus complexes.

Pour ces deux traitements, le calcul couplé thermique – métallurgie prédit l'absence de précipitation de phase α . Un calcul en conditions de température homogène et imposée, en prenant l'évolution en fonction du temps de la température au cœur de l'échantillon a confirmé ce résultat.

Ainsi ces deux traitements permettent une première validation du modèle pour un échantillon composé uniquement de phase β métastable.

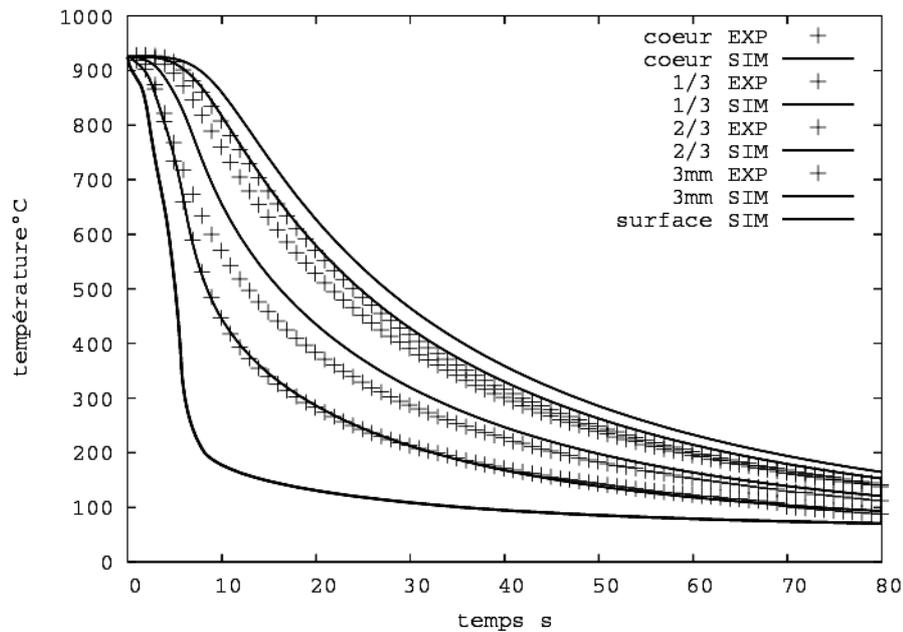


Figure 84 Température en fonction du temps calculée et mesurée pour les 4 thermocouples et calculée à la surface. Trempe dans l'eau.

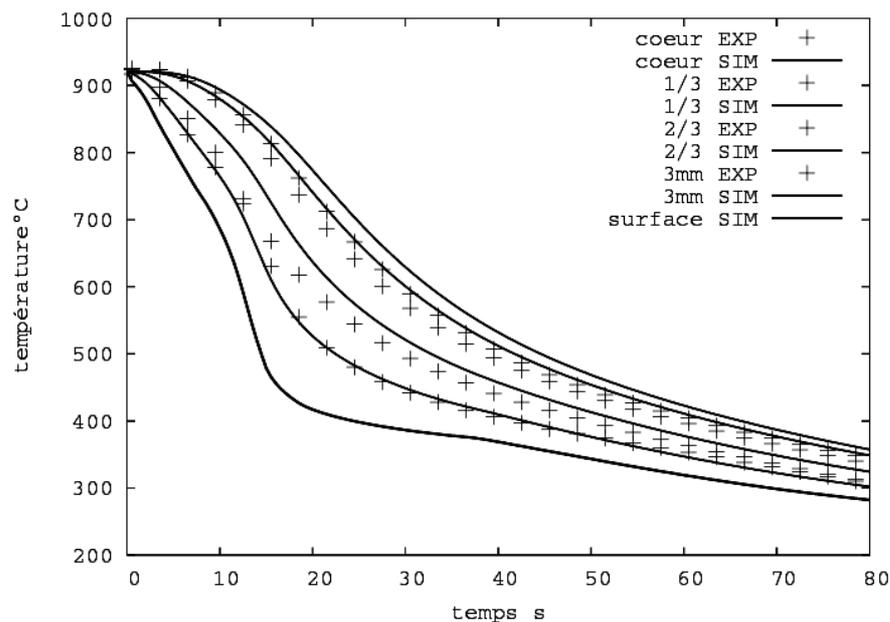


Figure 85 Température en fonction du temps calculée et mesurée pour les 4 thermocouples et calculée à la surface. Trempe dans l'huile.

3.1.2.2 Refroidissement à l'air après mise en solution à 920°C

La Figure 86 montre la comparaison calcul – expérience et la cinétique de transformation calculée.

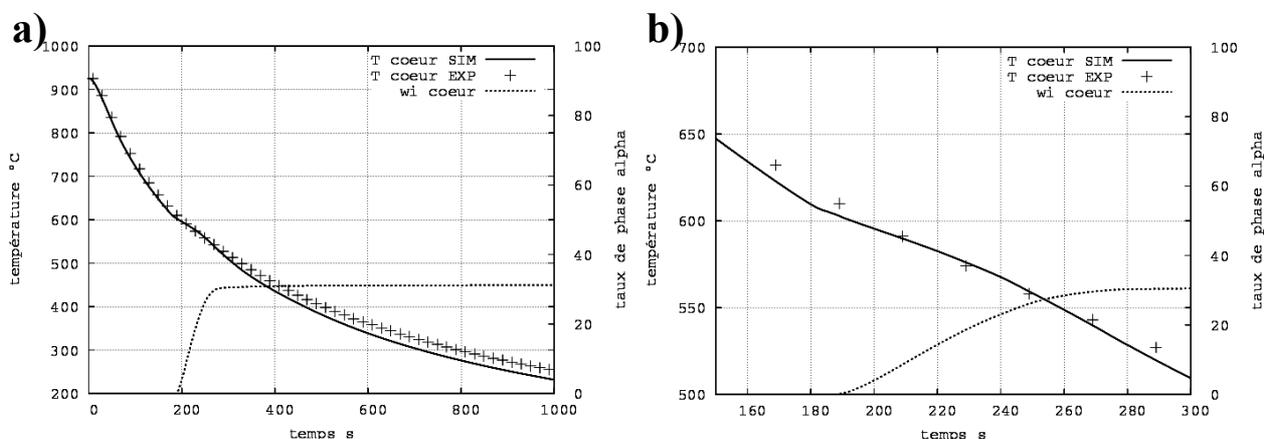


Figure 86 a) Evolution de la température et de la proportion de morphologie α_{WI} lors d'un refroidissement à l'air après mise en solution à 920°C à cœur du cylindre. Comparaison entre simulation et expérience. b) Zoom.

L'écart simulé entre la température au cœur de l'échantillon et à 3 mm sous la surface reste inférieur à 20°C, de même que pour les mesures.

L'écart entre les températures expérimentales et simulées à cœur reste inférieur à 13°C. L'effet thermique lié à la transformation de phase est légèrement surestimé. Le taux de phase α final calculé est de 36%, soit environ 3 fois le taux mesuré en diffraction des rayons X (11%), ce qui pourrait expliquer notre surestimation du dégagement exothermique. On retrouve dans ce cas la surestimation de quantité de morphologie α_{WI} qu'on avait mise en évidence lors de la simulation d'un refroidissement continu à 1°C.s⁻¹. Les raisons possibles de cette surestimation ont été données précédemment.

3.1.2.3 Refroidissement à l'air avec maintien isotherme à 800°C

Lors du refroidissement dans le four et du maintien isotherme à 800°C, il n'y a pas de gradient thermique dans l'échantillon, aussi avons nous calculé le taux de phase avec le modèle métallurgique en imposant la loi de refroidissement. Nous avons obtenu 12% de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) formée à la fin du maintien à 800°C.

La Figure 87 montre les lois de refroidissement mesurées et calculées à cœur du cylindre. L'évolution de température est bien représentée par le calcul en particulier dans le domaine de transformation de phase. Les écarts calculs-expérience en dessous de 570°C sont liés à la précision de notre détermination du coefficient de transfert de chaleur. Le taux final de phase α est de 48%, ce qui est en bon accord avec l'expérience (46%).

Le calcul prédit une augmentation du taux de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) de 12 à 30% pendant le refroidissement à l'air. Il est intéressant de noter que le volume transformé calculé passe seulement de 39 à 43% en fin de traitement, ce qui signifie que les colonies d' α_{WGB} n'ont pratiquement pas le temps de croître. Cependant, le taux de cette morphologie passe de 12 à 30% à cause de l'épaississement des lamelles conduisant au taux de phase α d'équilibre à l'intérieur du volume transformé. Le taux de morphologie α_{WI} simulé vaut 18%, ce qui est confirmé par l'aspect de la microstructure finale au cœur des grains.

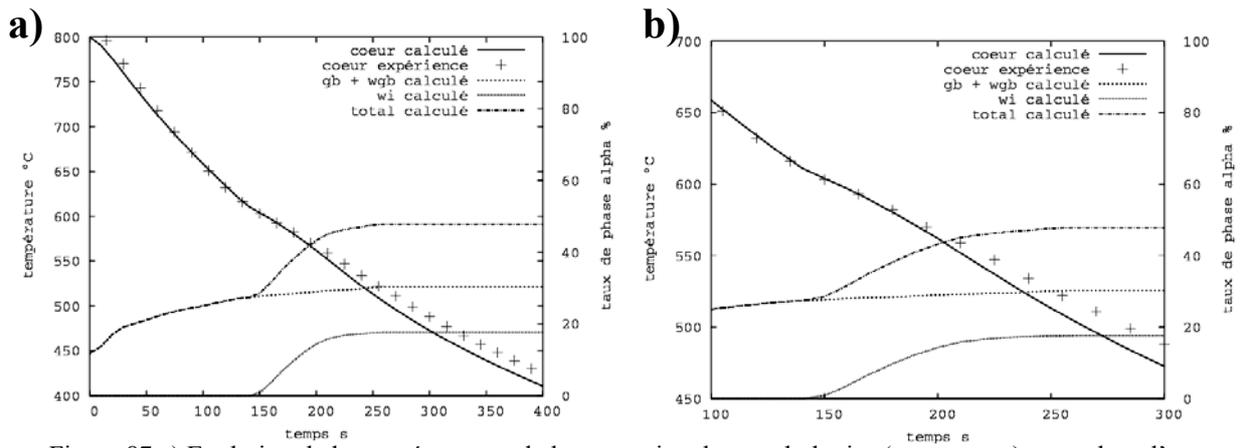


Figure 87 a) Evolution de la température et de la proportion de morphologies ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et α_{WI} lors d'un refroidissement avec maintien isotherme à 800°C à cœur du cylindre. Comparaison entre simulation et expérience. b) Zoom.

3.1.2.4 Mise en évidence de l'influence du dégagement exothermique sur les évolutions thermiques et métallurgiques

Pour montrer l'influence du dégagement de chaleur sur les évolutions thermiques et métallurgiques, nous avons simulé de nouveau le refroidissement à l'air avec maintien isotherme à 800°C en considérant cette fois une enthalpie de transformation nulle. En Figure 88, l'évolution obtenue de la température et du taux de phase, au cœur du cylindre, est comparée au calcul précédent, tenant compte de l'enthalpie de transformation.

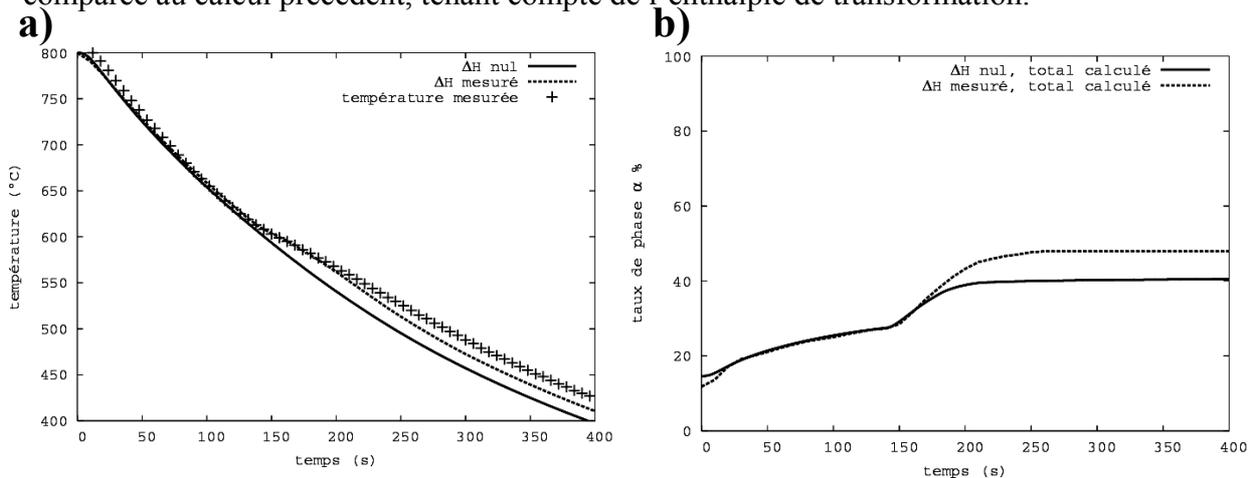


Figure 88 a) Evolution de la température au cœur du cylindre, au cours d'un refroidissement à l'air après mise en solution à 800°C, avec et sans prise en compte de l'enthalpie de la transformation de phase. b) Evolution du taux de phase global.

Comme attendu, la non prise en compte de l'enthalpie de transformation conduit à une vitesse de refroidissement simulée plus élevée au cours de la précipitation de la morphologie α_{WI} . En revanche, les vitesses de refroidissement restent les mêmes en l'absence de transformation de phase. Après que la morphologie α_{WI} ait précipité, la température calculée avec ΔH nul est inférieure de 32°C à la température mesurée, et de 16°C par rapport à la température calculée avec prise en compte de ΔH .

Enfin, le calcul métallurgique prévoit en fin de refroidissement un taux de phase α de 40%, valeur plus faible que celle obtenue (48%) lorsque l'enthalpie de transformation est prise en compte. La proportion de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) est identique, soit 30% et c'est donc la morphologie α_{WI} qui est en moins grande quantité (10% au lieu de 18%).

Cet écart non négligeable en taux de phase final provient du fait que les vitesses de refroidissement sont proches de 1°C.s⁻¹, là où les évolutions métallurgiques sont les plus

sensibles à la vitesse de refroidissement (§2.2.1.2). Cet exemple montre que la prise en compte du couplage entre évolutions thermiques et métallurgiques est indispensable.

3.2 Calcul couplé thermique – métallurgie sur une pièce industrielle en Ti17

Afin d'illustrer l'utilisation du calcul en vue d'une application industrielle, nous avons effectué un calcul couplé thermique – métallurgie sur une pièce axisymétrique de grandes dimensions qui a été mise en solution à 920°C, mise en forme par extrusion, puis refroidie à l'air. Bien que la pièce ait subi préalablement une mise en forme, nous avons néanmoins situé nos résultats calculés du point de vue de la microstructure par rapport aux mesures. Nous ne disposons pas de mesure de la température en cours de traitement mais uniquement de l'observation des microstructures finales.

Le procédé de mise en forme ayant duré plus de 2 minutes (145s), la pièce a eu le temps de se refroidir en dessous du transus dans certaines zones proches de la surface, tandis que d'autres zones ont subi un échauffement adiabatique.

Les évolutions thermiques associées à la mise en forme ont été simulées chez SNECMA à l'aide du logiciel FORGE2. En fin de traitement de mise en forme, la température varie de 785°C près de la surface à 957°C à cœur (Figure 89) et cette cartographie de température a été fixée comme condition initiale pour nos calculs.

La figure montre aussi le maillage constitué de 715 mailles triangulaires à 3 nœuds, avec comme précédemment un affinement dans les zones superficielles. Le fichier maillage de FORGE2[®] a été converti en un maillage pour le code Zebulon.

Pour calculer le refroidissement de la pièce, nous avons utilisé des coefficients de transfert déterminés par méthode inverse sur des géométries type, chez Snecma Moteurs.

Le calcul couplé thermique – métallurgie prédit les évolutions de température aux différents points de la pièce ainsi que les cinétiques de transformation.

Le taux calculé global de phase α vaut partout 67%, mais sa morphologie n'est pas homogène, à cause de la massivité importante de la pièce. Plus la zone considérée est à cœur et plus elle comporte de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$).

La Figure 90 donne les évolutions simulées en trois points précis de la pièce, définis Figure 89b, où nous avons effectué des analyses microstructurales pour validation (Figure 91 à Figure 93).

Le point A se trouvant près de la surface de la pièce, il a refroidi plus vite que les points B et C, si bien que le calcul prédit 9% de ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et 58% de α_{WI} . Les points B et C ont une évolution de température prédite similaire. Etant plus à cœur, ils comportent respectivement 19 et 20 % de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et 48 et 47% de morphologie α_{WI} .

Les observations microstructurales à faible grossissement confirment le taux de 67% de phase α que nous avons prédit en chaque point de la pièce. En effet, les grains initiaux déformés contiennent des quantités importantes de phase α .

L'observation à plus fort grossissement révèle l'absence de la morphologie α_{WGB} au point A (Figure 91). Les joints de grain semblent comporter de la morphologie α_{GB} , dont l'aspect a été altéré par le traitement de déformation.

L'observation à fort grossissement du point B montre la présence en quantité non négligeable de colonies de plaquettes de α_{WGB} et de morphologie α_{WI} (Figure 92).

Au point C, qui a subi un refroidissement voisin de celui du point B, nous observons une quantité de colonies α_{WGB} beaucoup plus importante qui s'explique par la déformation plastique subie par cette zone lors de la mise en forme. La déformation plastique cumulée calculée par le code FORGE2[®] est en effet de 2,6 au point C contre 1,2 au point B.

Une simulation numérique qui ne prend pas en compte l'effet de la déformation plastique ne peut donc pas aboutir à une précision satisfaisante sur la pièce industrielle.

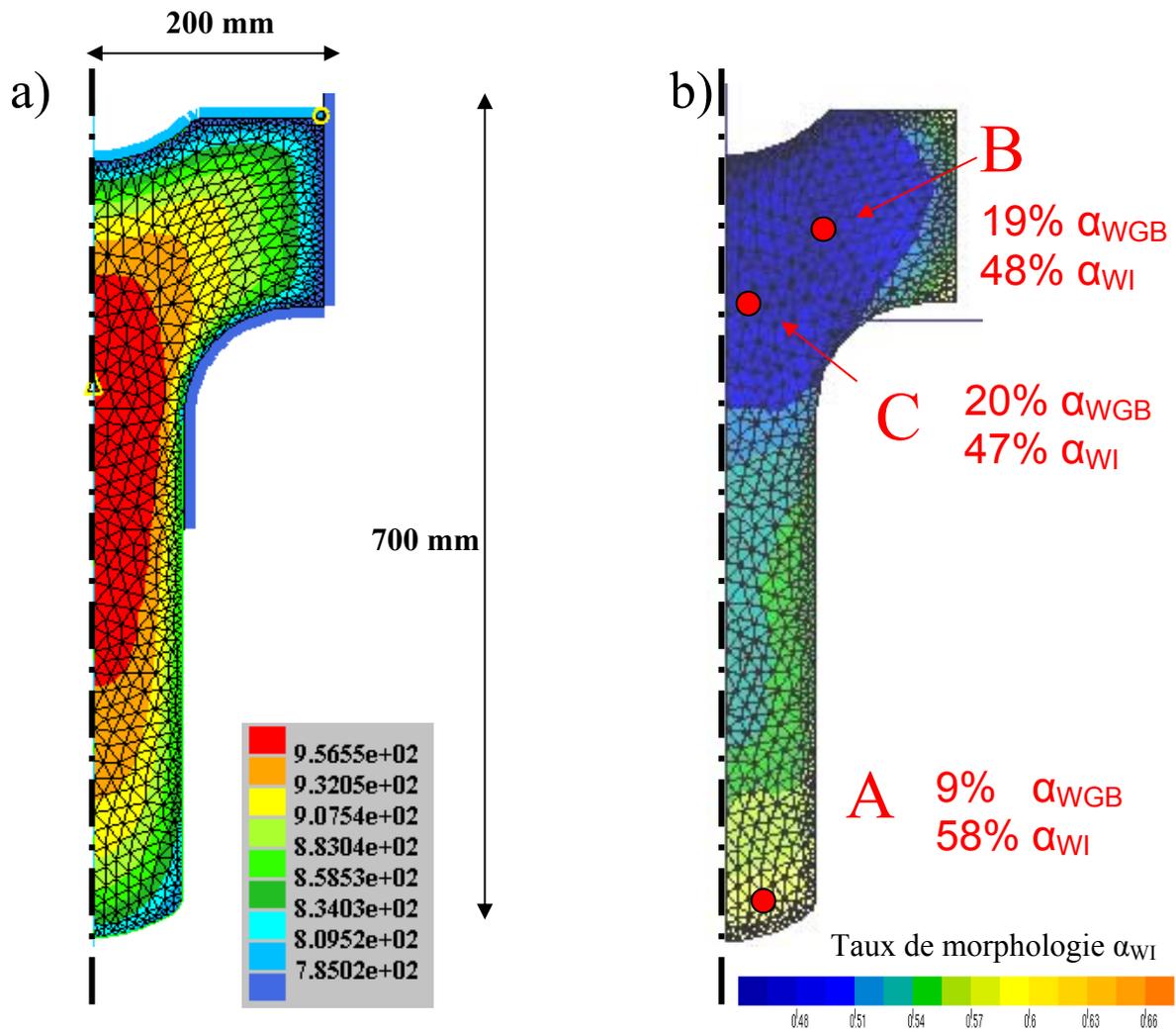


Figure 89 Maillage de la pièce et a) isovaleurs de température en fin de traitement de mise en forme ; b) isovaleurs des taux de morphologie α_{WI} en fin de refroidissement. Le volume restant est occupé par la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) : il y a partout 67% de phase α .

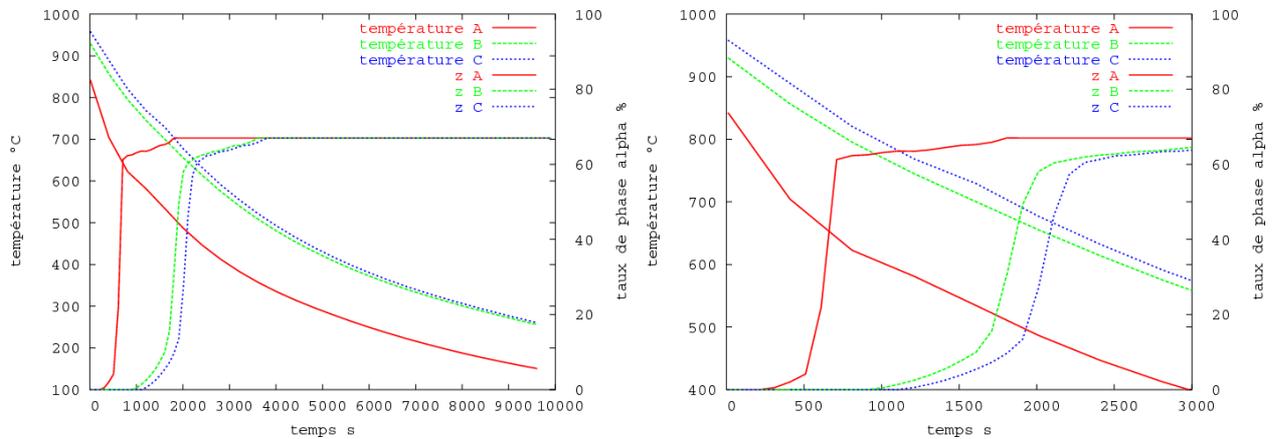


Figure 90 Température et taux de phase α simulé en fonction du temps, aux points A, B et C représentés Figure 89b.

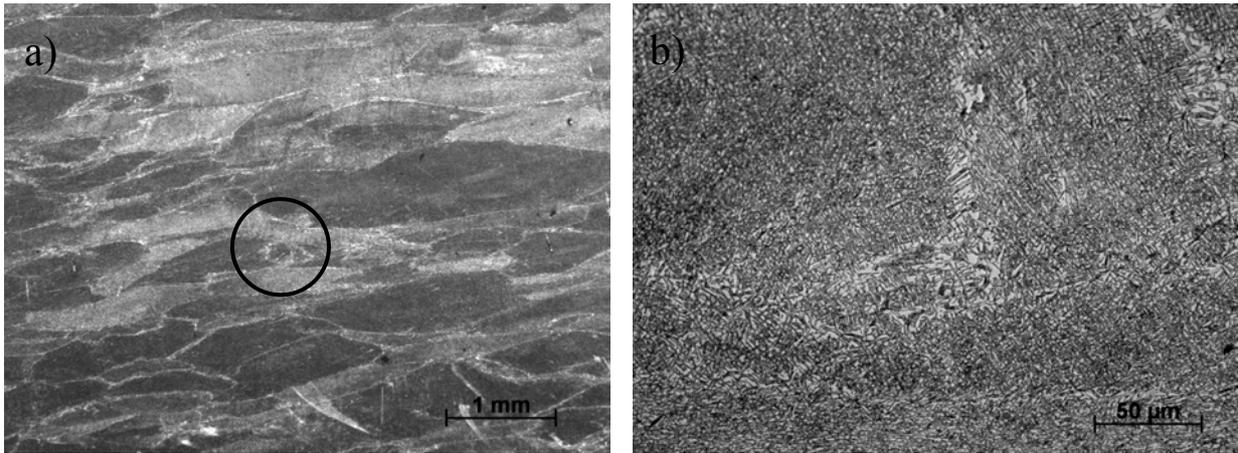


Figure 91 Microstructure (microscopie optique) au **point A** (voir Figure 89). a) faible grossissement ; b) fort grossissement.

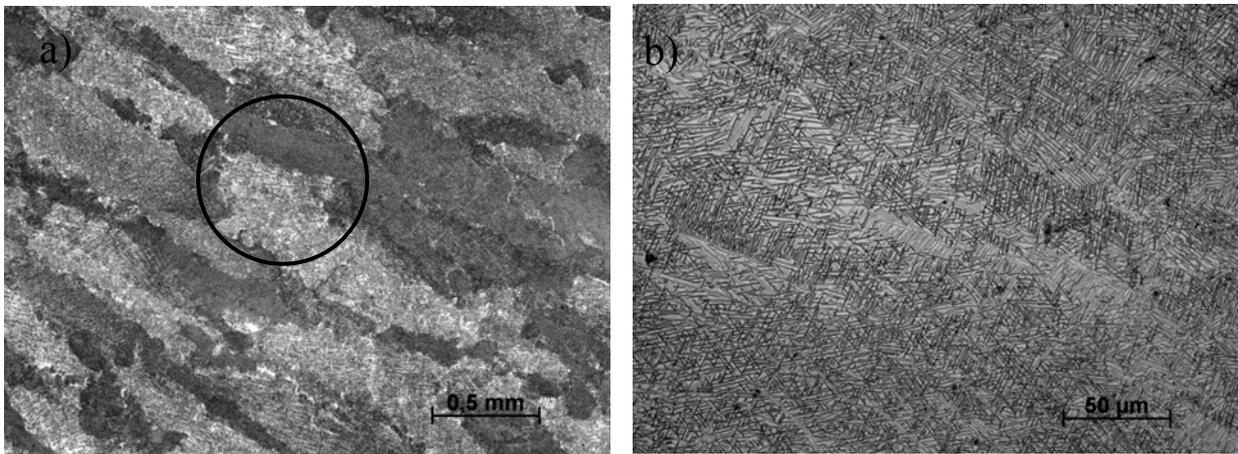


Figure 92 Microstructure (microscopie optique) au **point B** (voir Figure 89) a) faible grossissement ; b) fort grossissement.

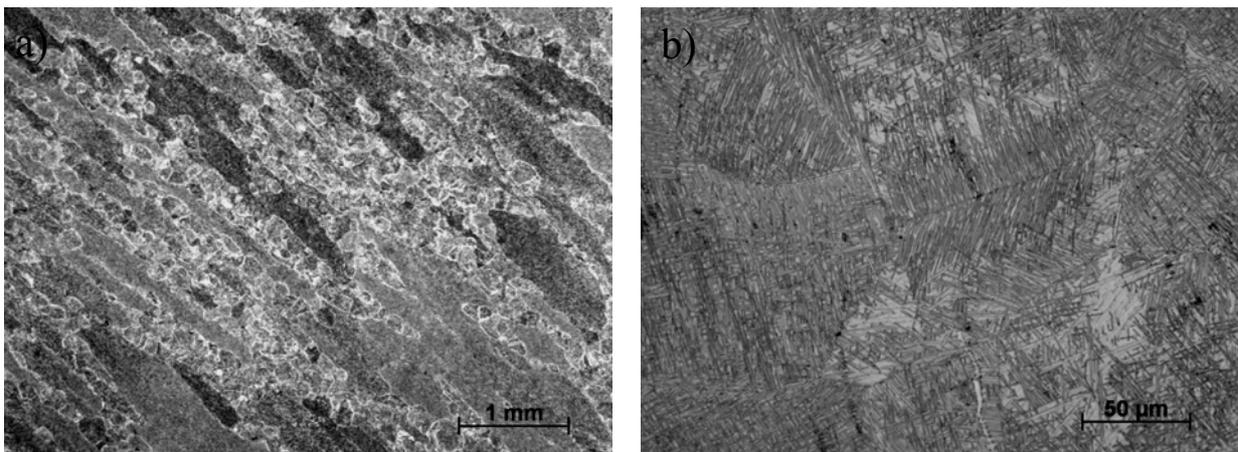


Figure 93 Microstructure (microscopie optique) au **point C** (voir Figure 89). a) faible grossissement ; b) fort grossissement.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit les améliorations apportées à un modèle métallurgique existant pour tenir compte de transformations simultanées et compétitives au cours du refroidissement.

Après avoir établi les jeux de données d'entrée, en particulier les courbes TTT correspondant aux différentes morphologies de phase α , ce modèle a été appliqué.

Nous avons montré qu'il permet de prédire avec une précision satisfaisante les cinétiques de transformation de phase et les microstructures finales pour des éprouvettes de faible massivité, à refroidissement continu imposé, avec néanmoins une surestimation des vitesses de transformation que nous avons discutée.

Le couplage thermique – métallurgie a été mis en place dans le code de calcul Zebulon et les évolutions de propriétés thermophysiques des phases α et β de l'alliage Ti17 en fonction de la température ont été déterminées. L'application du calcul au refroidissement de pièces massives n'ayant pas subi de traitement thermomécanique préalable a conduit à des prédictions satisfaisantes des évolutions de température et de microstructure finale.

Une limite de notre modélisation par des lois cinétiques globales est qu'elle prévoit seulement la fraction volumique des différentes morphologies et ne permet pas d'accéder aux tailles des microstructures formées, comme le peuvent les approches prenant explicitement en compte les flux de germination et les vitesses de croissance et qui ont été développées parallèlement à notre étude [3].

De plus, notre modèle ne tient pas compte des évolutions de la microstructure de la phase β en cours de traitement thermomécanique et de leurs conséquences sur les évolutions microstructurales au cours du refroidissement. Cette prise en compte fait l'objet du chapitre suivant.

V Prise en compte de l'influence d'une déformation plastique sur la transformation de phase à l'aide d'une modélisation de la germination et de la croissance de la phase α

F. Chaussy [72] et E. Laude [4] ont montré expérimentalement qu'une déformation plastique modifie la morphologie de la phase α et sa cinétique de précipitation. Ne pas prendre en compte ce phénomène conduit à des écarts élevés entre simulation et expérience, comme nous l'avons montré avec l'exemple d'une pièce industrielle traitée mécaniquement avant refroidissement (§IV3.2).

L'exigence industrielle d'une meilleure prévision de la microstructure impose donc d'intégrer ces effets à l'aide d'un modèle métallurgique adapté. La résolution de cette problématique nous conduira à étudier les mécanismes d'apparition de toutes les morphologies de la phase α . Les mécanismes de transformation étant dans une large mesure déjà identifiés, nous nous appuyons sur ces analyses pour préciser nos modèles. En comparant nos calculs métallurgiques aux mesures disponibles, nous validerons d'une part l'approche choisie pour prendre en compte l'effet d'une déformation plastique et d'autre part nous apportons de nouveaux éléments quant à l'analyse des mécanismes de précipitation de la phase α .

Après avoir montré que seule une description des mécanismes de germination et croissance nous permettra d'atteindre l'objectif visé, nous présentons les différents éléments du modèle que nous avons développé pour les morphologies α_{GB} et α_{WGB} . En calculant des cinétiques de transformation sans prédéformation, nous serons amenés à affiner la modélisation de la germination aux joints de grain par rapport à des travaux antérieurs. Puis nous calculerons des cinétiques de transformation après une prédéformation. Enfin, nous traiterons en Annexe VII le cas de la morphologie α_{WI} en proposant des pistes pour l'élaboration d'un modèle complet sur ce type d'alliages.

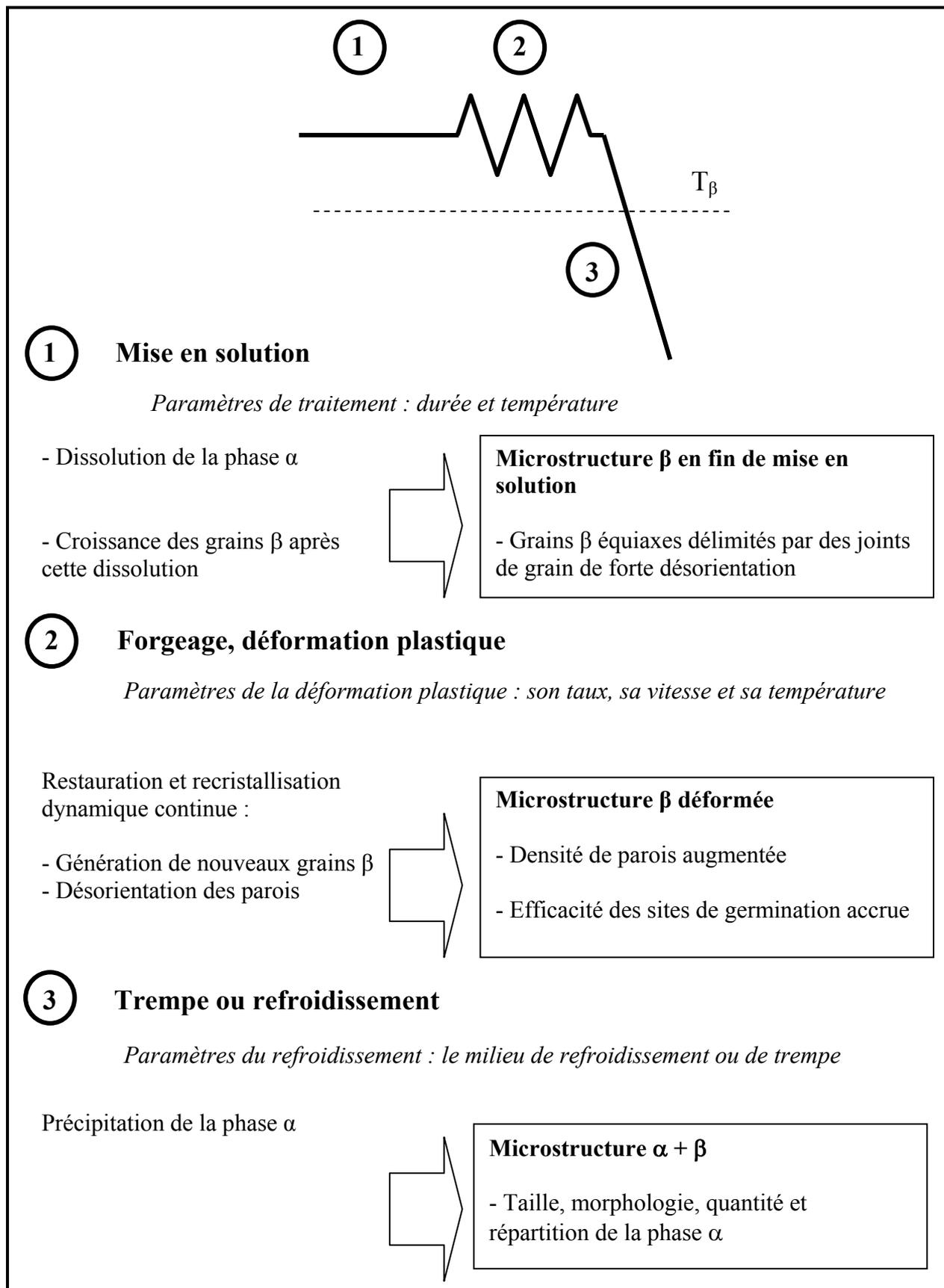


Figure 94 Etapes du traitement thermomécanique et évolutions microstructurales concomitantes.

1 Modèle de cinétique de transformation permettant de prédire l'effet d'une déformation plastique préalable

La séquence du traitement thermomécanique que nous étudions comporte une mise en solution dans le domaine β , un forgeage puis une trempe (Figure 94). Ces étapes diffèrent par la nature des évolutions microstructurales générées dans l'alliage. L'état intermédiaire de la microstructure obtenue à l'issue de chacune de ces étapes est un facteur déterminant pour son évolution pendant l'étape suivante.

C'est ainsi que la déformation plastique des pièces au cours du forgeage modifie considérablement la microstructure monophasée β , avec deux conséquences qui seront décisives pour l'apparition de la phase α :

- une augmentation de la densité de parois de dislocations (création de joints et sous-joints de grain),
- une amélioration de l'efficacité de ces parois en tant que sites de germination de la phase α

Or nous voulons modéliser la transformation de phase pendant l'étape du refroidissement en prédisant l'effet de cette déformation plastique préalable. La précision de notre prédiction sera étroitement liée au choix d'un modèle de cinétique de transformation apte à prendre en compte de manière quantitative ces deux évolutions de la microstructure β . Après avoir justifié le choix d'une approche de modélisation de la germination et de la croissance, nous présentons un tel modèle déjà existant et nous y apportons des modifications pour prendre en compte l'effet d'une déformation plastique.

1.1 Choix d'une approche adéquate pour modéliser la transformation de phase

Nous avons rappelé dans notre étude bibliographique que les deux approches généralement utilisées pour modéliser les transformations de phases à l'échelle des pièces sont soit l'application d'un modèle global, soit le calcul des flux de germination et des vitesses de croissance. Nous allons montrer pourquoi la prise en compte d'une déformation plastique n'est pas possible avec un modèle global, mais qu'il faut au contraire recourir à un calcul explicite de la germination et de la croissance.

1.1.1 Utilisation d'un modèle global : correction des coefficients de JMA obtenus dans l'état non déformé

Nous allons établir si le modèle global (Chapitre IV) peut permettre d'assurer la prise en compte des deux évolutions de la microstructure β évoquées ci-dessus, moyennant une correction des coefficients de JMA en fonction des paramètres de la déformation (taux, vitesse et température).

Par exemple, Cahn avait calculé analytiquement la variation de ces coefficients en fonction de la taille de grain [55]. Mais l'élévation de la densité de joints au cours de la déformation provient, dans notre alliage, de la génération de nouveaux sites plans et de la déformation des grains. Ainsi cette correction rendrait-elle difficilement compte de l'effet géométrique de la déformation.

Par ailleurs, il faut prendre en compte l'accélération de la germination aux joints de grain suite à la déformation. Il est également possible de corriger les coefficients de JMA en conséquence, mais cela nécessiterait de calculer le flux de germination.

Ainsi il n'est pas envisageable de corriger rapidement et simplement les coefficients de JMA que nous avons mesurés à partir de l'état non déformé.

1.1.2 Utilisation d'un modèle global : mesure des cinétiques isothermes après une prédéformation plastique

Au lieu de corriger les coefficients de JMA que nous avons mesurés sans prédéformation, nous pourrions les mesurer à l'issue de nouveaux traitements de maintien isotherme. Nous obtiendrions ainsi le diagramme TTT du Ti17 modifié en fonction des conditions de la prédéformation. Comme nous l'avons schématisé Figure 95, cette correction porterait principalement sur la courbe en C de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$), la plus affectée par la déformation plastique.

Nous ne suivrons pas cette démarche, car il faudrait réaliser un nombre élevé de courbes en C, pour diverses conditions de déformation (température, taux et vitesse). Cette stratégie n'est pas profitable pour aborder l'aspect physique du problème. Par ailleurs, la portabilité de la démarche sur d'autres alliages sera faible. Enfin, les expériences préalables ayant montré que la déformation agit principalement sur le flux de germination, il est souhaitable d'aborder la cinétique en la décrivant par des flux de germination et la croissance des phases.

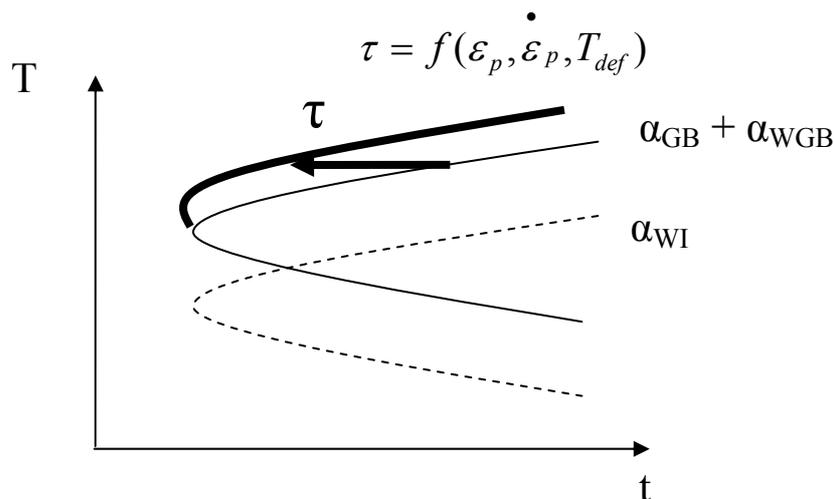


Figure 95 Représentation schématique des courbes en C de temps de début de transformation sans prédéformation plastique et avec une prédéformation. τ est la correction à apporter au temps de début de transformation sans prédéformation.

1.1.3 Modélisation de la germination et de la croissance

L'alternative à l'approche globale repose sur le calcul explicite du flux de germination et de la vitesse de croissance des germes de phase α ; elle nous permettra d'intégrer les effets d'une déformation plastique lors de notre calcul de cinétique de transformation de phase. En effet :

- le calcul du flux de germination aux joints de grain permettra de prendre en compte l'accroissement de l'efficacité de ces sites de germination ;
- en représentant de manière simplifiée la répartition des parois après une déformation, nous pourrions déduire du flux de germination et des vitesses de croissance la cinétique de transformation.

Cette approche a pour limites les incertitudes (§I1.5) sur la nature des mécanismes mis en jeu et sur les valeurs de certains paramètres de calcul, notamment l'énergie d'interface entre les phases α et β .

Cependant une telle approche a été proposée récemment par L. Hélicher [3] pour l'alliage β -Cez : elle a permis de simuler les cinétiques de transformation de manière concluante, pour des échantillons n'ayant pas subi de déformation plastique préalable. Cette étude a ainsi montré la possibilité d'utiliser une telle approche et elle nous servira de base au développement d'un modèle prenant en compte l'effet d'une déformation plastique.

1.2 Modèle initial de germination et croissance [3]

A l'exception d'une étude par Malinov et al. [27], L. Hélicher a proposé la première alternative aux modèles globaux dans un alliage de titane. Son étude répondait à plusieurs problématiques :

- Mieux connaître la microstructure en fin de traitement pour pouvoir à terme en déduire les propriétés d'usage de la pièce.
- Proposer un modèle utilisable sur différents alliages en considérant principalement les données d'entrée de composition chimique, de coefficient de diffusion et de taille de grain initiale.
- Envisager la prise en compte d'une déformation plastique préalable.

Une description détaillée du modèle ainsi que la justification de ses hypothèses sont proposées en [3]. Par conséquent nous ne rappelons ici que les éléments nécessaires à notre discussion. Nous rappelons d'abord les modèles utilisés pour calculer le flux de germination et les vitesses de croissance, puis nous décrivons le calcul de la cinétique de transformation.

1.2.1 Modèles utilisés

Pour calculer la cinétique de transformation dans l'ensemble du volume de l'alliage, il faut d'abord connaître le flux de germination hétérogène aux joints de grain ainsi que la vitesse de croissance des morphologies de phase α . Nous allons rappeler les modèles qui avaient été proposés à cet effet en ne détaillant que le calcul du flux de germination. On pourra se reporter à l'Annexe III pour les calculs des vitesses de croissance que nous n'avons pas modifiés par rapport à [3].

1.2.1.1 *Calcul du flux de germination hétérogène aux joints de grain à l'aide de germes en forme de calotte sphérique*

Le calcul du flux de germination aux joints de grain repose sur la théorie classique de la germination hétérogène qui est décrite en détail dans l'ouvrage de Christian [58]. Rappelons seulement que selon cette approche, des embryons de phase α se forment par fluctuation dans la phase β métastable. La création de l'interface délimitant ces embryons consomme de l'énergie. Dans le cas de la germination homogène, cette énergie est apportée exclusivement par la force motrice de germination. Tant que cette énergie de volume est inférieure à l'énergie d'interface, l'embryon est instable.

Dans le cas de la germination hétérogène aux joints de grain, l'énergie stockée par les joints de grain représente une source d'énergie qui s'ajoute à la force motrice. Ainsi, les embryons se formant aux joints de grain atteignent plus facilement la taille critique au-delà de laquelle la force motrice globale l'emporte sur la contribution de l'interface.

La valeur du flux de germination dépend fortement de la forme du germe car elle détermine, en fonction de sa taille, la proportion entre énergie d'interface et énergie de volume. Commençons par justifier le choix qui avait été fait de la calotte sphérique [3], avant de rappeler le calcul du flux de germination associé à cette géométrie.

Justification du choix de la calotte sphérique

Dans leur article, Clemm et Fisher [111] ont considéré un joint de grain plan dont l'énergie est isotrope. En écrivant l'équilibre des énergies interfaciales ils ont prédit que la forme du germe est une lentille (Figure 96).

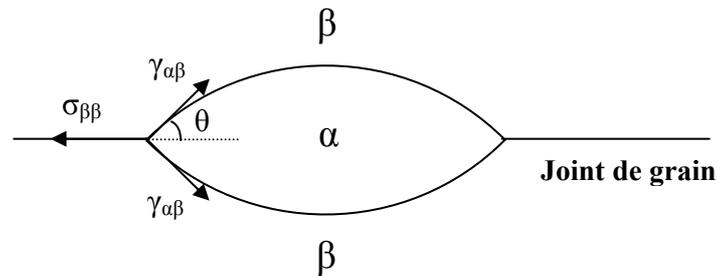


Figure 96 Schéma d'un germe de taille critique représenté par une lentille symétrique, avec $\sigma_{\beta\beta}$ l'énergie de surface du joint de grain, $\gamma_{\alpha\beta}$ l'énergie d'interface entre α et β . L'angle θ est déterminé par l'équilibre des énergies d'interface.

Or cette géométrie ne semble pas convenir pour la transformation de phase que nous étudions. En effet, les observations que nous avons rappelées en étude bibliographique montrent que la croissance des germes s'effectue préférentiellement dans l'un des deux grains β séparés par le joint de grain, tandis que dans l'autre grain β , l'interface α/β reste pratiquement immobile. Par conséquent, il avait été supposé [3] que les germes adoptent une forme de calotte sphérique (Figure 97). La surface du joint de grain recouvert correspond à une interface α/β cohérente et immobile, tandis que la surface courbe du germe est semi-cohérente ou incohérente.

Notons que pour simplifier les calculs, L. Hélicher avait supposé que l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ est la même quelle que soit la nature de l'interface considérée.

Par ailleurs, il est intéressant de signaler que Veeraraghavan et al. [113] ont dû également recourir à une forme de calotte sphérique plutôt qu'une forme de lentille pour retrouver des flux de germination expérimentaux, dans le cas de la transformation massive dans un alliage Ti-Al.

Calcul du flux de germination pour des germes en forme de calotte sphérique

Dans le cas de la germination homogène de précipités incohérents dont l'énergie d'interface est isotrope, les précipités de nouvelle phase sont généralement décrits par une sphère.

La calotte sphérique est définie par cette sphère tronquée par le plan du joint de grain. Son rayon critique s'écrit, d'après la théorie de la germination homogène :

$$r^* = \frac{2\gamma_{\alpha\beta}}{\Delta G_v} \quad (49)$$

Avec ΔG_v la force motrice volumique de germination et $\gamma_{\alpha\beta}$ l'énergie d'interface entre les phases α et β

Nous observons sur le schéma de la Figure 97 que le joint de grain permet de réduire considérablement la taille critique du germe (par rapport à celle de la sphère correspondante) et donc la barrière de germination.

L'angle de mouillage de la calotte sphérique résulte de l'équilibre des énergies d'interface et de joint de grain. Il détermine la distance du plan du joint de grain par rapport au centre de la sphère. Il vérifie la relation suivante :

$$\sigma_{\beta\beta} = (1 + \cos\theta)\gamma_{\alpha\beta} \quad (50)$$

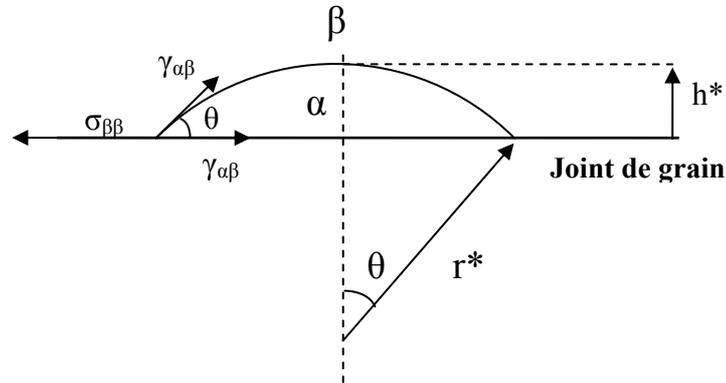


Figure 97 Schéma d'un germe de taille critique représenté par une calotte sphérique, avec h^* et r^* la hauteur et le rayon critiques.

Introduisons le facteur de forme de la calotte sphérique qui vaut 0 pour un angle de mouillage nul (étalement de la phase α sur le joint de grain) et qui vaut 1 en l'absence de joint de grain (on retrouve la sphère de la précipitation homogène) :

$$S = \frac{1}{4}(2 + \cos\theta)(1 - \cos\theta)^2 \quad (51)$$

ou encore :

$$S = \frac{1}{4} \left(1 + \frac{\sigma_{\beta\beta}}{\gamma_{\alpha\beta}} \right) \left(2 - \frac{\sigma_{\beta\beta}}{\gamma_{\alpha\beta}} \right)^2 \quad (52)$$

Selon la théorie classique de la germination [58], le flux de germination (ou le nombre de nouveaux germes par unité de temps) s'écrit, à température constante :

$$J = \frac{dN}{dt} = J_s e^{-\frac{\tau}{t}} \quad (53)$$

Avec N le nombre de germes et τ le temps d'incubation.

J_s est le flux de germination stationnaire :

$$J_s = N_s(t) Z \beta^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) = N_s(t) J^* \quad (54)$$

Avec N_s le nombre de sites de germination disponibles sur le joint de grain à l'instant t , Z le facteur de Zeldovich, β^* le terme de transport, ΔG^* la barrière de germination, k_B la constante de Boltzmann et T la température.

Rappelons le résultat du calcul des différents termes du flux de germination stationnaire [58].

Nombre initial de sites de germination

Sur chaque joint de grain, l'aire définie par un carré de côté le paramètre de maille de la phase β constitue un site de germination. Ainsi le nombre initial de sites de germination s'écrit :

$$N_{s0} = \frac{A_{jdg}}{a_\beta^2} \quad (55)$$

Avec A_{jdg} l'aire du joint de grain et $a_\beta = 2,3 \text{ \AA}$, le paramètre de maille de la phase β .

Facteur de Zeldovich

$$Z = \frac{v_{at}}{\sqrt{k_B T}} \frac{\Delta G_v^2}{8\pi\gamma_{\alpha\beta}^{3/2}} \frac{1}{\sqrt{S}} \quad (56)$$

Fréquence d'attachement

$$\beta^* = 8\pi \left(2 - \frac{\sigma_{\beta\beta}}{\gamma_{\alpha\beta}} \right) \frac{\gamma_{\alpha\beta}^2}{\Delta G_v^2} \frac{D_{\min}}{a^4} X_{\min}^\beta \quad (57)$$

Temps d'incubation

$$\tau = \frac{1}{2Z^2 \beta^*} \quad (58)$$

Barrière de germination

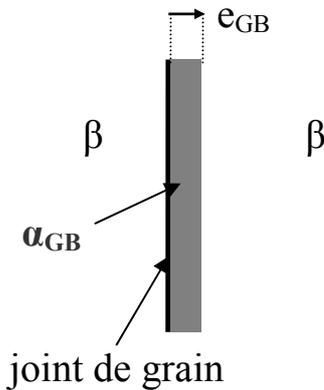
$$\Delta G^* = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma_{\alpha\beta}^3}{\Delta G_v^2} S = \Delta G_{\text{hom}}^* S \quad (59)$$

Avec v_{at} le volume occupé par un atome dans la phase β . D_{\min} et X_{\min}^β sont respectivement le coefficient de diffusion et la fraction molaire dans la matrice β de l'élément qui diffuse le moins vite. ΔG_{hom}^* est la barrière de germination homogène.

Ces différents termes sont décrits en détail dans [3] et nous avons choisi de ne pas rappeler leur définition ni le détail de leur calcul. Par souci de concision, nous renvoyons le lecteur à l'ouvrage de Christian [58] pour le développement de la signification physique de ces termes.

1.2.1.2 Calcul de la vitesse de croissance de la morphologie α_{GB}

En supposant la croissance en front plan de la morphologie α_{GB} , contrôlée par la diffusion des éléments d'alliage, la vitesse de croissance V_{GB} suit une loi de la forme :



$$V_{GB} = 2\sqrt{\frac{\eta}{t}} \quad (60)$$

où η est la croissance dont le calcul est détaillé en Annexe III.

L'épaisseur e_{GB} (Figure 98) de la morphologie α_{GB} vérifie alors :

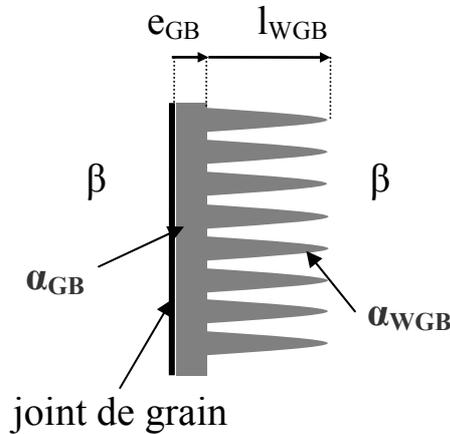
$$e_{GB} = 2\sqrt{\eta t} \quad (61)$$

Avec η une constante de croissance et t la durée de la croissance

Figure 98 Croissance en front plan de la morphologie α_{GB} .

1.2.1.3 Calcul de la vitesse de croissance de la morphologie α_{WGB}

Les plaquettes d' α_{WGB} sont représentées par des cylindres paraboliques dont la croissance est également contrôlée par la diffusion des éléments d'alliage.



En conditions isothermes, leur vitesse de croissance V_{WGB} est constante. Le détail de leur calcul est en Annexe III. Ainsi si la température est constante la longueur des cylindres paraboliques l_{WGB} (Figure 99) vérifie une loi linéaire :

$$l_{WGB} = V_{WGB}t \quad (62)$$

Figure 99 Croissance d'une colonie de plaquettes d' α_{WGB} .

1.2.2 Cinétique de transformation

Les modèles que nous avons présentés ci-dessus permettent de calculer les tailles caractéristiques des différentes morphologies sous lesquelles se présente la phase α . Nous allons maintenant nous en servir pour calculer la cinétique de transformation d'une distribution de plusieurs grains β à l'échelle d'un volume représentatif d'un calcul de structure.

Pour ce calcul nous proposons au préalable une représentation géométrique de la phase β polycristalline. Puis à partir de cette représentation géométrique nous définissons comment la microstructure évolue au cours de la transformation de phase en précisant l'ordre chronologique des mécanismes de transformation. Nous en déduisons enfin le calcul de la cinétique de transformation.

1.2.2.1 Description de la microstructure initiale

Description individuelle des grains β

Dans le modèle initial [3], les grains β sont représentés par des tetrakaidécaèdres (Figure 100). Cette géométrie est couramment utilisée parce qu'elle approche la forme tridimensionnelle d'un grain réel et qu'elle permet de remplir complètement le volume. Chacune des 14 faces du tetrakaidécaèdre représente un joint de grain⁵.

Distribution de grain

Nous pourrions supposer dans un premier temps que la transformation de phase s'effectue de manière identique dans tous les grains. Alors il suffirait d'effectuer notre calcul cinétique à

⁵ Il faudra distinguer les termes de face et de joint de grain. Dans notre représentation géométrique, un joint de grain est représenté en fait par deux faces accolées et affectées à deux grains β adjacents.

l'intérieur d'un seul grain et de multiplier ce grain pour en déduire ces évolutions à une échelle macroscopique.

Nous devons au contraire considérer une distribution de grain.

En effet nous savons qu'il y a une variabilité importante du flux de germination en fonction du joint de grain considéré. Pour en tenir compte, le modèle initial reposait sur les hypothèses suivantes :

- quel que soit le joint de grain, l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ est la même.
- En revanche l'énergie de joint de grain $\sigma_{\beta\beta}$ (ou des faces) est variable, ce qui a été représenté en affectant aux faces des tetrakaidécaèdres des valeurs individuelles d'angle de mouillage des germes, suivant une loi normale. Tous les germes d'une même face ont ainsi le même angle de mouillage.

Nous avons appliqué, à travers le choix du tetrakaidécaèdre, la même taille aux grains en raison de la faible dispersion de la taille des monocristaux β en fin de traitement de mise en solution (§III2.2.1).

1.2.2.2 Séquences de la transformation de phase

A la lumière des observations microstructurales, nous avons supposé que la phase α précipite selon les étapes suivantes, schématisées Figure 100 :

Mouillage du joint de grain par la germination d' α_{GB} .

En premier lieu, nous estimons si le joint de grain a un effet catalyseur suffisant pour être un site de germination de la phase α . Nous modélisons l'apparition du liseré de morphologie α_{GB} aux joints de grain suivant deux étapes : le mouillage des joints par les germes de phase α jusqu'à leur percolation, puis la croissance en front plan du liseré obtenu. Pour calculer la durée du mouillage, nous appliquons la théorie classique de la germination faisant les hypothèses suivantes :

- Nous supposons que les germes gardent la taille critique durant cette étape en négligeant en particulier leur croissance qui est peut-être plus rapide le long du joint de grain.
- Nous ne tenons pas compte de la germination aux coins et aux arêtes des grains.
- Nous négligeons le temps d'incubation τ (Nous justifions cette hypothèse par le calcul, en Annexe VI).

Rappelons que nous notons N_s le nombre de sites de germination disponibles, N_{s0} , le nombre initial de sites de germination et N le nombre de germes présents sur le joint de grain. Chaque germe recouvre une surface du joint de grain que nous notons s_{germe} . Ainsi, la formation d'un nouveau germe correspond à la disparition d'un nombre de sites égal à $\frac{s_{germe}}{a_\beta^2}$. C'est pourquoi

le nombre de sites de germination disponibles vaut :

$$N_s = N_{s0} - N \frac{s_{germe}}{a_\beta^2} \quad (63)$$

Ainsi, d'après nos hypothèses, la vitesse d'apparition des germes sur le joint de grain s'écrit :

$$\frac{dN}{dt} = \left(N_{s0} - N \frac{s_{germe}}{a_\beta^2} \right) J^* \quad (64)$$

Ce qui donne en condition isotherme (J^* est alors constant) l'expression suivante du nombre de germes en fonction du temps :

$$N = \frac{a_{\beta}^2}{s_{germe}} N_{s0} \left(1 - \exp\left(-\frac{s_{germe}}{a_{\beta}^2} J^* t \right) \right) \quad (65)$$

En théorie, nous pourrions donc calculer ce nombre exact, mais nous ne disposerons d'aucune mesure pour valider un tel calcul. Nous nous limiterons donc à estimer la durée du recouvrement du joint de grain par les germes.

Ce recouvrement est effectif lorsque le nombre de germes atteint $N = \frac{A_{jdg}}{s_{germe}}$, soit lorsque le

terme $\exp\left(-\frac{s_{germe}}{a_{\beta}^2} J^* t \right)$ approche de 0. Comme cette valeur n'est jamais atteinte nous

considérons le remplissage achevé lorsque $\frac{s_{germe}}{a_{\beta}^2} J^* t = 1$, c'est-à-dire lorsque le nombre de

germes vaut 63% du maximum. Par ailleurs, les germes ont une taille de l'ordre d'une distance interatomique (§2.1.3 et §2.2.3), soit $s_{germe} \approx a_{\beta}^2$. C'est pourquoi nous définissons le temps de remplissage du joint de grain simplement par :

$$t_r = \frac{1}{J^*} \quad (66)$$

Ceci revient à fixer une valeur arbitraire du nombre de germes pour laquelle le joint de grain est rempli. On peut justifier qualitativement ce choix par la croissance simultanée de ces germes. Il est en effet fort probable que le mouillage d'un joint de grain se produise par deux mécanismes concomitants : la germination et la croissance

Croissance diffusive en front plan de la morphologie α_{GB} et apparition de la morphologie α_{WGB} . A cette étape, l'apparition des plaquettes de morphologie α_{WGB} constitue la difficulté principale, car son mécanisme n'est pas encore bien établi. Nous supposons que la présence de la morphologie α_{GB} est nécessaire pour l'apparition de la morphologie α_{WGB} . Celle-ci a lieu lorsque le liseré d' α_{GB} a atteint une épaisseur critique qui dépend de la température. Nous utilisons ce critère empirique en nous appuyant sur les observations d'E. Laude qui avait mesuré en fonction de la température de traitement isotherme l'épaisseur maximale des liserés d' α_{GB} pour l'alliage β -Cez. Celle-ci varie entre 1,4 μm et 5 μm de 750 à 830°C.

Nous avons effectué quelques mesures qui confirment ces tendances pour l'alliage Ti17 (§III2.2.2.1).

Croissance diffusive des plaquettes d' α_{WGB} et critère d'arrêt de croissance. Chaque plaquette d' α_{WGB} croît indépendamment des autres, dans une direction normale au plan du joint de grain, tant qu'elle n'a pas rejoint la face opposée ou que le taux de phase α d'équilibre n'est pas atteint dans le grain.

Morphologie α_{WI} . La germination et la croissance de cette morphologie sont traitées en appliquant le modèle métallurgique du chapitre 4, reposant sur la loi de JMA.

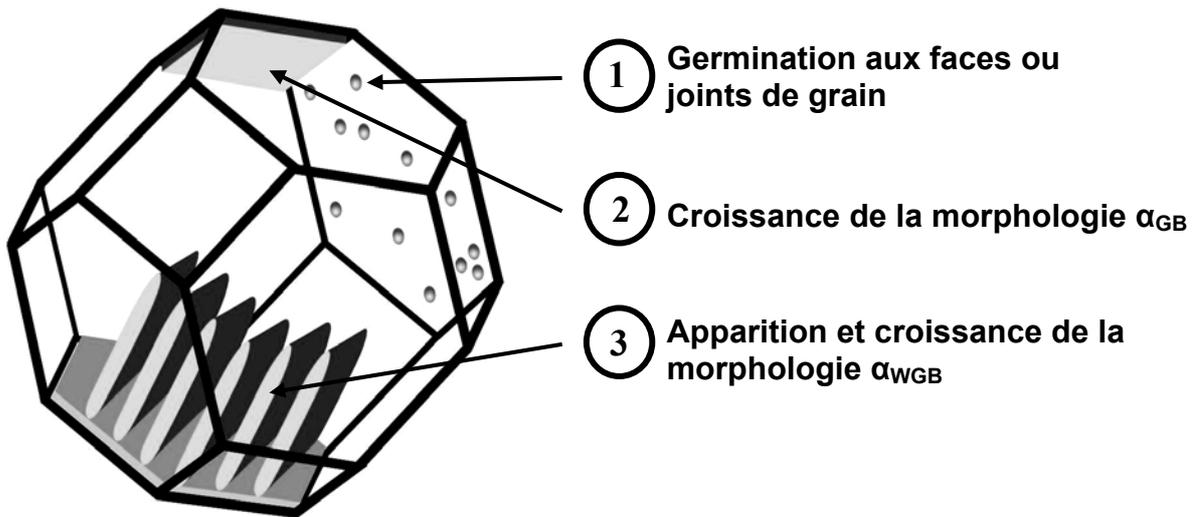


Figure 100 Représentation d'un grain β initial par un tetrakaidécèdre et des étapes de la précipitation intergranulaire de la phase α [3].

1.2.2.3 Calcul des paramètres descriptifs de la microstructure transformée

A partir de cette séquence de transformation nous pouvons calculer l'évolution du taux de chaque morphologie de phase α ainsi que la quantité, la taille et la répartition des précipités.

Calcul des taux de phase globaux pour chaque morphologie

Lors d'un calcul nous considérons une distribution de plusieurs grains β initiaux comportant 14 faces. En négligeant le volume occupé par la phase α lors de l'étape de la germination au joint de grain, le taux de phase pour la morphologie α_{GB} à l'intérieur de chaque grain j s'écrit:

$$z_j^{GB} = \frac{1}{V_{grain}} \sum_{i=1}^{14} A_{i,j} e_{i,j}^{GB} \quad (67)$$

Avec i le numéro de la face, V_{grain} le volume d'un grain, $A_{i,j}$ l'aire de la face i du grain j et $e_{i,j}^{GB}$ l'épaisseur de la morphologie α_{GB} sur cette face.

- Nous supposons que le taux de phase α a la valeur d'équilibre à l'intérieur d'une colonie de plaquettes d' α_{WGB} . Ainsi :

$$z_j^{WGB} = \frac{1}{V_{grain}} \sum_{i=1}^{14} z_{eq} A_{i,j} l_{i,j}^{WGB} \quad (68)$$

Avec $l_{i,j}^{WGB}$ la longueur de la colonie α_{WGB} associée à la face i du grain j et z_{eq} le taux de phase α d'équilibre

Le taux de morphologie α_{WI} z_j^{WI} est donné par le modèle global de JMA présenté au chapitre 4.

Ainsi le taux de phase α global dans le grain j s'écrit⁶ :

$$z_j = z_j^{GB} + z_j^{WGB} + z_j^{WI} \quad (69)$$

Avec z_j le taux de phase α dans le grain j ,

Enfin nous calculons ces taux à l'échelle macroscopique en effectuant une moyenne sur un nombre représentatif de grains.

Paramètres microstructuraux autres que le taux de phase global

Par rapport à un modèle global le modèle de germination-croissance permet de calculer :

- la distribution des épaisseurs de morphologie α_{GB} ,
- la distribution des longueurs de plaquettes de α_{WGB} ,
- le nombre de colonies de α_{WGB} par grain.

Nous utiliserons largement ce dernier paramètre tout au long de notre étude pour valider nos calculs de flux de germination. En effet, le nombre de colonies d' α_{WGB} par grain est égal au nombre de faces du grain sur lesquelles la germination de la phase α a été possible. Il permet ainsi de mesurer indirectement le flux de germination.

1.3 Amélioration du modèle initial pour intégrer les effets d'une déformation plastique

Nous allons intégrer dans le modèle initial présenté ci-dessus la prise en compte des effets de la déformation plastique. Pour cela, nous introduirons d'abord une représentation géométrique de la microstructure β déformée plastiquement en précisant comment s'y effectuera la transformation de phase. Puis nous modélisons l'augmentation de l'efficacité des joints et des sous-joints de grain en tant que sites de germination.

1.3.1 Représentation géométrique de la répartition des défauts plans dans la microstructure β déformée

A partir d'un bref rappel de l'état de la microstructure de la phase β après une déformation plastique, nous introduisons, moyennant certaines hypothèses, une représentation géométrique simplifiée de la nouvelle répartition des joints et des sous-joints de grain. Nous modélisons ensuite la transformation de phase dans cette nouvelle microstructure.

⁶ Nous ne considérerons pas la morphologie issue du troisième mécanisme de transformation car nous avons montré au chapitre 4 que celle-ci ne se forme en quantités non négligeables qu'au cours de maintiens isothermes à une température inférieure à 550°C. Or nous ne travaillerons pas sur de tels traitements dans ce chapitre.

1.3.1.1 *Rappel des effets d'une déformation plastique et hypothèses pour représenter la microstructure β déformée*

Effets de la déformation sur la répartition des sites de germination plans

Nous rappelons ici brièvement les différents mécanismes qui conduisent à l'évolution de la taille des grains β pendant la déformation plastique et que nous avons détaillés au §13.2 :

- L'écrasement des grains ou recristallisation géométrique. Il en résulte une augmentation de la densité de joints de grain.
- La recristallisation dynamique continue (RDC). Au sein des grains initiaux est générée dès les premiers instants de la déformation une sous-structure de nouveaux grains ou cristallites délimités par des parois (les sous-joints) qui constituent de nouveaux sites potentiels de germination. Le dentèlement des joints de grain consiste en la création de ces nouvelles parois préférentiellement à proximité des joints de grain initiaux. Ainsi la sous structure obtenue n'est pas homogène, en particulier dans les premiers instants de la déformation.

Hypothèses pour simplifier la prise en compte de ces effets

Nous négligeons la recristallisation géométrique car l'augmentation de densité de joint de grain qu'elle génère est négligeable devant celle qui provient de la création de nouvelles parois par la RDC⁷.

Nous supposons de plus que les sous-grains issus de la RDC possèdent tous la même taille dès les premiers instants de la déformation. Cette hypothèse revient à négliger le fait que de nouvelles parois se forment préférentiellement à proximité des joints de grain initiaux alors que le cœur des grains en est dépourvu, pour de faibles taux de déformation et des vitesses de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} [72].

1.3.1.2 *Représentation géométrique simplifiée de la microstructure β déformée.*

Notre représentation géométrique simplifiée de la microstructure β après déformation comporte ainsi (Figure 101) :

- les grains β issus du traitement de mise en solution et inchangés pendant la déformation;
- les sous-grains équiaxes de plus petite taille, contenus à l'intérieur des grains β .

Nous représentons les grains et les sous-grains par des sphères au lieu de tétrakaédraèdres afin de simplifier les différents calculs, au prix d'une différence négligeable de rapport surface sur volume. La surface des joints de grain devient :

$$A = \frac{4\pi}{14} R^2 \quad (70)$$

⁷ Pour nos sphères, la densité de joint de grain est égale au rapport surface sur volume, soit $3/R$. Par exemple, pour un taux de déformation de 100%, une estimation haute du nouveau rayon des sphères initiales déformées est de $R_0/2$, soit un doublement de la densité de joint de grain. Pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , le rayon des nouveaux sous-grains est 13 fois plus petit, soit une multiplication par 13 de la densité de joint de grain.

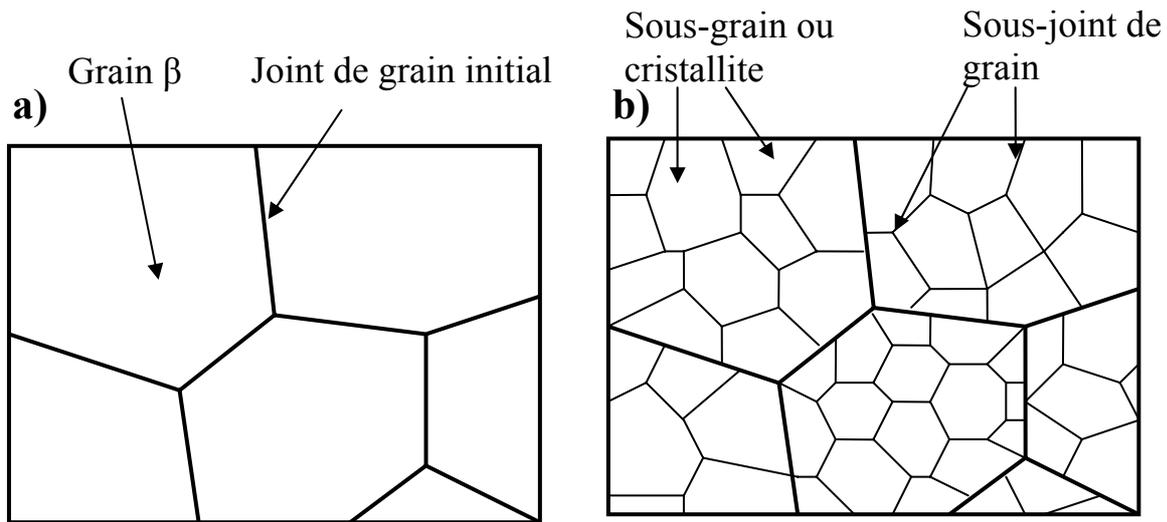


Figure 101 Représentation simplifiée de la microstructure β a) avant ; b) après une déformation plastique.

1.3.1.3 Transformation de phase à l'intérieur de cette microstructure

Nous supposons que :

- les nouvelles parois de la sous-structure sont des sites potentiels de germination.
- En revanche, seuls les anciens joints de grain peuvent bloquer la croissance des colonies de α_{WGB} .

Ces hypothèses sont étayées par les observations suivantes : d'une part F. Chaussy [72] avait observé la germination de la phase α sur les sous-joints. D'autre part, nous avons observé que certains joints de grain peuvent être franchis par la phase α (§III2.2.2.2). Les joints de grain de forte désorientation étant plus difficiles à franchir en raison des incompatibilités cristallographiques qui nécessitent l'apport d'une énergie, et d'autre part de germes sur ces sites.

Pour tenir compte de ces hypothèses, nous conservons les grains β initiaux, mais nous y augmentons le nombre de faces pour représenter la sous-structure. Nous calculons alors l'avancement de la transformation exactement comme dans le modèle initial §1.2.2.3. En revanche, chacune de ces nouvelles faces a pour aire la surface d'un sous-grain divisée par 14. Le nouveau nombre de faces s'écrit (Tableau 8, p. 158) :

$$N_{face} = 14 \left(\frac{R_{grain}}{R_{sous-grain}} \right)^3 \quad (71)$$

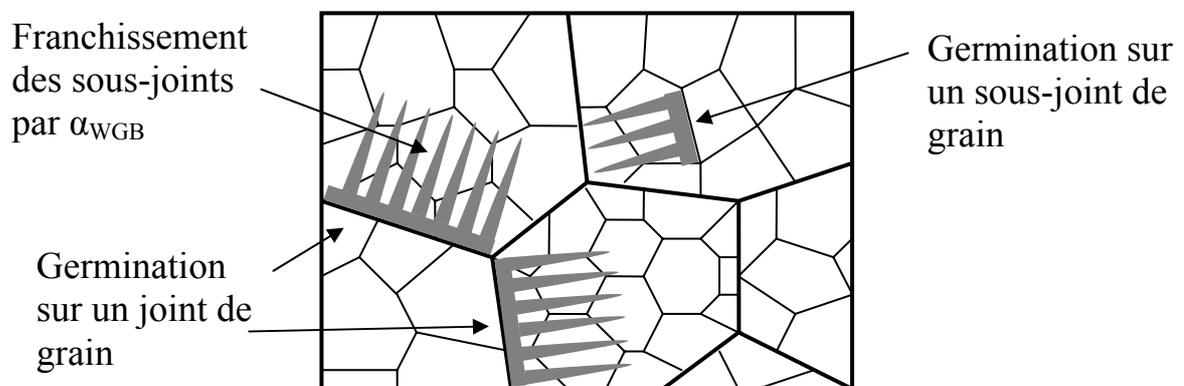


Figure 102 Germination et croissance de la phase α dans la microstructure β déformée.

1.3.2 Modélisation de l'effet de la déformation plastique sur les énergies de joint et de sous-joint de grain

Dans le modèle initial, l'énergie de joint de grain était considérée comme un paramètre d'ajustement permettant de retrouver les tendances expérimentales. Or celle-ci dépend de la déformation. Nous ne pouvons donc plus l'ajuster et nous allons la calculer à l'aide d'un modèle simple et de données expérimentales issues de la thèse de F. Chaussy.

1.3.2.1 Calcul de l'énergie de joint de grain en fonction de la désorientation à l'aide de la loi de Read et Shockley et du modèle de Wolf

La loi de Read et Shockley [93] permet de calculer l'énergie $\sigma_{\beta\beta}$ d'un joint de flexion⁸, modélisé par un arrangement de dislocations, en fonction de l'angle de désorientation Θ entre les deux grains β séparés par celui-ci. L'énergie stockée par ces dislocations est liée à l'énergie de joint de grain.

$$\sigma_{\beta\beta} = \sigma_0 \Theta (A - \ln \Theta) \quad (72)$$

$$\sigma_0 = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)} \quad (73)$$

$$A = 4\pi(1-\nu)k \quad (74)$$

Avec μ le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, b le module du vecteur de Burgers, Θ l'angle de désorientation en radians.

k est un paramètre lié à l'énergie linéique de cœur des dislocations E_c d'après la relation [93] :

$$E_c = k\mu b^2 \quad (75)$$

Avec E_c l'énergie linéique de cœur des dislocations.

Cette loi n'est valable que pour les sous-joints, c'est-à-dire les désorientations inférieures à environ 15° . Au-delà de 15° , deux grains sont séparés par un joint de grain fortement désorienté d'énergie pratiquement constante.

Nous considérons également la relation empirique proposée par Wolf [100] qui est valable aussi bien pour les joints que pour les sous-joints :

$$\sigma_{\beta\beta} = \sigma_0 \sin \Theta [A - \ln(\sin \Theta)] \quad (76)$$

1.3.2.2 Détermination des paramètres de la loi de Read et Shockley et du modèle de Wolf

Nous avons déterminé les valeurs des paramètres intervenant dans le modèle de Wolf à partir des données de la littérature.

Constantes d'élasticité

Selon H. Ogi et al. [101], les constantes d'élasticité de la phase β du titane pur ne dépendent pratiquement pas de la température. D'après leur étude et les références bibliographiques qu'ils citent, le module d'Young et le coefficient de Poisson valent :

⁸ Il faut deux angles pour caractériser la désorientation entre deux grains, mais nous simplifions notre représentation, comme cela avait été fait dans le travail de F. Chaussy.

$$E = 58 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0,4$$

Energie de cœur des dislocations (paramètre k)

Sur la Figure 103, nous avons représenté l'énergie de joint de grain en fonction de la désorientation en utilisant le modèle de Wolf calculé, pour différentes valeurs de k. Le maximum de ces courbes augmente avec l'énergie de cœur des dislocations. Cette valeur maximale doit correspondre à l'énergie des joints de grain. Celle-ci ayant été mesurée pour le titane pur, l'alliage TA6V4 [103] et l'alliage Ti-5Al-2.5Sn [102], nous nous en sommes servi pour ajuster la valeur de k.

L'énergie de joint de grain varie :

- de 760 à 670 mJ.m^{-2} entre 1138 et 1316°C dans le titane pur,
- de 810 à 830 mJ.m^{-2} entre 1138 et 1285°C dans l'alliage TA6V,
- de 795 à 588 mJ.m^{-2} entre 1104 et 1310°C dans l'alliage Ti-5Al-2.5Sn.

Bien que l'influence de la température soit non négligeable, nous supposons que l'énergie de joint de grain reste constante⁹ car les morphologies α_{GB} et α_{WGB} décrites par notre modèle ne sont prépondérantes que dans un petit intervalle de température, compris entre 750 et 880°C.

Expérimentalement, l'énergie de joint de grain se situe donc entre 550 et 850 mJ.m^{-2} et les valeurs représentatives de k sont comprises entre 0,1 et 0,15¹⁰ (Figure 103).

D'après les valeurs ci-dessus, nous utiliserons dans la suite le modèle de Wolf, avec un coefficient d'énergie de cœur des dislocations de 0,12, correspondant à un maximum de $\sigma_{\beta\beta}$ égal à 800 mJ.m^{-2} . Cependant, nous estimons qu'un choix de k entre 0,10 et 0,15 serait autant réaliste.

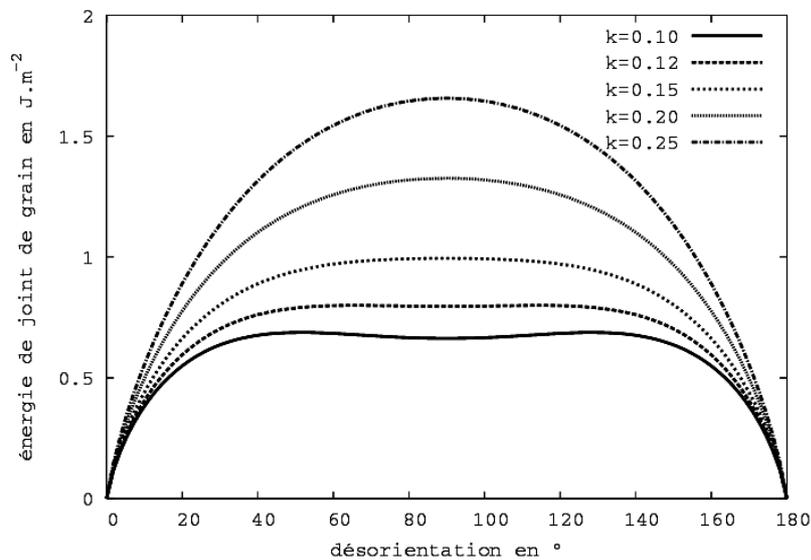


Figure 103 Energie de joint de grain en fonction de la désorientation pour différentes énergies de cœur de dislocation, d'après le modèle de Wolf [100].

⁹ L'influence de la variation relative de $\sigma_{\beta\beta}$ par rapport à $\gamma_{\alpha\beta}$ sur la germination aux joints de grain a été récemment mise en évidence par Lopez et al [104].

¹⁰ A titre de comparaison, le calcul de l'énergie de cœur des dislocations vis dans le nickel pur (CFC) donne une valeur pour k de 0,17 [116]. Dans le cas du tantale pur (CC) k vaut 0,16 [117].

1.3.2.3 Calcul de la distribution des énergies de joint de grain pour la microstructure β non déformée

F. Chaussy a établi à partir d'analyses EBSD un histogramme de répartition des angles de désorientation des joints de grain, pour la microstructure β non déformée de l'alliage β -Cez (Figure 104a). Nous en avons déduit la répartition des énergies de joint de grain.

On remarque que celles-ci sont très peu dispersées :

- 70% des joints de grain ont une énergie comprise entre 700 et 800 mJ.m^{-2} ;
- 15 % entre 500 et 700 mJ.m^{-2} ;
- 15 % entre 0 et 500 mJ.m^{-2} .

Avant déformation, la majorité des joints de grain sont de forte désorientation.

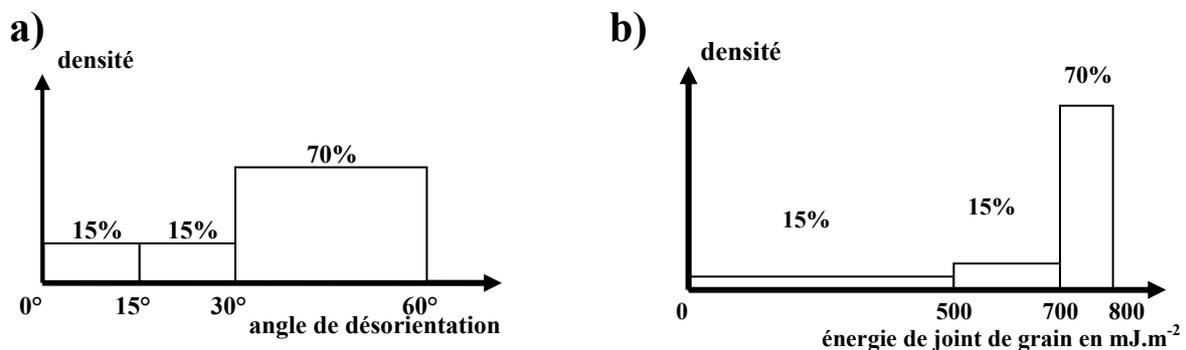


Figure 104 Répartition a) des angles de désorientation ; b) des énergies de joint de grain pour l'état non déformé.

1.3.3 Distribution de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$

Dans le modèle initial, les valeurs des angles de mouillage des calottes sphériques étaient réparties à l'aide d'une distribution gaussienne ajustée pour retrouver les tendances expérimentales. Cette distribution des valeurs permettait de rendre compte de la variabilité des conditions dans lesquelles s'effectue la germination hétérogène en fonction du joint de grain.

En effet, comme nous l'avons rappelé au §11.5.1, l'orientation relative des grains et la présence de défauts déterminent probablement, entre autres, la géométrie et la taille critique des germes, et par conséquent le flux de germination. A défaut d'un modèle qui prend en compte précisément ces effets, l'introduction d'une distribution des valeurs permet de se rapprocher « artificiellement » des conditions réelles. Cependant, il se peut qu'en réalité, la dispersion des valeurs soit faible ou inexistante.

C'est pourquoi nous avons été amenés à distribuer les énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ pour conserver une certaine dispersion des conditions de la germination, dont nous verrons par la suite combien elle est utile pour pouvoir prendre en compte l'effet d'une déformation plastique.

Ainsi nous distribuons sur les faces, suivant une loi normale, l'énergie d'interface entre les phases α et β , $\gamma_{\alpha\beta}$, pour le calcul du flux de germination. La densité de probabilité d'une énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ s'écrit :

$$p(\gamma_{\alpha\beta}) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\gamma_{\alpha\beta} - \overline{\gamma_{\alpha\beta}}}{\sigma}\right)^2\right) \quad (77)$$

Avec $\overline{\gamma_{\alpha\beta}}$ l'énergie d'interface moyenne de la distribution et σ son écart-type.

Nous appelons la dispersion de la gaussienne σ' , l'écart-type normalisé par la valeur moyenne :

$$\sigma = \sigma' \overline{\gamma_{\alpha\beta}} \quad (78)$$

Comme nous serons amenés à ajuster la moyenne de la gaussienne, nous préférons travailler avec ce facteur, qui nous permettra d'adapter l'écart-type de manière à répartir les valeurs en fonction de cette moyenne.

Par exemple une dispersion de la gaussienne de 0,1 signifie que 90% des valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$ sont comprises entre 0,83 et 1,17 fois $\overline{\gamma_{\alpha\beta}}$, aussi bien pour une énergie d'interface moyenne de 100 mJ.m⁻² que pour une énergie de 500 mJ.m⁻².

En revanche, pour calculer la vitesse de croissance des plaquettes de α_{WGB} , nous utilisons toujours la valeur moyenne $\overline{\gamma_{\alpha\beta}}$ de cette distribution.

1.4 Conclusion

Nous venons de montrer que l'approche de modélisation la mieux adaptée pour simuler l'effet d'une déformation plastique préalable sur la transformation de phase repose sur le calcul explicite du flux de germination et de la vitesse de croissance des précipités, pour en déduire à partir d'une description géométrique de la microstructure initiale la cinétique de transformation. Par la suite nous allons présenter toutes les améliorations apportées au modèle de L. Hélicher, modèle que nous allons maintenant employer, dans un premier temps pour affiner un certain nombre de données, et dans un second temps pour étudier l'effet d'une déformation plastique préalable.

2 Calculs de cinétiques de transformation sans prédéformation. Correction du modèle de germination.

En présentant notre modèle de germination-croissance, nous en avons précisé les données d'entrée, qui proviennent pour la plupart de mesures comme par exemple la taille de grain β ou les coefficients de diffusion. En revanche, nous devons calculer l'énergie de joint de grain à l'aide d'un modèle, et nous ne connaissons pas la valeur de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$.

Or ces deux paramètres influencent de manière déterminante le flux de germination hétérogène aux joints de grain.

Par ailleurs nous savons que c'est précisément cette étape de germination qui est décisive pour prendre en compte l'influence d'une déformation plastique sur l'ensemble de la transformation de phase.

C'est pourquoi nous allons étudier plus avant la germination, d'une part pour vérifier le calcul de l'énergie de joint de grain par la loi de Read et Shockley (ou le modèle de Wolf), d'autre part pour ajuster les valeurs de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$.

Comme nous ne disposons pas de mesure du flux de germination, nous validerons indirectement son calcul dans le cas d'une microstructure initiale β non déformée de la manière suivante. D'une part nous comparerons nos prédictions de cinétique globale de transformation à nos mesures pour l'alliage Ti17. D'autre part nous servirons des données du nombre de colonies d' α_{WGB} par grain dans l'alliage β -Cez [4] comme mesure indirecte du flux de germination.

Ainsi, nous validerons notre calcul de la germination en considérant une microstructure initiale β non déformée. Cette démarche est justifiée car si nous introduisions maintenant la déformation, nous aurions à gérer en plus le changement des énergies de joint de grain qu'elle engendre.

Nous représentons d'abord les germes de phase α par des calottes sphériques, comme nous l'avions proposé en présentant notre modèle. Cependant, les calculs de flux de germination nous ont amenés à introduire la géométrie de germe du pillbox, mieux adaptée à notre alliage. Nous validerons ce choix en calculant des cinétiques de transformation en conditions isothermes et anisothermes, que nous comparerons à l'expérience.

2.1 Impossibilité pour la phase α de germer sous la forme de calottes sphériques

2.1.1 Ecart à l'expérience lors du calcul de cinétiques de transformation

Afin d'ajuster la moyenne et la dispersion de la distribution gaussienne des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, nous avons calculé la cinétique de transformation isotherme à 750 et 800°C avec les données de l'alliage Ti17. Cette étude paramétrique, détaillée dans l'Annexe IV, conduit aux deux conclusions suivantes :

- (i) Lorsque la valeur moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ augmente, le nombre de colonies d' α_{WGB} par grain diminue, ce qui entraîne un ralentissement de la cinétique globale de

transformation. Ce premier résultat traduit un ralentissement de la germination qui provient de l'augmentation de la barrière de germination ΔG^* , proportionnelle à $\gamma_{\alpha\beta}^3$.

(ii) Le nombre de colonies par grain ne varie pas en fonction de la température.

Ce deuxième résultat représente un écart important à l'expérience. En effet, E. Laude avait compté dans l'alliage β -Cez 7, 11 et 16 colonies par grain en fin de traitement isotherme à respectivement 790, 750 et 700°C [4]. Or nous calculons un nombre de colonies par grain constant sur un intervalle de température beaucoup plus large, compris entre 550 et 830°C.

Ces calculs globaux semblent indiquer que le flux de germination que nous calculons dépend bien de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, mais ne dépend pas de la température. Or l'expression du flux de germination fait intervenir celle-ci, notamment à travers la force motrice de germination et les coefficients de diffusion.

Pour comprendre ces évolutions inattendues en fonction de la température, nous avons analysé plus en détail la germination en fonction de ces paramètres.

2.1.2 Analyse de l'origine de ces écarts à l'aide du calcul de la durée de remplissage

2.1.2.1 Influence de la température

Sur la Figure 105, la durée de remplissage est représentée en fonction de la température.

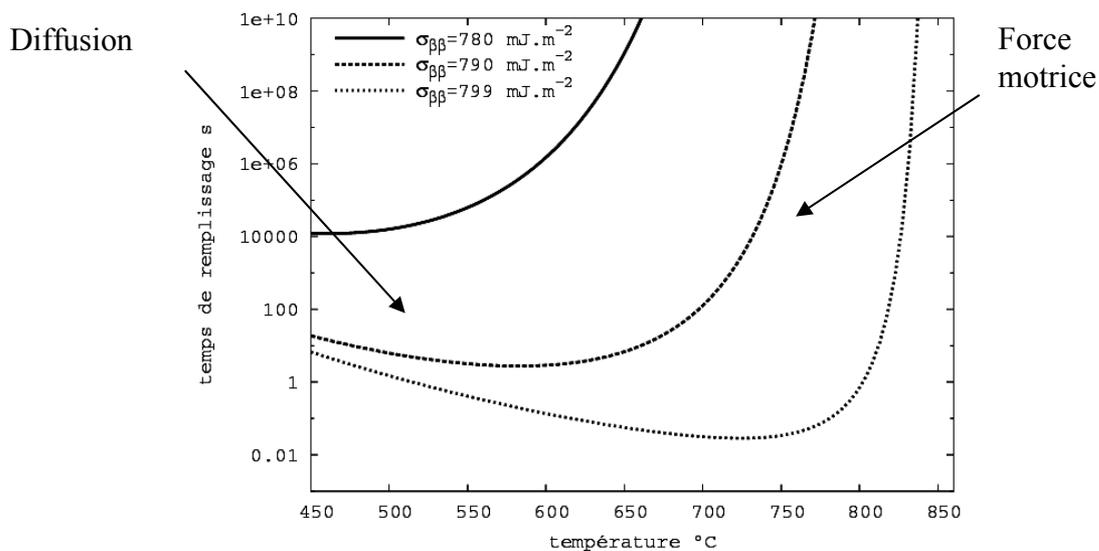


Figure 105 Temps de remplissage d'un joint de grain en fonction de la température pour différentes valeurs de $\sigma_{\beta\beta}$, avec $\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$.

Pour une énergie de joint de grain donnée, on observe que la durée de remplissage diminue lorsque la température augmente puis augmente lorsque celle-ci approche du transus. On peut facilement montrer que ces variations sont imposées à haute température par la force motrice et par les coefficients de diffusion à basse température.

Ainsi, contrairement à notre conclusion à la fin des calculs de cinétiques globales précédents, le flux de germination dépend bien de la température.

2.1.2.2 Influence des énergies $\sigma_{\beta\beta}$ et $\gamma_{\alpha\beta}$

Observons sur la Figure 105 les courbes de durée de remplissage que nous avons calculées pour trois énergies de joint de grain différentes. Pour l'énergie de joint de grain la plus faible (780 mJ.m^{-2}), la durée de remplissage est très grande devant la durée d'une transformation isotherme, quelle que soit la température. L'effet « catalyseur » du joint de grain est donc trop faible pour permettre la germination hétérogène de la phase α . Pour une énergie de joint de grain de 790 mJ.m^{-2} , la durée de remplissage se rapproche des durées de traitement isotherme pour une large plage de températures ($<750^\circ\text{C}$) ; enfin, pour une énergie de 799 mJ.m^{-2} , le remplissage est pratiquement immédiat quelle que soit la température.

Ainsi, un joint de grain ayant une énergie de surface de 790 mJ.m^{-2} ne permet pas la germination hétérogène de la phase α tandis qu'avec une énergie supérieure de seulement 9 mJ.m^{-2} , la germination devient pratiquement immédiate. Ceci a pour conséquence que le temps de remplissage varie très rapidement en fonction de l'énergie de joint de grain, comme nous l'avons illustré sur la Figure 106 pour différentes valeurs d'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$.

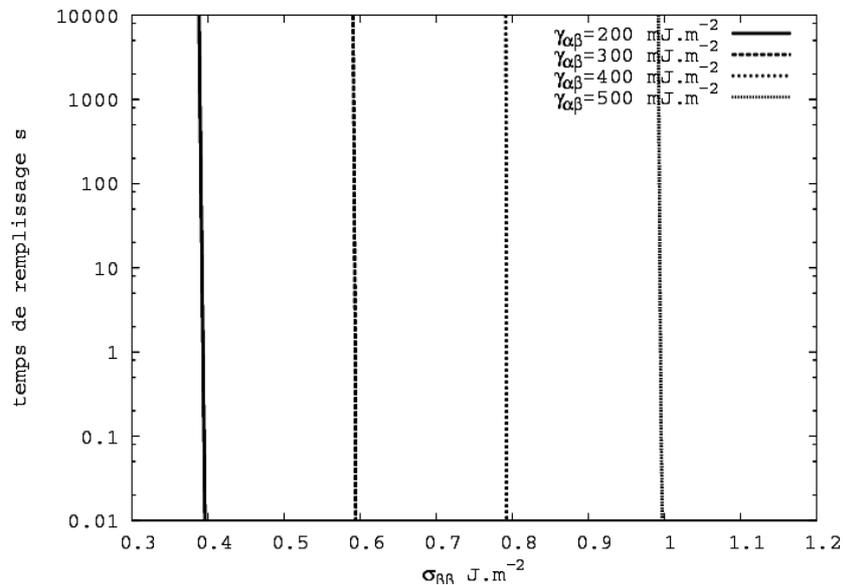


Figure 106 Temps de remplissage en fonction de l'énergie de joint de grain à 750°C , pour différentes énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$.

Par ailleurs nous remarquons que la germination hétérogène devient possible lorsque $\sigma_{\beta\beta}$ est proche du double de $\gamma_{\alpha\beta}$. Le calcul du flux de germination montre que cette accélération provient du facteur de forme S de la calotte sphérique. En effet S tend vers 0 et $\frac{dS}{d\sigma_{\beta\beta}}$ s'accroît fortement près de cette limite. Ainsi, pour une énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ de 400 mJ.m^{-2} et des énergies de joint de grain de 780 et 799 mJ.m^{-2} (voir Figure 105), les facteurs de forme valent respectivement $1,87 \cdot 10^{-3}$ et $4,7 \cdot 10^{-6}$. Il s'ensuit que pour des valeurs de $\sigma_{\beta\beta}$ proches de $2 \gamma_{\alpha\beta}$, on observe une diminution rapide de la barrière de germination. La germination hétérogène devient possible aux joints de grain à condition que le rapport $\sigma_{\beta\beta}/\gamma_{\alpha\beta}$ soit proche de 2. Géométriquement, cette limite correspond à l'énergie de joint de grain au-delà de laquelle son effet catalyseur est tellement grand que la nouvelle phase s'étale complètement sur le joint de grain (Figure 107).

Des tendances similaires avaient été observées dans le cas de la transformation massive aux joints de grain $\beta \rightarrow \alpha_M$ dans des alliages Ti-Ag et Ti-Au [112]. Pour pouvoir retrouver leurs flux de germination expérimentaux, les auteurs avaient dû imposer une plage de valeurs très étroite pour l'énergie d'interface. En effet, le rapport $\gamma_{\alpha\beta}/\sigma_{\beta\beta}$ devait varier entre 0,502 et 0,522. Dans notre cas, il doit varier entre 0,5 et 0,509.

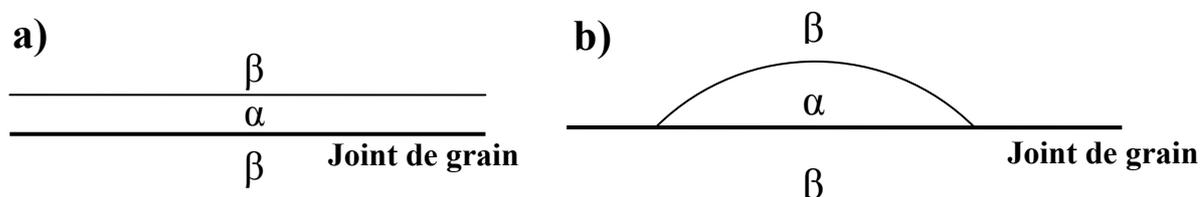


Figure 107 Etallement des germes sur le joint de grain. a) $\sigma_{\beta\beta} \geq 2\gamma_{\alpha\beta}$; b) $\sigma_{\beta\beta} < 2\gamma_{\alpha\beta}$.

2.1.2.3 Conclusion sur l'absence de variation du nombre de colonies par grain lors de calculs globaux

Bien que le flux de germination que nous calculons dépende de la température, le nombre calculé de colonies par grain ne peut pas dépendre de la température. Pour un joint de grain donné, il n'y a, et quelle que soit la température, que 2 cas de figure possibles, sans transition pratiquement de l'un à l'autre :

- Si $\sigma_{\beta\beta} \geq 2\gamma_{\alpha\beta}$ alors le joint de grain est immédiatement recouvert par « étalement » de la phase α à sa surface
- Si $\sigma_{\beta\beta} < 2\gamma_{\alpha\beta}$ alors le joint de grain n'est jamais recouvert pendant la durée d'un traitement isotherme.

La proportion de joints de grain pour lesquels le flux de germination est assez élevé sans qu'il y ait d'étalement de la phase α $\sigma_{\beta\beta} = 2\gamma_{\alpha\beta} - \varepsilon$ est négligeable (ie. $\varepsilon \ll 1$).

2.1.3 Taille des calottes sphériques

Nous allons maintenant montrer que l'obtention d'un flux de germination assez élevé nécessite un angle de mouillage tellement faible que les germes ont une hauteur critique inférieure à une distance interatomique. En effet, la hauteur critique h^* de la calotte sphérique s'exprime de la manière suivante (Figure 97) :

$$h^* = R^* \left(2 - \frac{\sigma_{\beta\beta}}{\gamma_{\alpha\beta}} \right) = R^* (1 - \cos \theta) \quad (79)$$

Prenons l'exemple de la distribution qui avait été choisie dans le modèle initial (§1.2), pour l'alliage β -Cez, avec une gaussienne sur les angles de mouillage telle qu'en moyenne $\theta=19^\circ$ [3].

L'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ est fixe et vaut 270 mJ.m^{-2} , ce qui correspond, pour $\theta=19^\circ$, à une énergie de joint de grain $\sigma_{\beta\beta}$ de 525 mJ.m^{-2} .

La hauteur critique vaut alors $7,1 \text{ \AA}$ à 750°C , pour un temps de remplissage $1/J^*$ de $2,2 \cdot 10^{10} \text{ s}$. Le temps de remplissage vaut 1000 s si $\sigma_{\beta\beta} = 530 \text{ mJ.m}^{-2}$, soit $\theta=15,6^\circ$, ce qui donne alors une hauteur critique h^* de $3,8 \text{ \AA}$.

Reprenons ensuite les exemples présentés en Figure 105 pour l'alliage Ti17 :

Pour une température de 720°C et une énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ de 400 mJ.m⁻², on obtient les hauteurs critiques h^* suivantes en fonction de l'énergie de joint de grain $\sigma_{\beta\beta}$.

$$\sigma_{\beta\beta} = 799,9 \text{ mJ.m}^{-2} : h^* = 3,8 \cdot 10^{-12} \text{ m}$$

$$\sigma_{\beta\beta} = 799 \text{ mJ.m}^{-2} : h^* = 3,8 \cdot 10^{-11} \text{ m}$$

$$\sigma_{\beta\beta} = 790 \text{ mJ.m}^{-2} : h^* = 3,8 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

Le temps de remplissage $1/J^*$ est de l'ordre de 1000 s lorsque $\sigma_{\beta\beta} = 790 \text{ mJ.m}^{-2}$ (Figure 105), soit lorsque h^* vaut environ 4 Å.

Enfin, pour une énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ arbitraire de 270 mJ.m⁻², l'évolution de h^* en fonction de l'énergie de joint de grain s'effectue, pour les deux alliages Ti17 et β -Cez, dans l'intervalle de $\sigma_{\beta\beta}$ permettant un mouillage rapide, entre 0 et 5 Å (Figure 108).

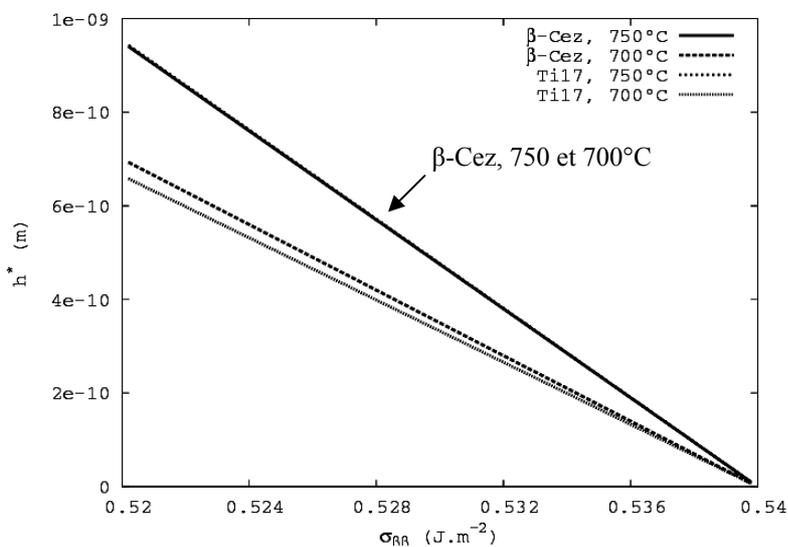


Figure 108 Evolution de la hauteur critique des calottes sphériques décrivant les embryons de nouvelle phase α en fonction de l'énergie de joint de grain, pour les alliages β -Cez et Ti17.

Tous ces exemples montrent que les calottes sphériques peuvent recouvrir les joints de grain dans un intervalle de temps de l'ordre de la durée d'un traitement isotherme à condition que leur hauteur critique soit de quelques Å. Ainsi :

- la hauteur en périphérie des calottes sphériques sera largement inférieure à une distance interatomique
- le calcul d'équilibre des tensions d'interface sera faux, car les hypothèses géométriques au niveau de la ligne de contact ne seront plus vérifiées.

2.1.4 Conclusion

La géométrie de la calotte sphérique conduit à un comportement binaire : le remplissage immédiat du joint de grain par étalement de la nouvelle phase ou bien l'absence de germination. Cela a pour conséquence une germination qui ne dépend ni de la température ni du temps, ce qui va à l'encontre des observations d'E. Laude montrant une germination progressive et dépendant de la température. Nous allons donc utiliser une autre géométrie pour représenter les germes de phase α aux joints de grain.

2.2 Calcul du flux de germination à l'aide de la géométrie du pillbox

Nous allons montrer qu'il est possible de calculer le flux de germination à l'aide de la théorie classique de la germination hétérogène en utilisant une géométrie de germe autre que la calotte sphérique. Après avoir défini le pillbox, nous montrerons que le calcul du flux de germination de la phase α avec cette forme de germe permet de simuler les cinétiques de transformation en accord avec l'expérience. Nous étudierons alors le flux de germination pour comprendre comment cette nouvelle géométrie peut mieux rendre compte des tendances expérimentales. Enfin, nous vérifierons que la taille des germes sous cette forme est supérieure à un espacement interatomique.

2.2.1 Modification du modèle : introduction de la géométrie du pillbox

Russell [115] avait introduit la géométrie du pillbox (Figure 109) comme alternative à la calotte sphérique pour représenter les germes aux joints de grain. Cette géométrie fut utilisée notamment par Lange et al. pour calculer le flux de germination de la ferrite allotriomorphe sur des joints de grain d'austénite [65] et également dans divers alliages de titane [34], [112]. De même que pour la calotte sphérique, nous supposons d'une part que le germe croît préférentiellement dans l'un des deux grains β tout en gardant une interface immobile avec le grain opposé, et d'autre part que les énergies de ces deux interfaces sont égales.

Les germes sont entièrement délimités par des interfaces cohérentes ou semi cohérentes. Leur hauteur critique h^* est généralement de l'ordre d'un espacement interatomique, ce qui a pour conséquence de réduire considérablement la barrière de germination par rapport à la calotte sphérique. Ainsi, la germination hétérogène est-elle permise pour des transformations de phase mettant en jeu de faibles forces motrices, comme c'est le cas pour celle que nous étudions.

Nous rappelons le calcul du flux de germination développé auparavant par Russell [115], reposant sur l'hypothèse que le transfert des atomes s'effectue exclusivement sur la face supérieure du pillbox.

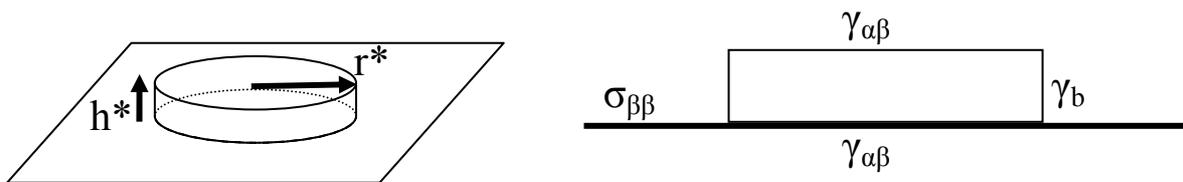


Figure 109 Géométrie du pillbox de taille critique.

Le rayon et la hauteur critique valent respectivement :

$$r^* = \frac{2\gamma_b}{\Delta G_v} \quad (80)$$

$$h^* = \frac{2\varepsilon}{\Delta G_v} \quad (81)$$

Avec

$$\varepsilon = 2\gamma_{\alpha\beta} - \sigma_{\beta\beta} \quad (82)$$

La barrière de germination, le facteur de Zeldovich et la fréquence d'attachement s'écrivent respectivement :

$$\Delta G^* = \frac{4\pi\varepsilon\gamma_b^2}{\Delta G_v^2} \quad (83)$$

$$Z = \frac{\nu_{at}\Delta G_v^2}{4\pi\sqrt{3k_B T}\gamma_b\varepsilon^{1/2}} \quad (84)$$

$$\beta^* = \frac{8\pi\varepsilon\gamma_b}{\Delta G_v^2} \frac{D_{\min}}{a^4} X^\beta \quad (85)$$

Le temps d'incubation vérifie toujours la relation (58). De même que pour la calotte sphérique, nous le négligerons lors du calcul du flux de germination. Nous avons justifié cette hypothèse en Annexe VI.

2.2.2 Ajustement des paramètres

Nous avons ajusté au cours d'une étude paramétrique détaillée en Annexe V, l'énergie de bord γ_b ainsi que la moyenne et la dispersion de la distribution gaussienne des valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$. Nous avons observé au cours de cette étude que le nombre de colonies par grain en fin de traitement isotherme dépend de la température alors qu'avec la calotte sphérique, cette variation était nulle (Figure 110).

Ainsi, nous calculons en fin de traitement isotherme 7,0 et 5,8 colonies par grain pour des températures de respectivement 750 et 800°C, soit une variation relative de -0,17. E. Laude avait compté 11 et 7 colonies à respectivement 750 et 790°C soit une variation relative comparable de -0,36.

Bien qu'il soit difficile de comparer directement ces valeurs¹¹, ce résultat montre que le flux de germination est vraisemblablement mieux calculé en représentant les germes par des pillbox. Pour le confirmer, nous allons étudier le flux de germination plus avant.

¹¹ D'autres phénomènes interviennent, conduisant au nombre expérimental de colonies par grain : nous n'avons pris en compte ni la germination aux bords et aux coins, ni le fait que plusieurs colonies par joint de grain peuvent se former.

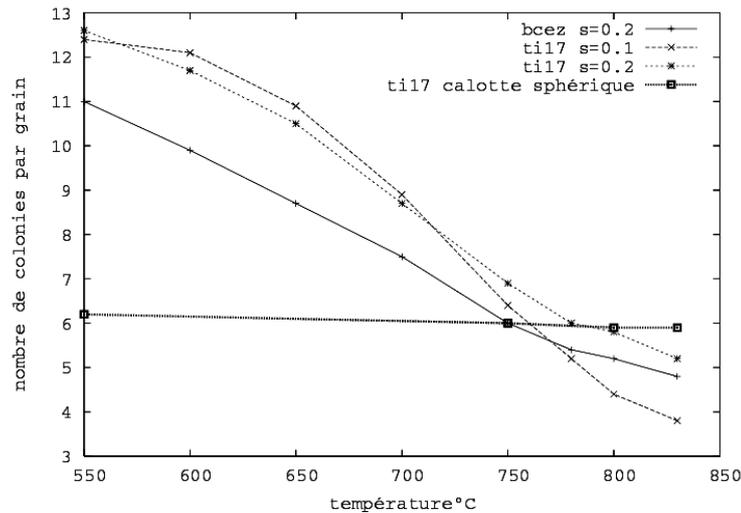


Figure 110 Nombre de colonies de α_{WGB} par grain en fonction de la température de maintien isotherme pour la calotte sphérique et le pillbox. Les énergies d'interface sont issues de l'étude paramétrique. s est la dispersion de la gaussienne sur $\gamma_{\alpha\beta}$.

2.2.3 Analyse détaillée de la germination

Nous avons calculé le temps de remplissage ($1/J^*$, voir §1.2.2.2) en fonction de la température en faisant varier l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, puis l'énergie de bord γ_b (Figure 111).

Nous observons que le temps de remplissage présente en fonction de la température les mêmes variations que pour la calotte sphérique, à basse température elles sont contrôlées par la diffusion, et à haute température par la force motrice.

Si nous augmentons $\gamma_{\alpha\beta}$ alors le remplissage ralentit. Ce ralentissement est plus prononcé pour une augmentation de γ_b de même amplitude. Ces variations s'interprètent en remarquant que la barrière de germination ΔG^* est proportionnelle à $\gamma_{\alpha\beta}\gamma_b^2$. Par ailleurs, on peut remarquer que c'est la partie des courbes « contrôlée » par la barrière de germination (les hautes températures) qui est la plus affectée par ces variations d'énergies d'interface.

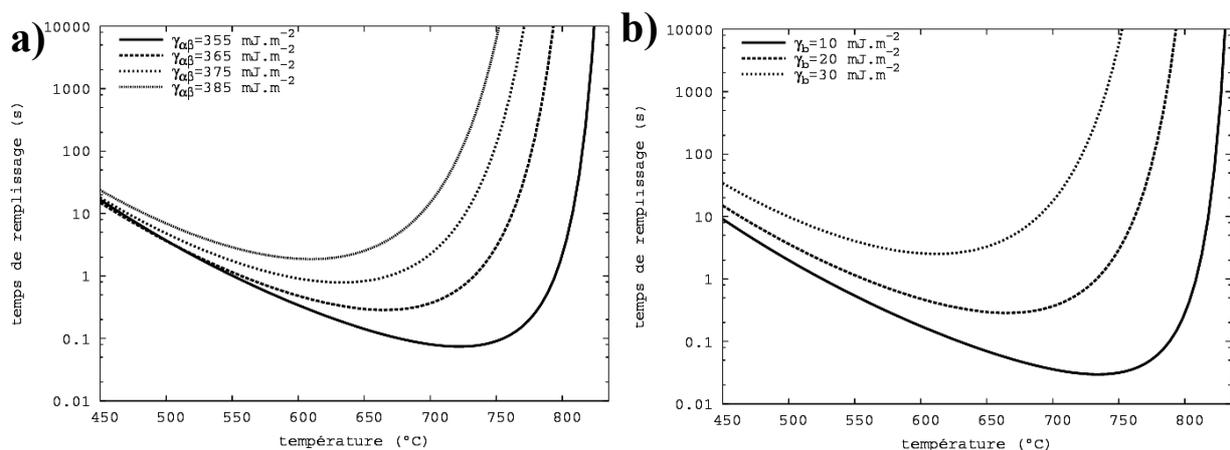


Figure 111 Temps de remplissage en fonction de la température. $\sigma_{\beta\beta}=700 \text{ mJ.m}^{-2}$.
a) $\gamma_b=20 \text{ mJ.m}^{-2}$; b) $\gamma_{\alpha\beta}=400 \text{ mJ.m}^{-2}$.

Le temps de remplissage dépend bien des énergies d'interface, mais nous remarquons une sensibilité moindre que dans le cas de la calotte sphérique. Pour mieux nous en rendre compte, nous avons comparé sur la Figure 112 les deux géométries. La durée de remplissage par le pillbox reste inférieure à 10000s sur un large intervalle d'énergie de joint de grain, compris entre 500 et 800 mJ.m^{-2} , alors que pour la calotte sphérique, cet intervalle s'étend de 791 à 800 mJ.m^{-2} .

Pour les deux géométries, la relation $\sigma_{\beta\beta} > 2\gamma_{\alpha\beta}$ correspond à l'étalement de la phase α le long du joint de grain. En conclusion la géométrie du pillbox permet d'assurer un remplissage progressif des joints de grain, contrairement à la calotte sphérique.

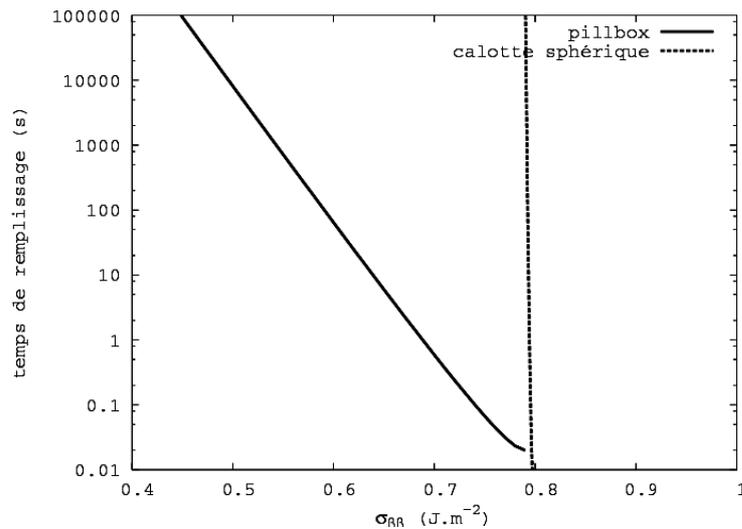


Figure 112 Durée de remplissage en fonction de l'énergie de joint de grain à 750°C pour des germes en forme de pillbox ($\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_b = 10 \text{ mJ.m}^{-2}$) et en forme de calotte sphérique $\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$.

Par ailleurs, nous observons sur la Figure 111 que plus la température est grande, plus se restreint l'intervalle d'énergies pour lesquelles le remplissage s'effectue en une durée limitée. Pour nous en assurer, nous avons tracé la durée de remplissage en fonction de l'énergie de joint de grain, pour différentes températures (Figure 113).

A titre d'exemple, celle-ci varie entre 0 et 1000 s sur des plages d'énergies de joint de grain bien supérieures à celles observées pour la calotte sphérique (Tableau 6). Ceci explique la diminution du nombre de colonies d' α_{WGB} lorsque la température augmente (Figure 110).

	T(°C)	$\sigma_{\beta\beta}$ (mJ.m^{-2})	$\gamma_{\alpha\beta}/\sigma_{\beta\beta}$
Pillbox	700	320 – 800	1,25 – 0,5
	750	540 – 800	0,74 – 0,5
	800	710 – 800	0,56 – 0,5
Calotte sphérique	Toute température	792 – 800	0,509 – 0,5

Tableau 6 Plages d'énergies de joint de grain permettant leur remplissage en moins de 1000 s, pour des germes ayant la géométrie du pillbox ($\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_b = 10 \text{ mJ.m}^{-2}$), à différentes températures et pour des germes ayant la géométrie de la calotte sphérique ($\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$), quelle que soit la température.

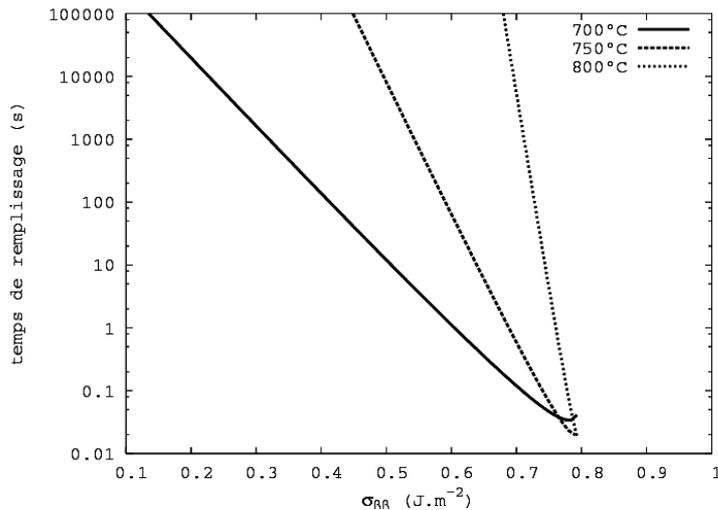


Figure 113 Temps de remplissage en fonction de l'énergie de joint de grain pour différentes températures. Pillbox, $\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$.

Enfin nous avons vérifié que la taille des germes est réaliste, c'est-à-dire supérieure au moins à un espacement interatomique de l'ordre de 3 \AA .

La taille critique des germes diminue avec la température. Or, la température la plus basse à laquelle les morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont présentes est de 550°C , valeur pour laquelle la force motrice vaut 10^8 J.m^{-3} . Pour que r^* ou h^* soient supérieurs à 3 \AA , il faut que ε et γ_b soient supérieurs à 5 mJ.m^{-2} , valeur inférieure à celles que nous avons choisies pendant notre étude paramétrique ($\gamma_b > 10 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\varepsilon \sim 100 \text{ mJ.m}^{-2}$).

2.2.4 Conclusion

Ainsi la géométrie du pillbox permet de calculer le flux de germination avec l'ordre de grandeur requis. Le nombre de joints de grain recouverts par la phase α dépend maintenant de la température, comme c'est le cas expérimentalement.

2.3 Validation : simulation de cinétiques de transformation sans déformation plastique préalable, dans les alliages β -Cez et Ti17

Nous allons vérifier que l'utilisation du modèle de pillbox permet de simuler les cinétiques globales de transformation que nous avons mesurées (Chapitre 3) pour l'alliage Ti17, aussi bien en conditions isothermes qu'anisothermes. Nous simulerons également les cinétiques de transformation dans l'alliage β -Cez.

2.3.1 Conditions isothermes

Nous allons calculer les cinétiques de transformation isotherme de la morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$) pour les deux alliages Ti17 et β -Cez. Comme l'alliage β -Cez présente expérimentalement des cinétiques de transformation légèrement plus rapides que l'alliage Ti17, nous vérifierons l'aptitude de notre modèle à en rendre compte.

Pour effectuer nos calculs, nous avons considéré pour les deux alliages un ensemble représentatif de 25 grains, avec une moyenne de 400 mJ.m^{-2} et une dispersion de 0,2 pour la distribution gaussienne d'énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, ajustée en Annexe V.

2.3.1.1 Etude d'une courbe de cinétique isotherme de transformation

A titre d'exemple, nous avons tracé en Figure 114 l'évolution de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C pour l'alliage $\beta\text{-Cez}$. On distingue trois étapes :

- La croissance parabolique de la morphologie α_{GB} ,
- la croissance linéaire des plaquettes de morphologie α_{WGB} ,
- le ralentissement progressif de la cinétique globale en fin de transformation.

La forme de la courbe indique que malgré l'utilisation de la géométrie du pillbox, nous n'avons pas obtenu de distribution temporelle de la durée du remplissage des joints de grain. On observe en effet une transition rapide du régime de croissance de α_{GB} au régime de α_{WGB} . Cela montre qu'à un instant donné, l'étape de transformation est la même sur toutes les faces qui ont germé¹².

En revanche, rappelons que l'utilisation du pillbox nous permet de simuler la variation du nombre de colonies d' α_{WGB} par grain en fonction de la température de traitement isotherme, comme nous l'avons représenté sur la Figure 110.

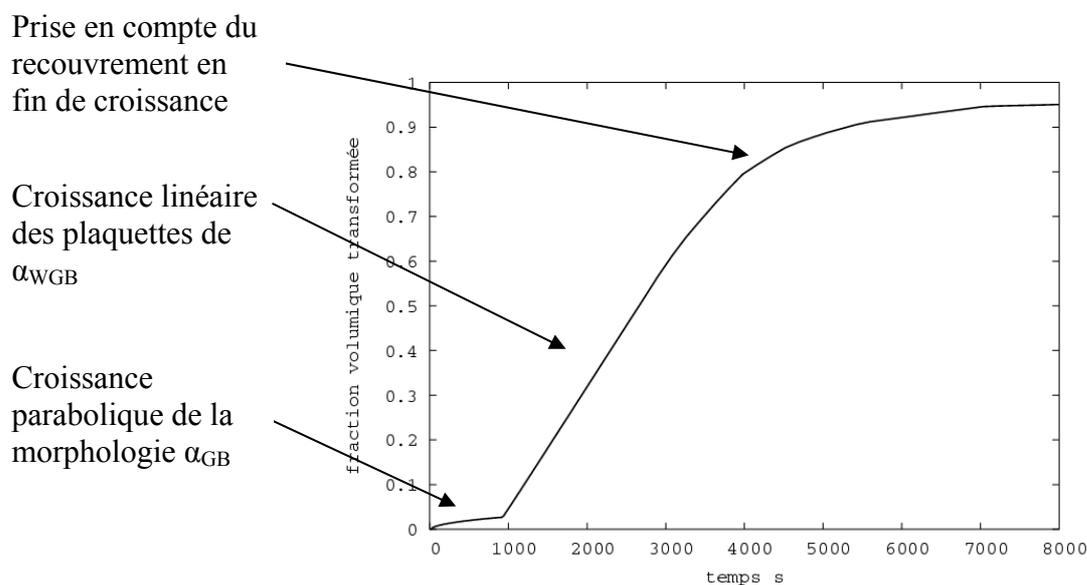


Figure 114 Fraction volumique transformée en fonction du temps au cours d'un traitement isotherme à 800°C pour l'alliage $\beta\text{-Cez}$.

¹² En réalité, nous avons observé que les différentes faces basculent du régime d' α_{GB} à celui d' α_{WGB} avec un décalage de temps. Mais l'amplitude de ce décalage est négligeable devant la durée de la transformation.

2.3.1.2 Diagramme TTT des alliages Ti17 et β -Cez

Nous calculons ainsi la cinétique globale de transformation isotherme entre 550 et 830°C pour les deux alliages β -Cez et Ti17. Pour l'alliage Ti17, nous devons ajuster l'épaisseur maximale d' α_{GB} qui détermine à quel instant s'effectuera la transition du régime de croissance d' α_{GB} à l' α_{WGB} (§1.2.2.2).

Pour l'alliage β -Cez, L. Héricher a constaté, à 750, 790 et 830°, que le temps de début expérimental déduit de mesures de résistivité est comparable à la durée de la croissance d' α_{GB} . Ses calculs reposaient sur les mesures d'épaisseur de α_{GB} d'E. Laude.

N'ayant pas effectué une telle mesure systématique pour l'alliage Ti17, il nous a paru suffisant d'assimiler le début expérimental au démarrage du régime d' α_{WGB} . Nous avons ajusté en conséquence l'épaisseur critique de α_{GB} en fonction de la température (Tableau 7).

Température (°C)	β -Cez (μm)	Ti17 (μm)
830	2,5	1
790	1,3	0,8
750	1,2	0,7
700	0,7	0,4
600	0,2	0,2

Tableau 7 Epaisseur critique de α_{GB} en fonction de la température, pour l'alliage β -Cez (mesures d'E. Laude [4]) et pour l'alliage Ti17 (ajustement sur les mesures de cinétique isotherme)

On remarque que l'épaisseur maximale de α_{GB} est systématiquement plus faible pour l'alliage Ti17 que pour l'alliage β -Cez. Nous pouvons attribuer cette différence à l'amélioration que nous avons apportée à la sensibilité de notre mesure de résistivité, conduisant à des temps de début expérimentaux plus courts (§III2.1.2).

Nous déduisons de nos simulations isothermes les courbes en C (début, t_{10} et t_{80}) de la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) que nous comparons aux diagrammes TTT expérimentaux.

Rappelons que dans notre alliage, il faut distinguer trois domaines de transformation à l'intérieur desquels s'effectue majoritairement un mécanisme de transformation.

- Entre le transus et 700°C, les morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont majoritaires ;
- Entre 700 et 550°C, la morphologie α_{WI} est pratiquement la seule observable ;
- En dessous de 550°C, nous observons surtout la morphologie issue du troisième mécanisme.

Ainsi, nous ne devons nous attendre à une adéquation parfaite entre la simulation et l'expérience que pour des températures supérieures à 700°C (voire 750°C, température au dessus de laquelle les morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont vraiment les seules observées). Effectivement, entre 740 et 800°C, les écarts entre temps de 80 et 10% de transformation restent inférieurs à resp. 300 et 150 s pour des durées de transformation de l'ordre de resp. 3000 et 10000s (Figure 115). On peut constater cependant des écarts entre temps de 10% de transformation, bien que ceux-ci restent constants en fonction de la température. Quant au temps de début de transformation tel que nous l'avons défini, il est difficile à comparer au temps de début expérimental qui, a priori, n'est pas associé au début de la croissance de la morphologie α_{WGB} .

Nous notons cependant à 830°C un retard en simulation non négligeable, que nous attribuons, en raison de la faible valeur de la force motrice, à la non prise en compte de sites de germination tels que les joints triples.

A basse température ($T < 700^\circ\text{C}$), la morphologie α_{WI} devient majoritaire lors d'un traitement de maintien isotherme. Le résultat de notre simulation montre que si la morphologie α_{WI} n'occupait pas la quasi-totalité du volume, les morphologies α_{GB} et α_{WGB} pourraient encore se former. On peut effectivement observer de la morphologie α_{GB} ou α_{WGB} à l'issue d'un traitement à basse température, mais en très faible quantité.

De plus, le nombre de colonies par grain augmentant lorsque la température diminue (Figure 110), nous prédisons la cinétique globale la plus rapide à 700°C.

Ainsi notre modèle permet de prédire pour l'alliage Ti17 les évolutions de cinétique globale en fonction de la température.

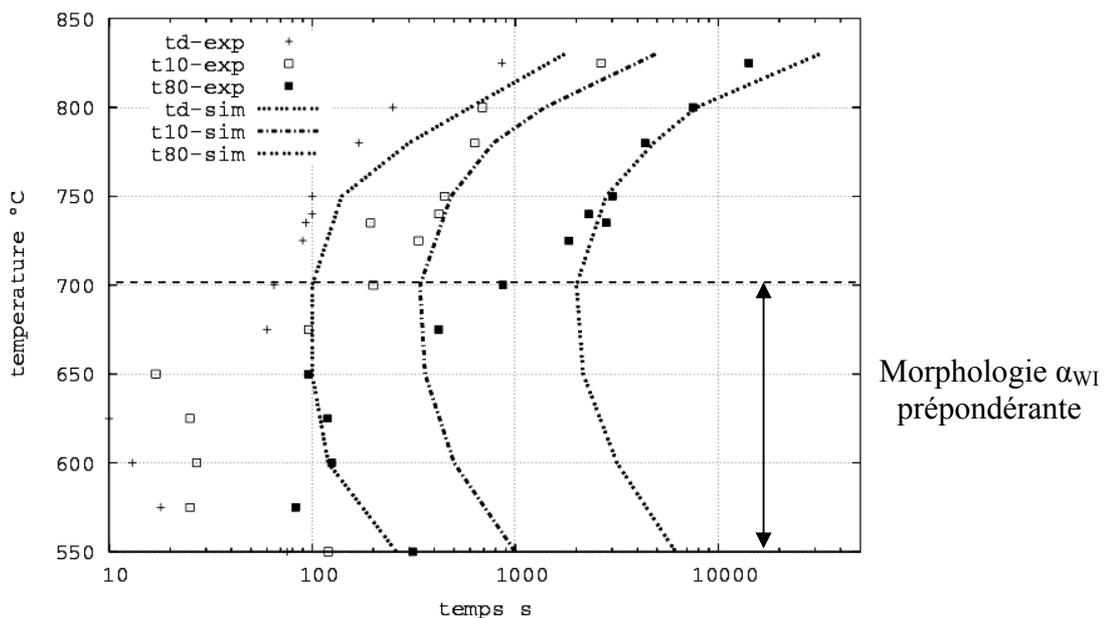


Figure 115 Diagramme TTT de l'alliage Ti17 obtenu par résistivimétrie et par simulation de la germination et croissance des morphologies α_{GB} et α_{WGB} .

Pour l'alliage β -Cez, nous avons utilisé les mêmes valeurs d'énergies d'interface γ_b et $\gamma_{\alpha\beta}$. Seules les compositions chimiques et la constante d'équilibre ont changé.

Nous constatons que les cinétiques de transformation simulées sont proches de l'expérience (Figure 116) et que les tendances sont les mêmes que pour l'alliage Ti17, avec un temps de début de transformation toujours difficile à comparer à l'expérience.

Ce résultat confirme encore une fois notre choix des valeurs d'énergies d'interface.

Enfin, il montre que notre modèle de germination et croissance peut être utilisé pour des alliages différents, pour peu que leurs descriptions thermodynamiques soient semblables.

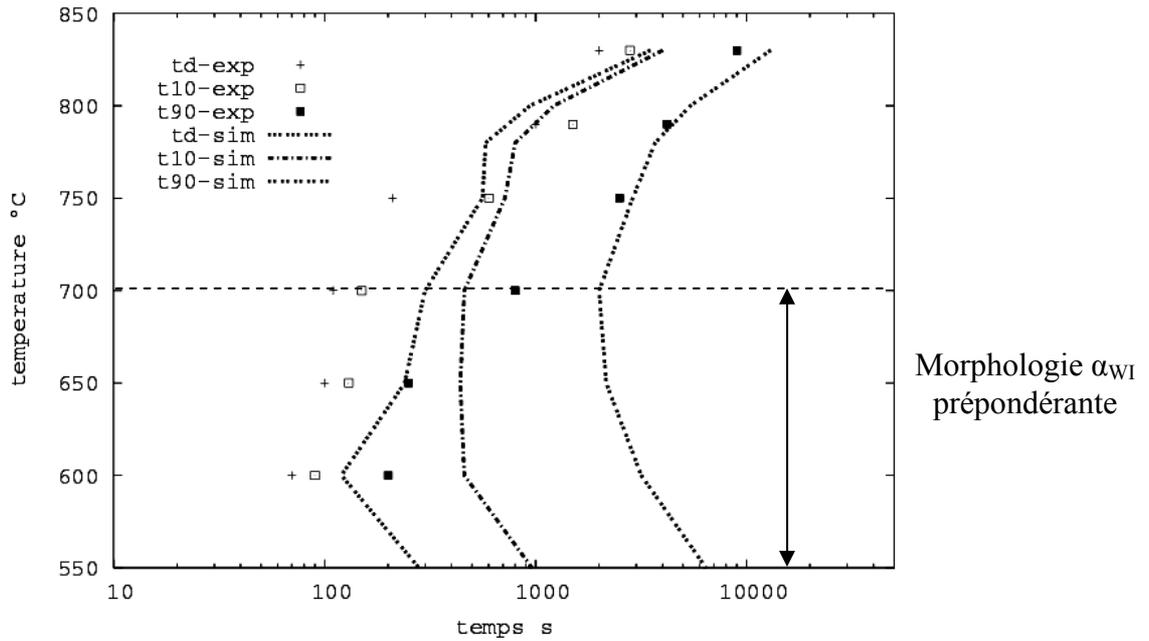


Figure 116. Diagramme TTT de l'alliage β -Cez obtenu par résistivimétrie et par simulation de la germination et croissance des morphologies α_{GB} et α_{WGB} .

2.3.1.3 Comparaison des alliages β -Cez et Ti17

Conformément à l'expérience, les durées de transformation isotherme pour l'alliage β -Cez sont légèrement plus courtes que pour l'alliage Ti17 (Figure 117). Il est possible d'attribuer partiellement cette différence à celle des vitesses de croissance des plaquettes α_{WGB} (Figure 118) : Au dessus de 700°C , la différence de vitesse des plaquettes est environ de $10 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ en faveur du β -Cez. La cause en est double : d'une part, le transus de l'alliage β -Cez est plus élevé que celui du Ti17. La force motrice de croissance est donc plus grande pour le β -Cez que pour le Ti17, à température identique. D'autre part, la concentration en éléments d'alliage diffusant lentement, comme le chrome (Figure 119), est moins importante dans le β -Cez que dans le Ti17.

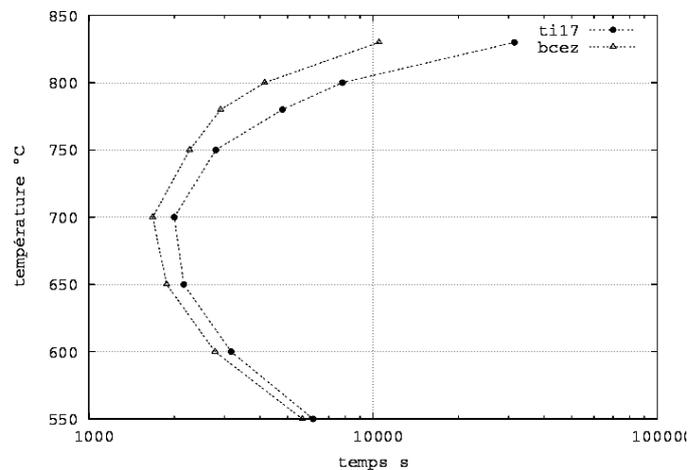


Figure 117 Temps calculé de 80% de transformation (t_{80}) pour les alliages Ti17 et β -Cez.

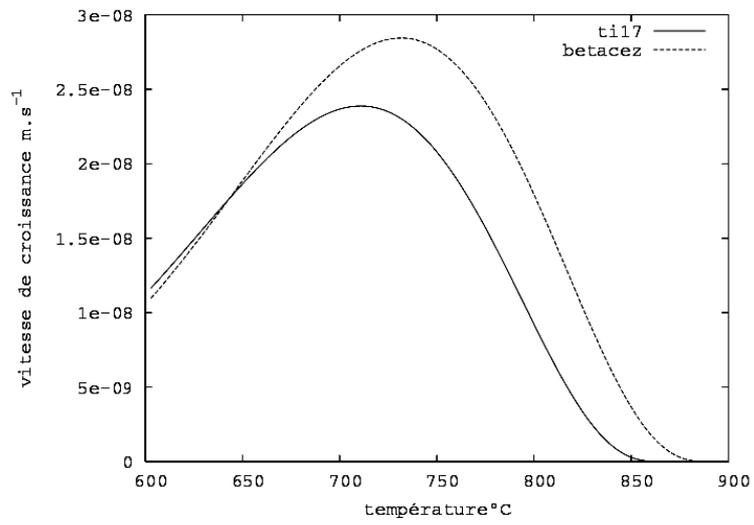


Figure 118 Vitesses de croissance des plaquettes de morphologie α_{WGB} pour les alliages β -Cez et Ti17, avec $\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$.

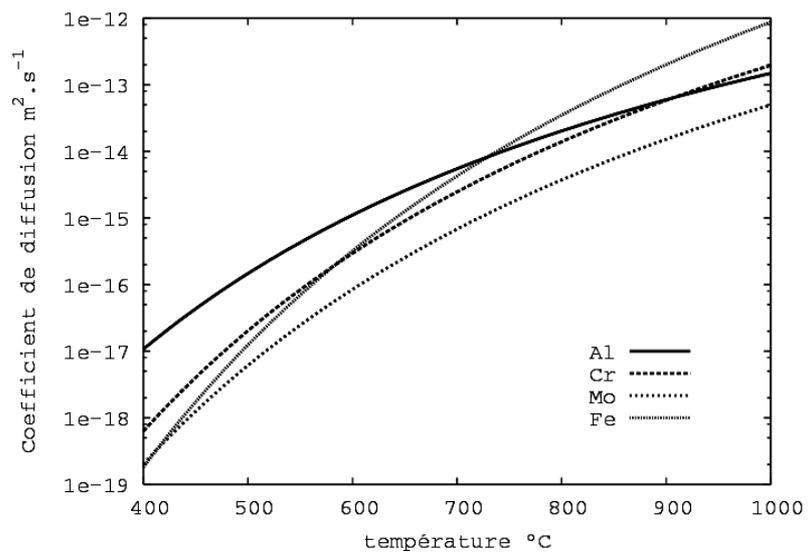


Figure 119 Coefficients de diffusion des principaux éléments d'alliage du β -Cez et du Ti17.

2.3.2 Conditions anisothermes

Enfin, nous avons simulé quelques refroidissements continus pour l'alliage Ti17, afin d'achever la validation de notre modèle pour une microstructure β non prédéformée. Rappelons que nous traitons l'évolution de la morphologie α_{WI} à l'aide d'une loi de JMA.

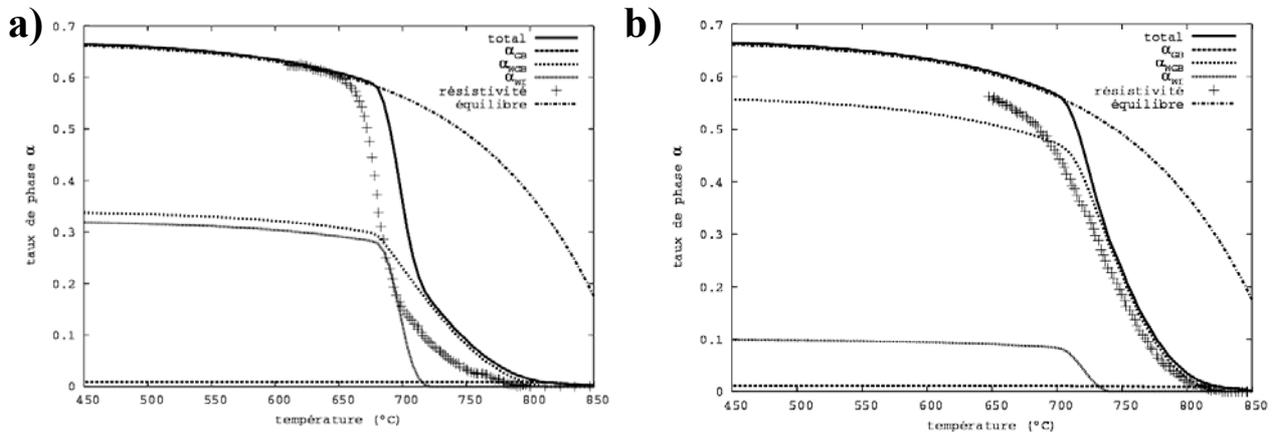


Figure 120 Cinétique de transformation lors d'un refroidissement continu à une vitesse constante de a) 0,05 et b) 0,02°C.s⁻¹. Comparaison entre mesure de résistivité électrique et simulation.

Les cinétiques globales de transformation que nous calculons présentent peu d'écarts avec les mesures déduites de résistivimétrie électrique. Dans les domaines de température où ne précipitent que les morphologies α_{GB} et α_{WGB} la différence est de l'ordre de 10% de taux de phase α . Enfin, la cinétique d'apparition de la morphologie α_{WI} semble correctement prédite. Les écarts que nous observons entre simulation et expérience, aussi bien pour la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) que la morphologie α_{WI} sont sensiblement les mêmes que nous avons observés en utilisant la loi de JMA. Ils ont vraisemblablement la même origine, que nous avons discutée au §IV2.2.2.

Nous avons calculé le nombre de colonies de plaquettes d' α_{WGB} par grain en fonction de la température pour différentes vitesses de refroidissement (Figure 121). Plus celle-ci est élevée et plus la température d'apparition de ces colonies est basse. Cette tendance a pour origine l'étape de croissance de la morphologie α_{GB} .

Nous observons également que le nombre de colonies augmente progressivement lorsque la température diminue. Cette évolution n'est rendue possible que grâce à l'utilisation de la géométrie du pillbox qui permet une sélection des faces en fonction de la température. Nous remarquons que l'allure des courbes est la même en raison du choix d'une distribution identique d'énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ pour tous les calculs.

Enfin, nous retrouvons qualitativement l'observation expérimentale suivante : la morphologie α_{WGB} s'affine lorsque la vitesse de refroidissement augmente.

(i) En effet, comme le montre la Figure 121, plus la vitesse de refroidissement est faible et plus le nombre final de colonies par grain est faible. La raison en est que le nombre de colonies ne peut plus augmenter lorsque tout le grain est rempli, ce qui arrive à une température d'autant plus élevée que le refroidissement est lent.

(ii) Par ailleurs, plus la vitesse de refroidissement est faible et plus les lamelles ont le temps d'atteindre une taille importante (Figure 122).

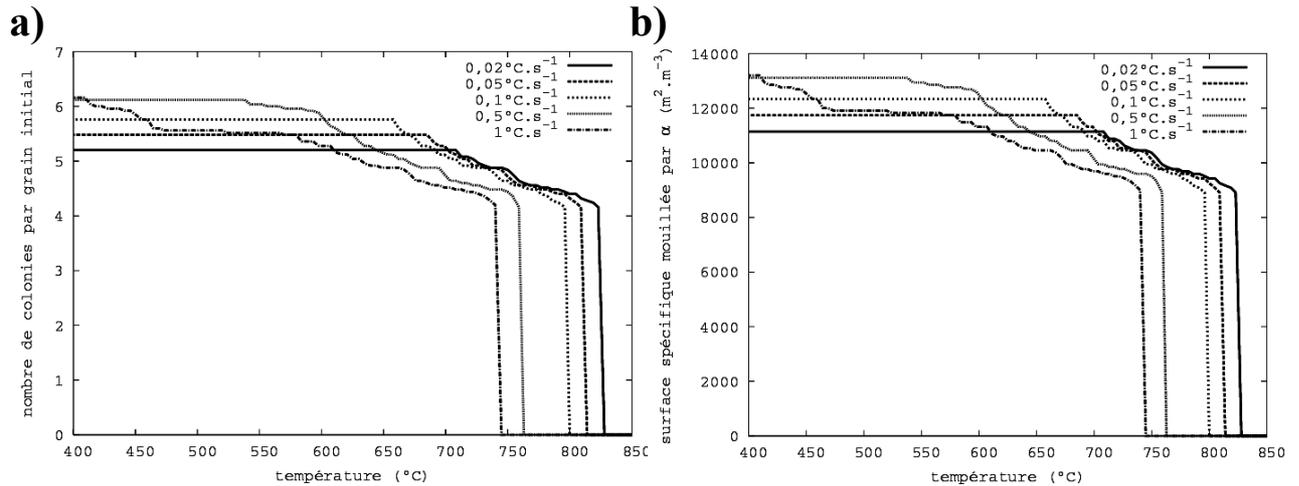


Figure 121 a) Nombre de colonies de lamelles d' α_{WGB} et b) surface spécifique de parois recouvertes par l' α_{GB} en fonction de la température pour différentes vitesses de refroidissement.

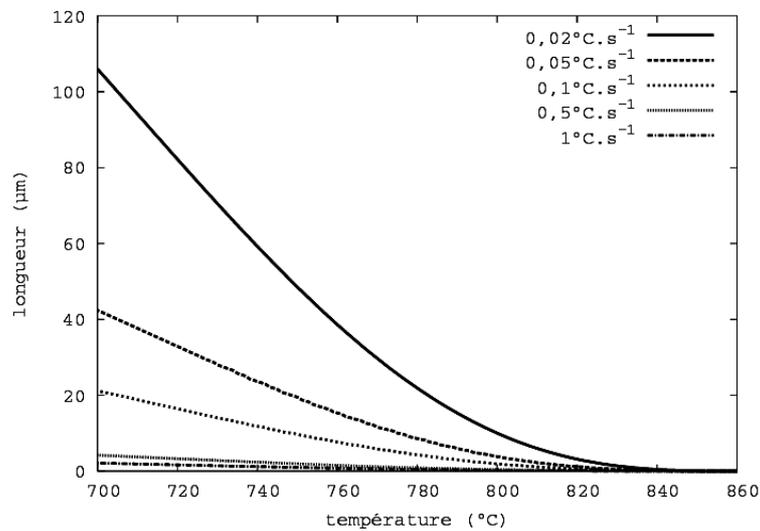


Figure 122 Longueur maximale des colonies de plaquettes d' α_{WGB} en fonction de la température, au cours de refroidissements continus à différentes vitesses.

2.4 Conclusion

En étudiant la germination aux joints de grain, nous avons montré que la phase α ne peut pas apparaître dans notre alliage sous la forme de calottes sphériques. Nous avons donc introduit la géométrie du pillbox qui nous a permis de calculer le flux de germination hétérogène aux joints de grain au moyen de la théorie classique. Après avoir ajusté les données nécessaires à ce calcul, nous avons pu prédire les cinétiques de transformation isothermes et anisothermes de l'alliage Ti17 comme les écarts entre les cinétiques de transformation isotherme des deux alliages Ti17 et β -Cez.

Contrairement aux observations expérimentales d'E. Laude, nos calculs conduisent à un recouvrement des joints de grain qui n'est pas progressif. Malgré tout, nous pouvons maintenant, grâce à l'utilisation du pillbox, rendre compte de la sensibilité du nombre de joints de grain mouillés par la phase α à la température. Ainsi lors du calcul de refroidissements continus, nous retrouvons qualitativement l'affinement de la morphologie α_{WGB} observé lorsque la vitesse de refroidissement augmente.

3 Calculs de cinétiques de transformation après une prédéformation plastique et comparaison à l'expérience

Dans la partie précédente, nous avons montré que notre modèle permet de décrire de manière satisfaisante l'influence de la température sur les cinétiques de transformation.

En introduisant l'effet de la déformation plastique préalable, nous allons maintenant éprouver davantage ce modèle. En effet nous pourrions ainsi vérifier :

- si la représentation que nous avons proposée de la microstructure β déformée est adéquate ;
- si nous calculons bien les énergies de joint de grain après une déformation et si nous prédisons bien l'accélération de la germination sur ces sites.

Après avoir rappelé les mesures caractérisant la microstructure β déformée que nous utiliserons comme données d'entrée, nous comparerons nos cinétiques globales de transformation isotherme à des mesures de F. Chaussy, pour différentes conditions précises de déformation plastique préalable. Cette analyse nous conduira à corriger une nouvelle fois notre calcul du flux de germination pour aboutir enfin à une prédiction quantitative de l'effet d'une déformation plastique. Nous appliquerons alors notre modèle dans sa version finale à la prise en compte de la température de déformation et enfin à des simulations de refroidissement continu.

3.1 Taille des sous-grains et désorientation des défauts plans

F. Chaussy a caractérisé pour l'alliage β -Cez la microstructure monophasée β après différents essais de compression à 920°C, en faisant varier le taux de déformation et la vitesse de déformation.

Rappelons que la microstructure β déformée (§1.3) est décrite par deux paramètres :

- la taille des sous-grains issus de la recristallisation dynamique continue (RDC) ;
- la distribution des désorientations entre grains β .

3.1.1 Taille des sous-grains issus de la RDC

Les nouveaux sous-grains β sont générés dès les faibles déformations et leur taille peut ensuite évoluer pendant la déformation. Par exemple pour une vitesse de déformation constante de 10^{-2} s^{-1} , leur diamètre vaut 14 μm pour un taux de déformation de 0,25, puis 10 μm pour des taux de déformation de 1 et 1,5.

Pour simplifier notre représentation et en tenant compte de l'analyse de F. Chaussy sur ces évolutions, nous considérons que la taille des sous-grains reste constante pour une vitesse de déformation constante donnée¹³.

Par ailleurs, nous supposons que la taille des grains β initiaux n'a pas d'influence sur la taille des sous-grains bien que les interactions entre grains (incompatibilités de déformation) jouent un rôle déterminant lors de la RDC¹⁴.

¹³ Notons que le régime stationnaire de RDC n'est vraisemblablement jamais atteint pour les taux de déformation que nous considérons, c'est-à-dire inférieurs à 200%.

¹⁴ Les échantillons de F. Chaussy ont été mis en solution 10 minutes, d'où un diamètre de grain β d'environ 130 μm . Pour tous nos essais et ceux d'E. Laude, ce diamètre est d'environ 200 μm .

A partir des mesures de taille de sous-grain en fonction de la vitesse de déformation (Figure 123) nous avons calculé différentes données qui nous serviront pour interpréter nos calculs (Tableau 8).

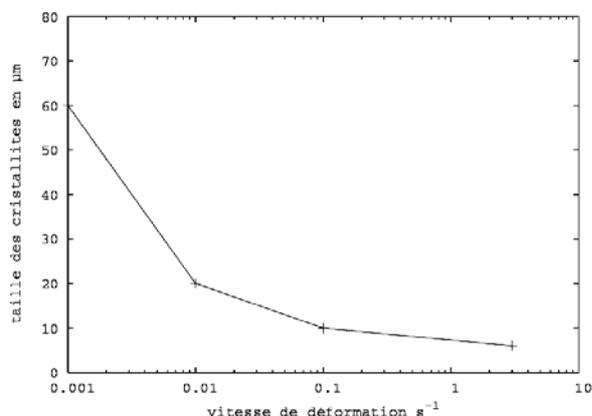


Figure 123 Diamètre des cristallites en fonction de la vitesse de déformation [72].

Vitesse de déformation (s ⁻¹)	Non déformé	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻¹	3
Diamètre (µm)	130	60	20	10	6
Nombre de sous-grains par grain initial	-	10	275	2200	10200
Nombre de faces par grain initial	14	140	3900	41000	143000
Aire d'une face (m ²)	3,8 10 ⁻⁹	8,1 10 ⁻¹⁰	9,0 10 ⁻¹¹	2,2 10 ⁻¹¹	8,1 10 ⁻¹²

Tableau 8 Paramètres géométriques des sous-grains en fonction de la vitesse de déformation.

3.1.2 Histogrammes de désorientation

Le deuxième paramètre, obtenu expérimentalement, qui nous permet de prendre en compte l'effet de la déformation, est la distribution des angles de désorientation entre grains. Celle-ci a été mesurée par analyse EBSD, en fonction du taux et de la vitesse de déformation [72]. Les parois sont distribuées, en fonction de leur désorientation, en trois classes¹⁵ : $\Theta < 15^\circ$, $15 < \Theta < 30^\circ$ et $\Theta > 30^\circ$.

3.1.2.1 Influence du taux de déformation

Quelle que soit la vitesse de déformation, lorsque le taux de déformation passe de 0 à 0,25 la distribution des désorientations change radicalement. En effet, la proportion de sous-joints faiblement désorientés ($\theta < 15^\circ$) vaut, après déformation, au moins 55 %, alors qu'elle est

¹⁵ Ces mesures ne tiennent pas compte de la longueur des parois

seulement de 15% dans l'état non déformé. Ce résultat montre que la sous-structure de RDC s'établit dès le début de la déformation (Figure 124).

Au-delà d'un taux de déformation de 0,25, la distribution entre les différentes familles de désorientation reste sensiblement la même, même s'il est difficile d'en établir une évolution précise.

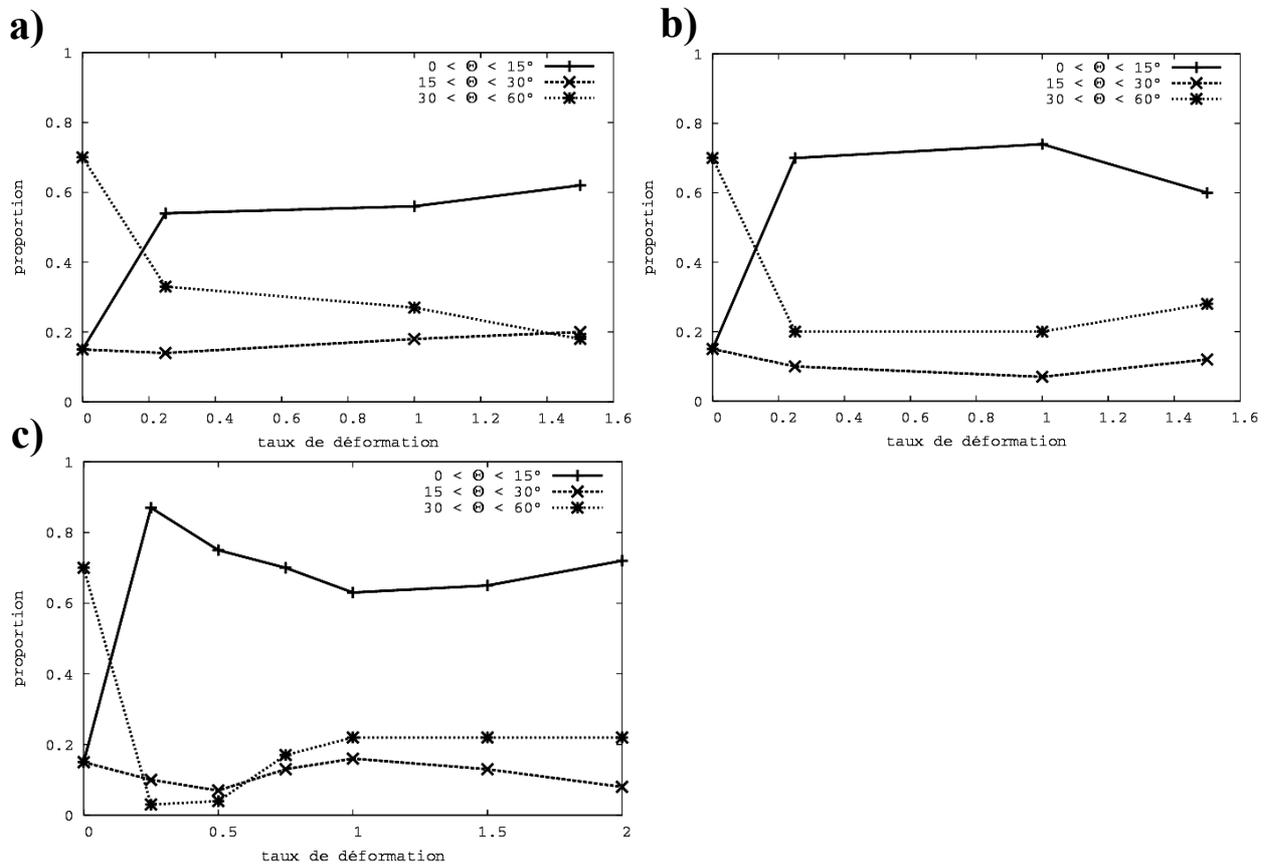


Figure 124 Proportion de joints de grain répartis en trois classes de désorientation ($\Theta < 15^\circ$, $15 < \Theta < 30^\circ$ et $\Theta > 30^\circ$), en fonction du taux de déformation, pour différentes vitesses de déformation constante : a) 10^{-3} s^{-1} ; b) 10^{-2} s^{-1} ; c) 10^{-1} s^{-1} .

3.1.2.2 Influence de la vitesse de déformation

Pour un taux de déformation donné, l'augmentation de la vitesse de déformation a pour effet de favoriser les sous-joints par rapport aux parois fortement désorientées (Figure 125).

En effet une grande vitesse de déformation défavorise la migration et l'annihilation des parois au profit de l'émission de nouvelles dislocations.

Or pour un taux de déformation de 0,25, les dislocations émises se sont réorganisées principalement sous la forme de parois faiblement désorientées alors que pour un taux plus élevé tel que 1,5, une grande partie d'entre elles a contribué à désorienter les parois existantes. C'est pourquoi une hausse de la vitesse constante de déformation favorise les parois faiblement désorientées pour un taux de 0,25 et que cet effet est presque négligeable pour un taux de 1,5.

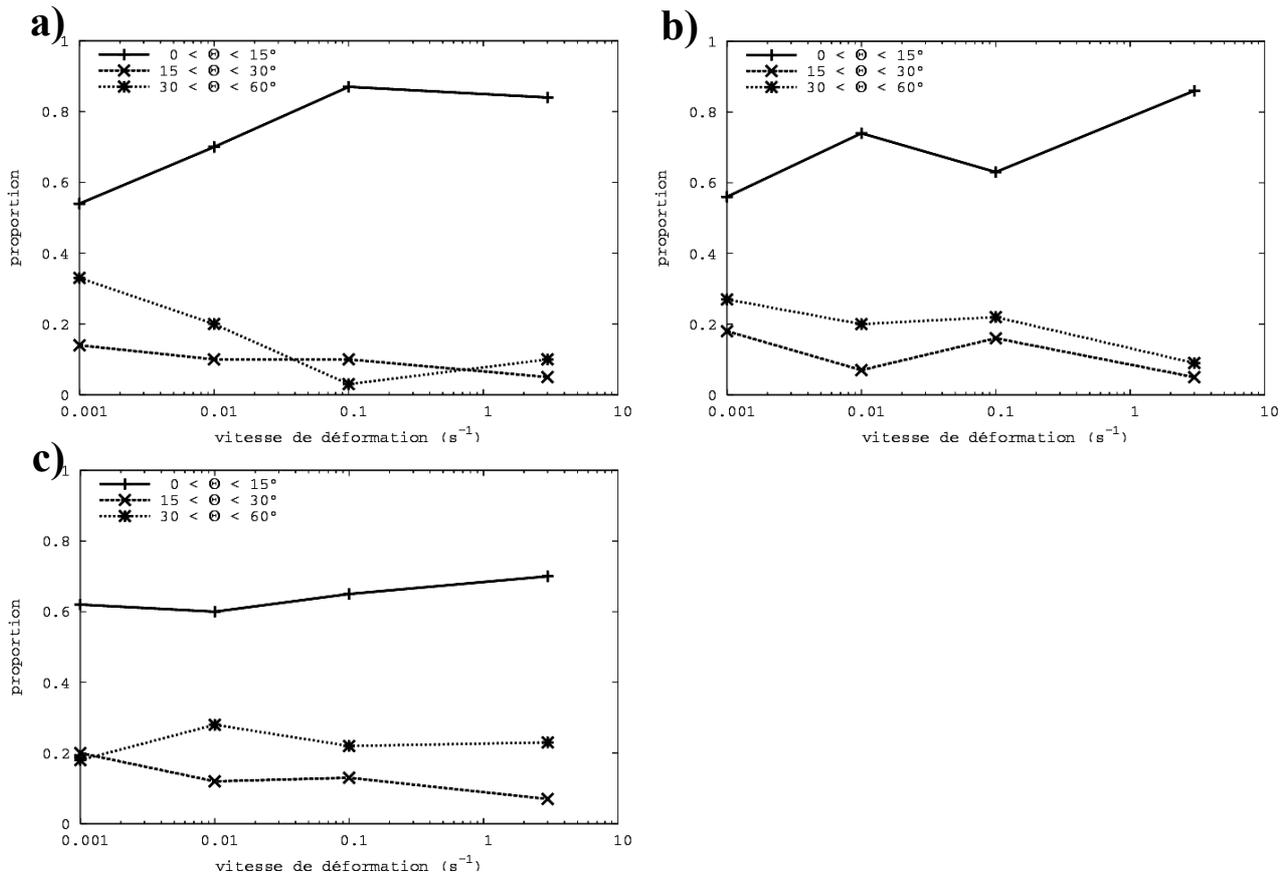


Figure 125 Proportion de joints de grain répartis en trois classes de désorientation ($\Theta < 15^\circ$, $15 < \Theta < 30^\circ$ et $\Theta > 30^\circ$), en fonction de la vitesse de déformation, pour différents taux de déformation : a) 0,25 ; b) 1 ; c) 1,5.

3.1.3 Conclusion

La synthèse de travaux expérimentaux antérieurs sur des alliages de titane similaires au Ti17 nous a permis d'établir la taille des sous-grains et la désorientation des joints de grain à l'issue de déformations plastiques dans des conditions précises (température de 920°C, taux et vitesse de déformation fixés). Ces mesures nous serviront de données d'entrée et nous aideront à interpréter nos résultats de calcul.

3.2 Influence de la vitesse et du taux de déformation plastique sur la cinétique isotherme de transformation à 800°C dans l'alliage β -Cez.

Nous allons étudier pour l'alliage β -Cez l'influence de la vitesse et du taux de la déformation plastique préalable sur la cinétique isotherme de transformation à 800°C, condition pour laquelle nous disposons de nombreux résultats expérimentaux [72] et qui constituera de ce fait notre cas de référence. Cette étude nous amènera à reconsidérer une nouvelle fois notre calcul de la germination aux joints de grain. En effet dans un premier temps, nous utilisons pour répartir les énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ la même gaussienne que pour nos calculs sans prédéformation. Nous verrons qu'il existe dans ce cas des écarts importants entre simulation et expérience. En déterminant l'origine de ces écarts nous affinerons la distribution de ces énergies d'interface, ce qui nous permettra enfin de prédire quantitativement l'effet d'une déformation plastique.

3.2.1 Ecarts à l'expérience avec les énergies d'interface ajustées lors de notre étude sans prédéformation

Nous avons simulé la cinétique de transformation de phase pour plusieurs conditions de déformation plastique préalable, en reprenant la distribution des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ utilisée dans les calculs précédents, c'est-à-dire une gaussienne centrée sur 400 mJ.m⁻² et de dispersion 0,2 (voir au §1.3.3 la définition de cette valeur).

3.2.1.1 *Influence du taux de déformation pour une vitesse de déformation constante de 10^{-1} s⁻¹*

Considérons l'influence du taux de déformation, pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s⁻¹ afin d'estimer si l'effet de la désorientation progressive des parois avec la déformation est correctement décrit.

La Figure 126 rassemble les cinétiques isothermes calculées à 800°C, observées pour différentes conditions de déformation. Nous retrouvons la tendance expérimentale, soit : la cinétique accélère lorsque le taux de déformation augmente. On remarque que l'accélération est relativement faible pour un taux de 0,25 et significative seulement à la fin de la transformation. En revanche, pour les taux supérieurs, elle est bien plus prononcée et ce pour les deux types de morphologies α_{GB} et α_{WGB} . On remarque également qu'au-delà d'un taux de 0,75, les courbes de cinétique sont pratiquement confondues : il n'y a plus d'évolution notable de l'accélération.

On observera dans toutes les simulations que la transformation s'interrompt brusquement dans le cas d'une déformation préalable, à une vitesse supérieure ou égale à 10^{-2} s⁻¹. Pour nos calculs sans prédéformation, ou pour une prédéformation à 10^{-3} s⁻¹, cette interruption est au contraire progressive, en raison d'une dispersion de la durée de transformation des grains β initiaux, due à un nombre de colonies variable d'un grain β initial à l'autre. En effet, sans prédéformation, les grains initiaux contiennent au maximum 14 colonies, alors que si ce nombre est élevé, alors chaque grain est identique car il contient toujours un échantillon représentatif de joints de grain.

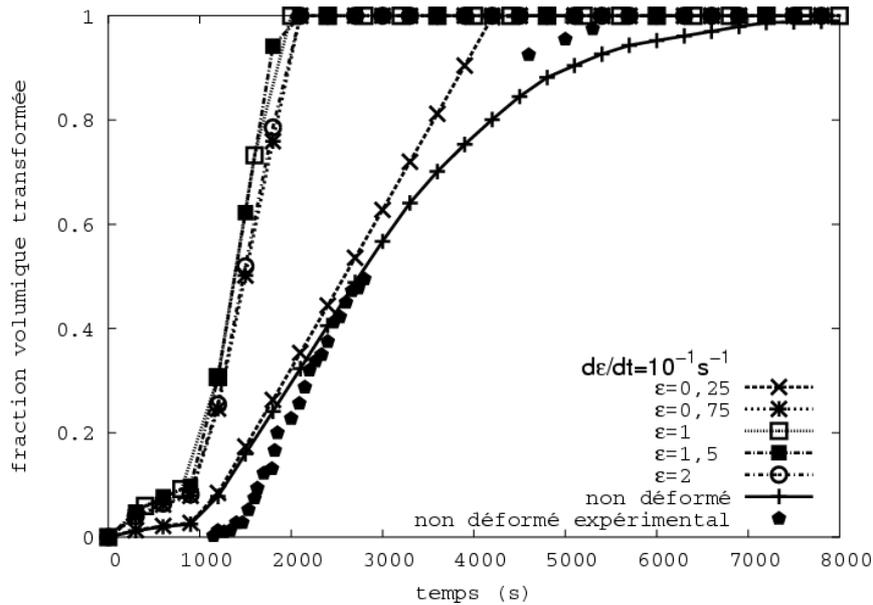


Figure 126 Evolution calculée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans déformation préalable et avec $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, pour $\epsilon = 0,25, 0,75, 1, 1,5$ et 2. Dispersion de la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta} : 0,2$. Evolution expérimentale du taux de phase, sans déformation préalable.

Si l'on compare les calculs pour les taux de déformation supérieurs à 0,25 aux expériences, on peut noter que les ordres de grandeur sont respectés (Figure 127). Notamment, les pentes des courbes calculées correspondant à la croissance des colonies d' α_{WGB} sont très proches de celles des courbes expérimentales. Le décalage dans le temps entre simulation et expérience semble dû, quant à lui, à la croissance d' α_{GB} .

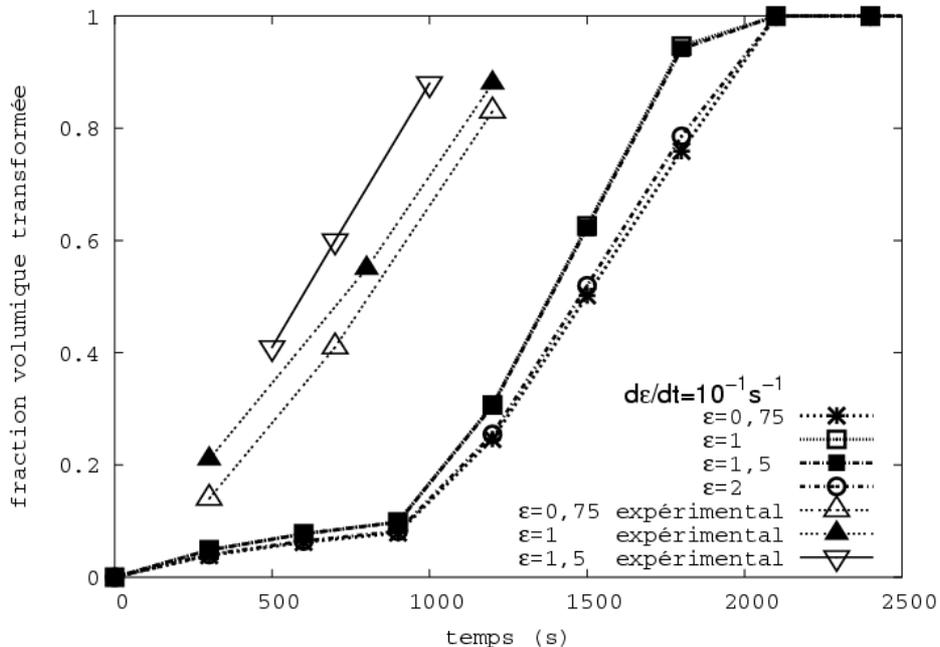


Figure 127 Evolutions calculée et mesurée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, avec une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , pour un taux de déformation de 0,75, 1, 1,5 et 2. Dispersion de la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta} : 0,2$.

En revanche, dans le cas d'une déformation de 0,25 la simulation sous estime très largement la cinétique de transformation, pour les régimes de croissance des deux morphologies α_{GB} et α_{WGB} (Figure 128). Un résultat concomitant inattendu est la diminution de la surface des parois mouillées par la phase α , par rapport à une transformation sans prédéformation (Tableau 9), et ce malgré une multiplication du nombre de colonies (Tableau 10). Cette variation est, comme nous le verrons par la suite, à l'origine de la sous-estimation des cinétiques de transformation par le modèle. Elle montre que notre calcul ne prend pas suffisamment en compte les sous-joints¹⁶ issus de la déformation comme sites de germination.

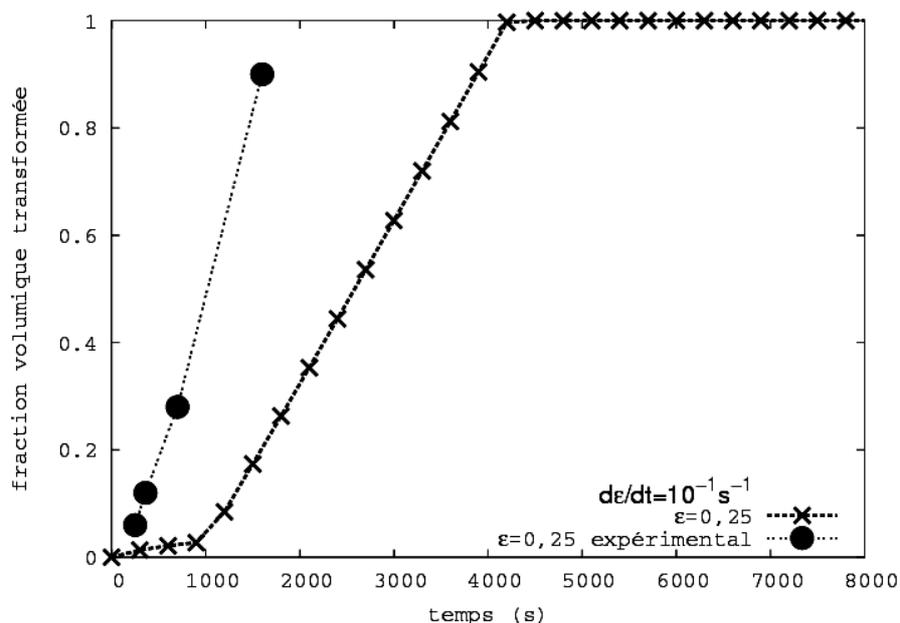


Figure 128 Evolution calculée et mesurée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, avec une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , pour un taux de déformation de 0,25. Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$: 0,2.

3.2.1.2 Influence de la vitesse de déformation pour un taux de déformation de 0,25

Examinons maintenant l'influence de la vitesse de déformation pour le taux de déformation de 0,25. Par le biais de ce paramètre, nous pouvons évaluer la façon dont nous décrivons la variation de la taille des sous-grains avec la vitesse de déformation.

De manière surprenante, les cinétiques de transformation calculées sont très semblables avec et sans prédéformation (Figure 129), bien que la cinétique sans prédéformation demeure globalement la plus lente. La transformation n'est pas accélérée par l'augmentation de la vitesse de prédéformation, comme nous nous y attendions.

¹⁶ Dans ce paragraphe, nous désignerons par sous-grain une nouvelle paroi générée au cours de la déformation, indépendamment de sa désorientation.

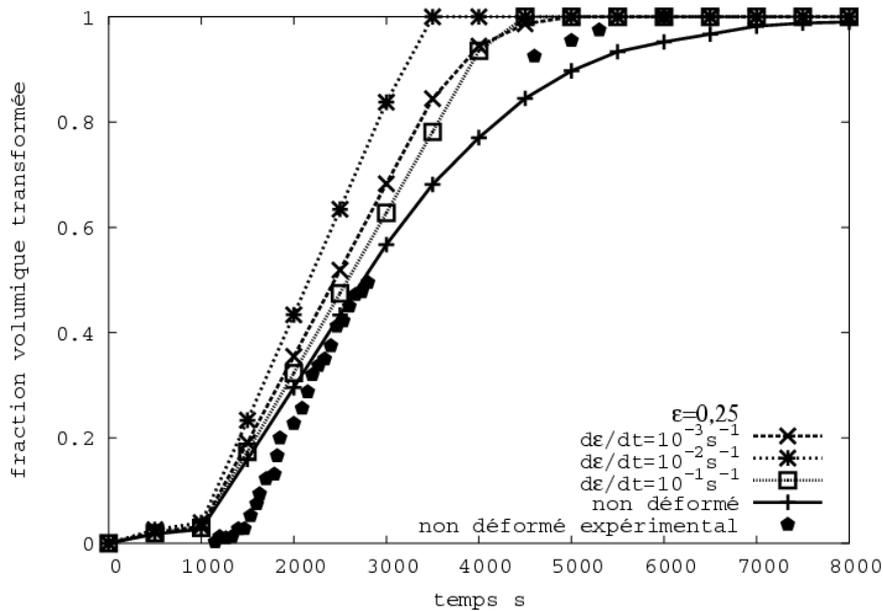


Figure 129 Evolution calculée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans déformation préalable et avec un taux de déformation de 0,25, pour des vitesses de déformation de 10^{-3} , 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} . Dispersion sur la gaussienne de γ_{af} : 0,2. Evolution expérimentale du taux de phase, sans déformation préalable.

Pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} , nous prédisons une légère accélération de la cinétique de transformation, proche de l'expérience notamment en fin de transformation (Figure 130). L'accord est nettement moins bon en ce qui concerne le début de transformation. Comme précédemment, le modèle semble surévaluer la durée de la croissance de α_{GB} .

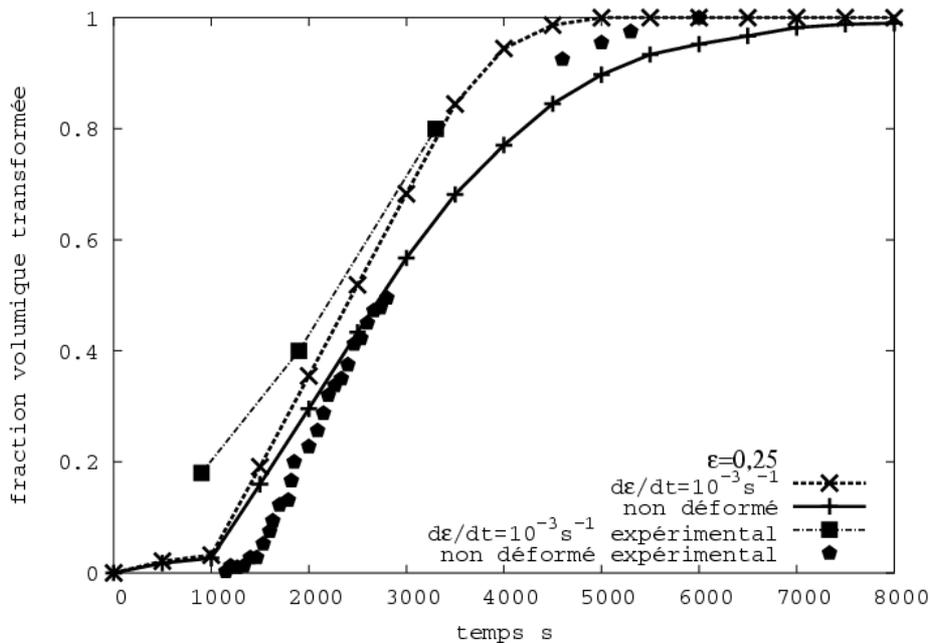


Figure 130 Evolutions calculée et mesurée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans prédéformation et avec un taux de déformation de 0,25 et une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Dispersion sur la gaussienne de γ_{af} : 0,2.

Pour des vitesses de 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} , les cinétiques de transformation sont largement sous-estimées par le modèle (Figure 131). Si les pentes correspondant au régime de croissance des colonies α_{WGB} sont encore proches de celles des courbes expérimentales, on peut observer que la croissance des allotriomorphes prédite par le modèle retarde les cinétiques calculées par rapport aux expériences. Comme précédemment, ce retard s'accompagne d'une diminution de la surface de paroi mouillée par la phase α après ces deux conditions de déformation (Tableau 9). Nous constatons alors que les nouveaux sous-grains ne constituent pas des sites actifs de germination.

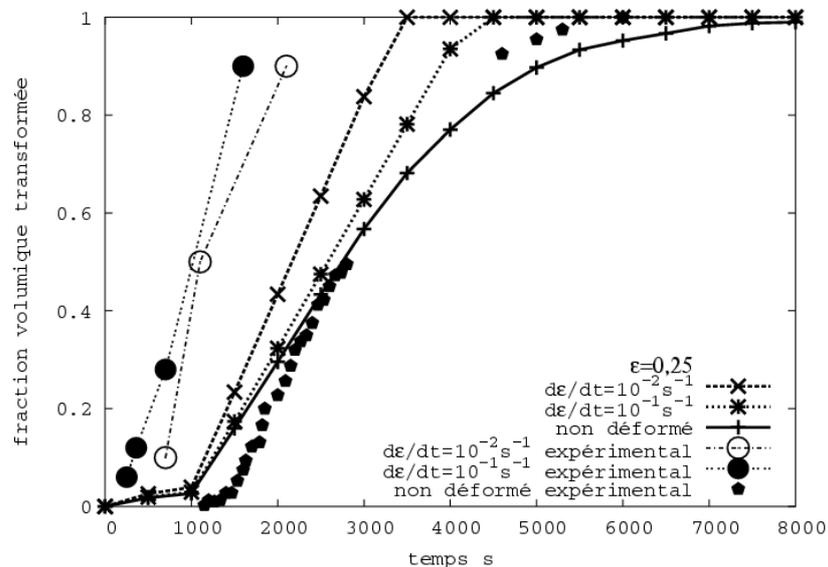


Figure 131 Evolution calculée et mesurée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C , sans prédéformation et avec un taux de déformation de 0,25 et une vitesse de déformation de 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} . Dispersion sur la gaussienne de γ_{op} : 0,2.

3.2.1.3 Influence de la vitesse de déformation pour un taux de déformation de 1,5

Considérons enfin l'influence de la vitesse de déformation pour un taux de déformation de 1,5. Conformément à ce qu'on pourrait attendre, le modèle prédit une accélération de la cinétique de transformation, pour des vitesses de 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} . Mais le résultat que nous obtenons à 10^{-3} s^{-1} est plus inattendu, puisqu'on peut observer un léger ralentissement de la cinétique de transformation par rapport à l'état non déformé, lié à une diminution de la surface de parois mouillées par la phase α (Tableau 9).

La comparaison à l'expérience montre que ces tendances sont correctes : en effet, expérimentalement, une déformation à une vitesse de 10^{-3} s^{-1} n'accélère pas sensiblement la cinétique de transformation, alors que pour les vitesses de 10^{-1} et 10^{-2} s^{-1} , l'accélération de cinétique est très importante.

Néanmoins, les durées que nous calculons présentent un écart non négligeable avec l'expérience. Ainsi, bien que nous calculions une forte augmentation de la surface mouillée par la phase α , il semblerait que cette augmentation ne soit pas suffisante.

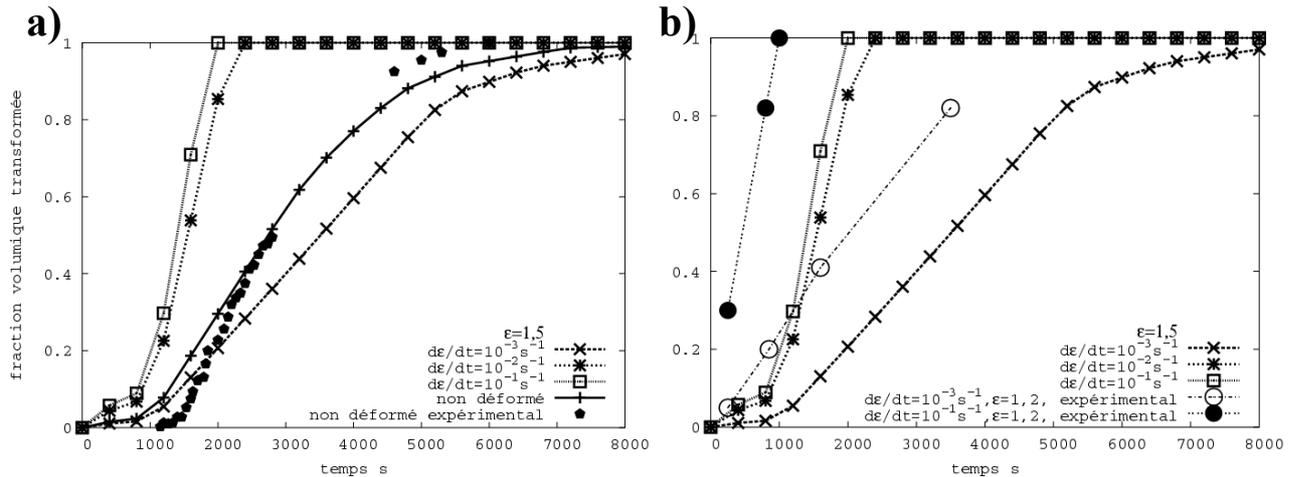


Figure 132 a) Evolutions calculées de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans déformation préalable et avec un taux de déformation de 1,5, pour des vitesses de déformation de 10^{-3} , 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} . b) comparaison à l'expérience pour un taux de déformation de 1,2 et des vitesses de déformation de 10^{-3} et 10^{-1} s^{-1} .

3.2.1.4 Origine des écarts entre simulation et expérience

Deux phénomènes peuvent être envisagés pour expliquer les écarts entre simulation et expérience.

- (i) Le premier est la croissance d'une morphologie α_{GB} sur les sous-joints. Si par commodité nous avons supposé que la séquence de transformation est la même quelle que soit la nature des joints de grain, il n'est pas certain que cette hypothèse soit valide. Les micrographies de F. Chaussy [72], même si elles semblent montrer qu'il existe du α_{GB} sur tous les joints, ne sont pas assez claires à cette échelle pour constituer une preuve décisive. En outre, les calculs précédents font apparaître que la concordance entre la cinétique de croissance des colonies d' α_{WGB} et les pentes des courbes expérimentales est relativement bonne. Les écarts entre simulation et expérience pourraient donc être atténués à l'étape de croissance d' α_{GB} . Faute de temps, nous n'avons pu explorer cette piste.
- (ii) En revanche, nous avons étudié en détail le second phénomène qui pourrait expliquer le retard systématique des prédictions par rapport à l'expérience. Comme nous l'avons mis en évidence dans les paragraphes précédents, les calculs prédisent que la phase α ne germe pratiquement pas sur les sous-joints, en particulier lorsque ceux-ci sont faiblement désorientés. En effet la surface de nouvelles parois sur lesquelles elle peut germer varie peu quand nous appliquons une déformation plastique préalable, voire même diminue (Tableau 9), malgré une forte augmentation du nombre de colonies α_{WGB} (Tableau 10). Le volume occupé par les colonies n'augmente par conséquent pas aussi fortement que pourrait le laisser penser un examen rapide du nombre de colonies.

Donc, au cours de nos calculs, les sous-joints faiblement désorientés ne représentent pas de nouveaux sites de germination. Cela nous conduit à sous-estimer la cinétique de transformation.

Vitesse de déformation s ⁻¹	Taux de déformation				
	0,25	0,75	1	1,5	2
10 ⁻³	1,2			0,7	
10 ⁻²	0,75			2,8	
10 ⁻¹	0,75	2,1	2,5	2,5	2,2

Tableau 9 Surface mouillée après une déformation, normalisée par la surface mouillée sans déformation, à la fin d'un maintien isotherme à 800°C, pour une dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$ de 0,2 et pour différentes conditions de déformation.

Vitesse de déformation s ⁻¹	Taux de déformation				
	0,25	0,75	1	1,5	2
10 ⁻³	29			18	
10 ⁻²	165			625	
10 ⁻¹	680	1900	2270	2270	1960

Tableau 10 Nombre de colonies α_{WGB} à l'intérieur d'un grain β initial, à la fin d'un maintien isotherme à 800°C, pour une dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$ de 0,2 et pour différentes conditions de déformation.

En fait, les sous-joints ne peuvent pas faire germer la phase α car leur énergie de surface est trop faible. Nous avons en effet montré que pour pouvoir assurer la germination, l'énergie d'une paroi doit vérifier l'inégalité suivante :

$$\sigma_{\beta\beta} > 2\gamma_{\alpha\beta} - \varepsilon \quad (86)$$

où par exemple $\varepsilon < 100 \text{ mJ.m}^{-2}$ à 800°C (Figure 133).

Ainsi, notre gaussienne sur $\gamma_{\alpha\beta}$ étant centrée sur 400 mJ.m⁻², la germination sur les parois est possible à 800°C si leurs énergies dépassent une valeur de l'ordre de 700 mJ.m⁻². Or en observant une distribution représentative des états déformés (Figure 133), nous constatons que les énergies des sous-joints se répartissent sur des valeurs largement inférieures.

Pour que la phase α puisse germer sur un sous-joint de faible énergie, il faudrait que la valeur de $\gamma_{\alpha\beta}$ soit faible. Or le fait de disperser les énergies de joint de grain à l'aide d'une gaussienne permet d'attribuer à certaines faces de faibles valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$. Il est donc prévisible qu'une dispersion accrue des énergies d'interface entraîne une accélération des cinétiques de transformation en rendant possible la germination de la phase α sur les sous-joints.

Afin d'illustrer l'influence de cette dispersion nous avons au contraire « resserré » la distribution : l'évolution des cinétiques avec les vitesses de déformation est encore plus éloignée de l'expérience qu'auparavant (Figure 134, à comparer à la Figure 130 et la Figure 131).

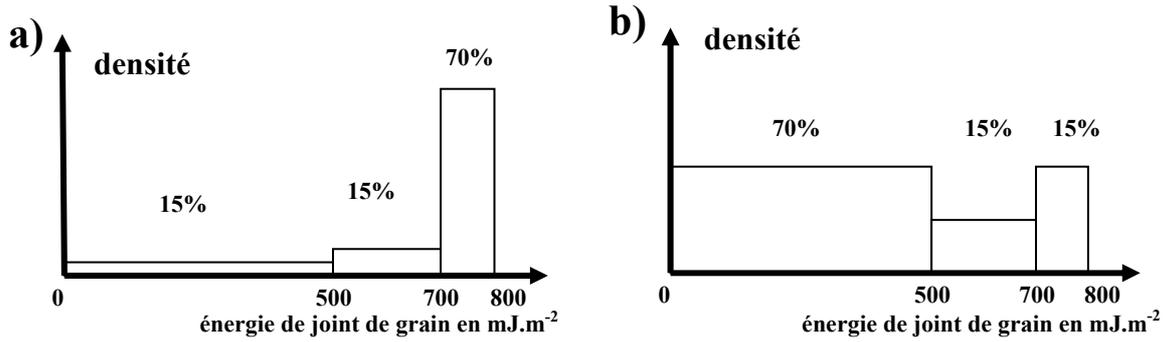


Figure 133 Distributions d'énergie de joint de grain représentatives a) de l'état non déformé et b) des états déformés (70% : $\Theta < 15^\circ$, 15% : $15 < \Theta < 30^\circ$, 15% : $30 < \Theta < 60^\circ$).

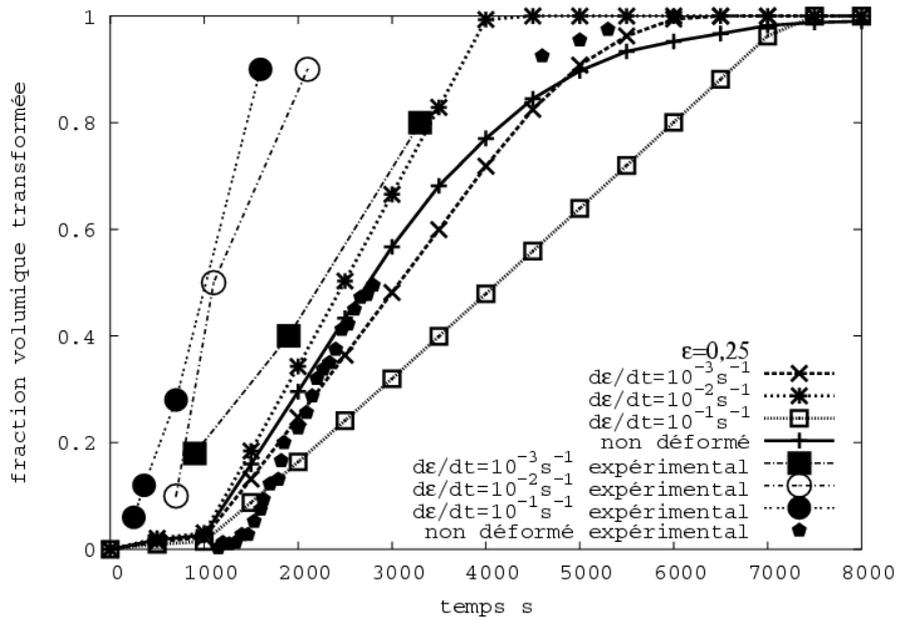


Figure 134 Évolutions calculée et expérimentale de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C , sans déformation préalable et après une déformation de 0,25 à une vitesse de 10^{-3} , 10^{-2} et 10^{-1} s^{-1} . Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$: 0,1. (90% des valeurs sont comprises entre 330 et 470 mJ.m^{-2}).

3.2.2 Augmentation de la dispersion des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$

La germination de la phase α sur les sous-joints de grain issus de la RDC a été observée par F. Chaussy. Nous venons de montrer qu'une dispersion modeste de $\gamma_{\alpha\beta}$ conduit à sous estimer sensiblement le nombre de sous-joints mouillés et de ce fait la cinétique globale.

Pour remédier à cette sous-estimation, nous allons disperser davantage les énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ en attribuant une dispersion de 0,5 à la gaussienne.

Ainsi 90% des valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$ seront comprises entre 70 et 730 mJ.m^{-2} . D'après la littérature, une telle répartition des énergies d'interface reste réaliste.

Cette correction de notre gaussienne nous permet d'accroître considérablement la surface de mouillage par la phase α (Tableau 11) et également le nombre de colonies par grain β initial (Tableau 12).

Vitesse de déformation s^{-1}	Taux de déformation				
	0,25	0,75	1	1,5	2
10^{-3}	1,6			1,3	
10^{-2}	1,5			4,5	
10^{-1}	3,2	4,3	4,7	2,6	2,2

Tableau 11 Surface mouillée après une déformation normalisée par la surface mouillée sans déformation, à la fin d'un maintien isotherme à 800°C, pour une dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$ de 0,5 et pour différentes conditions de déformation.

Vitesse de déformation s^{-1}	Taux de déformation				
	0,25	0,75	1	1,5	2
10^{-3}	38,6			32,1	
10^{-2}	337			994	
10^{-1}	2870	3890	4230	2340	2010

Tableau 12 Nombre de colonies α_{WGB} à l'intérieur d'un grain β initial, à la fin d'un maintien isotherme à 800°C, pour une dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$ de 0,5 et pour différentes conditions de déformation.

Influence de la vitesse de déformation pour un taux de déformation de 0,25

Avec la nouvelle dispersion sur $\gamma_{\alpha\beta}$, nous retrouvons la tendance expérimentale d'une augmentation monotone de la cinétique de transformation lorsque la vitesse de prédéformation augmente (Figure 135a).

De plus, les durées de transformation s'accordent bien mieux qu'auparavant à l'expérience, pour les vitesses de déformation de 10^{-2} et $10^{-1} s^{-1}$ (Figure 135b). Pour une vitesse de $10^{-3} s^{-1}$, nous surestimons cette durée. L'accord entre simulation et expérience reste néanmoins acceptable.

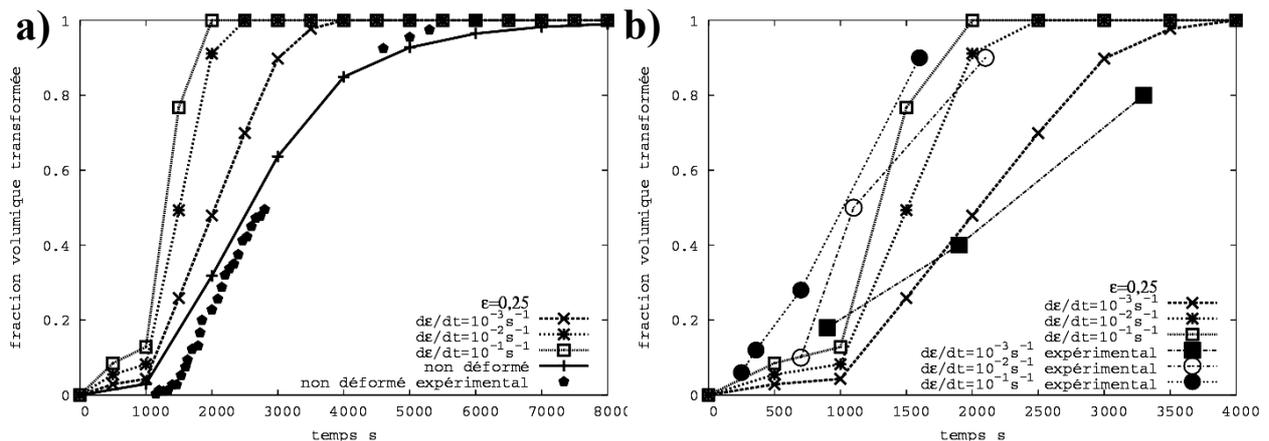


Figure 135 a) Evolutions calculées de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans déformation préalable et avec un taux de déformation de 0,25, pour une vitesse de déformation de 10^{-3} , 10^{-2} et 10^{-1} . b) comparaison à l'expérience. Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$: 0,5.

Influence de la vitesse de déformation pour un taux de déformation de 1,5

Pour un taux de déformation de 1,5, nous retrouvons la tendance expérimentale à savoir une faible accélération de la cinétique de transformation après une prédéformation de 10^{-3} s^{-1} par rapport au cas non déformé, et une accélération beaucoup plus forte pour des vitesses plus élevées (Figure 136a). Cependant, de manière inattendue, cette accélération décroît légèrement entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} pour la raison suivante : la surface mouillée par la phase α décroît légèrement entre une prédéformation à 10^{-1} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} (Tableau 11).

Nous avons comparé nos calculs à des mesures pour une prédéformation proche de 1,2 (Figure 136b). Si la durée de transformation est correctement prédite pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} , il semble que notre calcul conduise à une accélération insuffisante de la cinétique de transformation, pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , sûrement liée à une surestimation de la durée du régime de α_{GB} notamment.

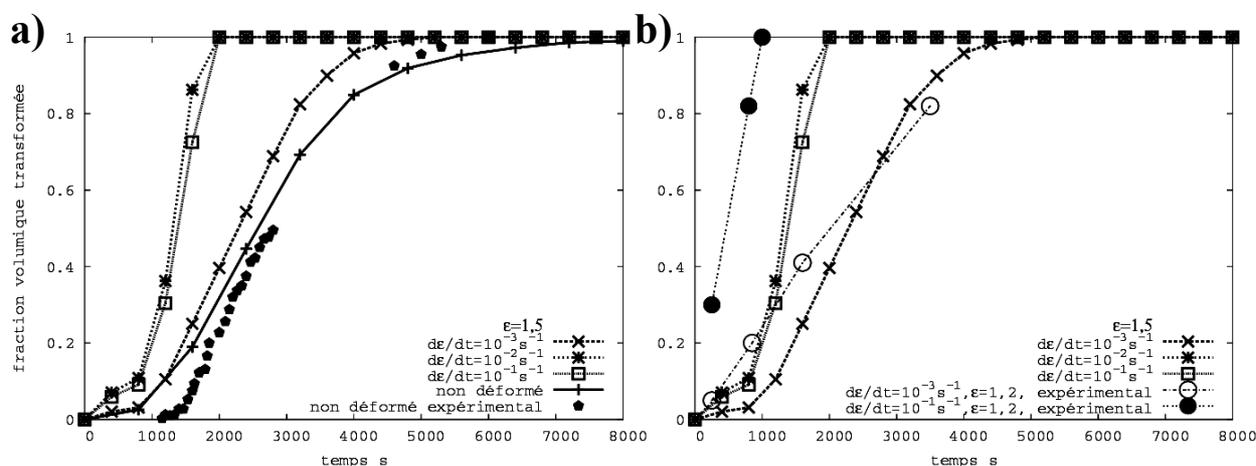


Figure 136 a) Evolutions calculées de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C , sans déformation préalable et avec un taux de déformation de 1,5, pour des vitesses de déformation de 10^{-3} , 10^{-2} et 10^{-1} . b) comparaison à l'expérience. Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta}$: 0,5.

Influence du taux de déformation pour une vitesse de déformation constante de 10^{-1} s^{-1} .

Grâce à l'élargissement de la distribution des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, nous prédisons maintenant une forte accélération de la transformation de phase, même pour un faible taux de prédéformation de 0,25 (Figure 137a). Néanmoins, nous ne retrouvons pas la tendance expérimentale d'une accélération progressive de la cinétique de la transformation avec le taux de prédéformation.

Même si nos calculs sont proches des mesures, en particulier en fin de transformation (Figure 137), il apparaît clairement que nous surestimons de nouveau la durée du régime de la morphologie α_{GB} .

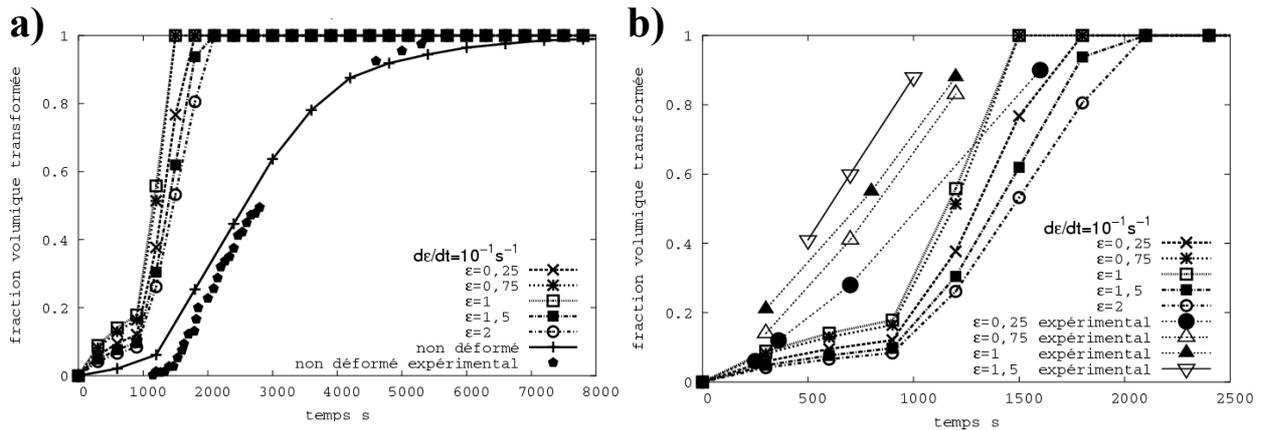


Figure 137 a) Evolution calculée de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à 800°C, sans déformation préalable et avec une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} , pour un taux de déformation de 0,25, 0,75, 1, 1,5 et 2. b) comparaison à l'expérience. Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta} : 0,5$.

En conclusion, il apparaît que l'élargissement de la gaussienne des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ des germes n'est pas suffisant pour retrouver les résultats expérimentaux. Les différentes comparaisons entre simulation et expérience semblent en effet disqualifier le second des phénomènes que nous avons répertoriés pour expliquer les différences déjà observées auparavant. Au contraire, à plusieurs reprises, nous avons remarqué que les écarts toujours présents après élargissement de la distribution de $\gamma_{\alpha\beta}$ pouvaient être attribués à l'étape de croissance de la morphologie α_{GB} .

3.3 Influence de la température de transformation isotherme

Malgré les écarts subsistant entre simulation et expérience, nous avons continué les comparaisons pour toutes les températures. En effet, E. Laude avait montré que plus la température de transformation est basse, moins l'effet de la déformation sur la cinétique de transformation est marqué.

La Figure 138 montre que le modèle retrouve cette tendance malgré des écarts dans l'allure générale des courbes notamment en fin de transformation, et que nous avons expliqués au §3.2.1.1.

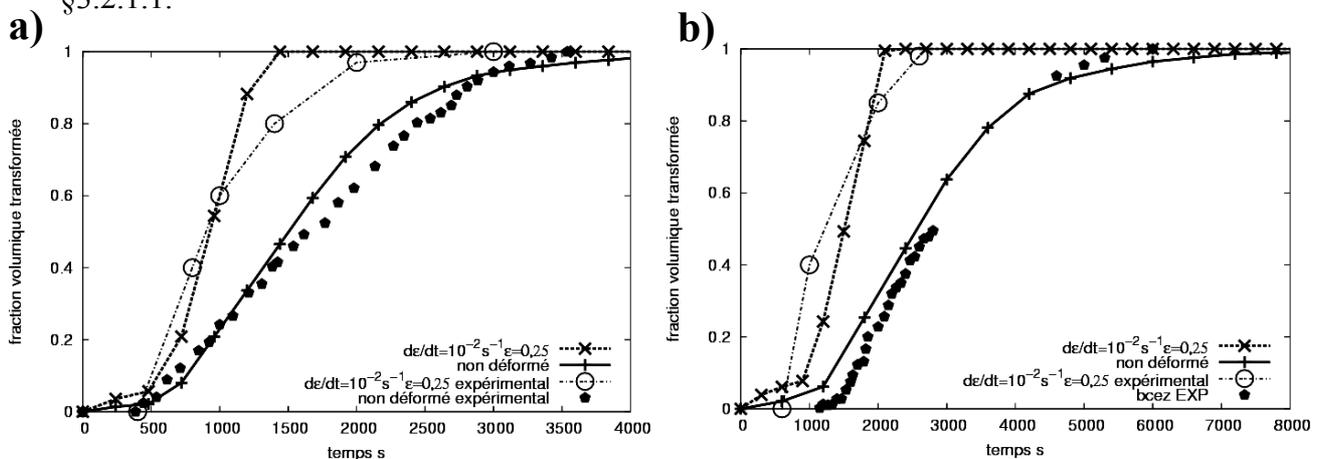


Figure 138 Evolutions calculée et expérimentale de la fraction volumique transformée au cours d'un traitement isotherme à a) 750°C ; b) 790°C. Déformation à 10^{-2} s^{-1} , à un taux de 0,25. Dispersion sur la gaussienne de $\gamma_{\alpha\beta} : 0,5$.

3.4 Equivalence entre température et vitesse de déformation

Le dernier paramètre que nous avons étudié concernant les traitements isothermes est la température de déformation. Rappelons qu'une vitesse de déformation élevée favorise la formation de nouvelles parois tandis qu'une température élevée favorise leur annihilation. Ces deux effets antagonistes peuvent être caractérisés au cours d'essais rhéologiques, en mesurant le paramètre de Zener – Hollomon (87). On peut en général supposer qu'une même valeur de Z correspond à la même microstructure β déformée et qu'elle suit la relation suivante :

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (87)$$

Avec Z le paramètre de Zener – Hollomon, $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation et Q l'énergie d'activation de la déformation, dont F. Chaussy donne une valeur de 204 kJ.mol^{-1} pour les alliages qui nous concernent.

Considérons une déformation à un taux de 0,25, entreprise à une vitesse de 10^{-2} s^{-1} et une température de 790°C . Dans ces conditions de déformation, $Z=1,06 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$. Afin d'utiliser les mesures que F. Chaussy avait obtenues après une déformation à 920°C , nous estimons d'après (87), une vitesse de déformation équivalente de $0,12 \text{ s}^{-1}$. Les distributions et les tailles de sous-grains expérimentales dont nous disposons se rapprochant au mieux de ces conditions sont celles mesurées pour une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1} .

Comme le montrent les courbes de simulation Figure 139, nous retrouvons la tendance expérimentale, soit : la transformation est plus rapide après une prédéformation à 10^{-1} s^{-1} (équivalente à 10^{-2} s^{-1} et 790°C) par rapport au cas d'une prédéformation à 10^{-2} s^{-1} et 920°C . Néanmoins nous sous-estimons l'accélération de la transformation après une déformation à 790°C (Figure 139). Deux causes peuvent être envisagées :

- Pour les deux vitesses de prédéformation, la simulation surestime la durée de croissance des allotriomorphes, alors que les cinétiques de croissance des colonies de α_{WGB} sont proches de l'expérience.
- Après la déformation et avant la transformation de phase, la microstructure β subit une recristallisation post dynamique, conduisant à l'annihilation de parois. Etant activé thermiquement, ce phénomène a une plus grande ampleur à 920°C qu'à 790°C . Ainsi il est possible que nos tailles expérimentales de sous-grains, obtenues pour des déformations à 920°C , sous-estiment la densité de parois.

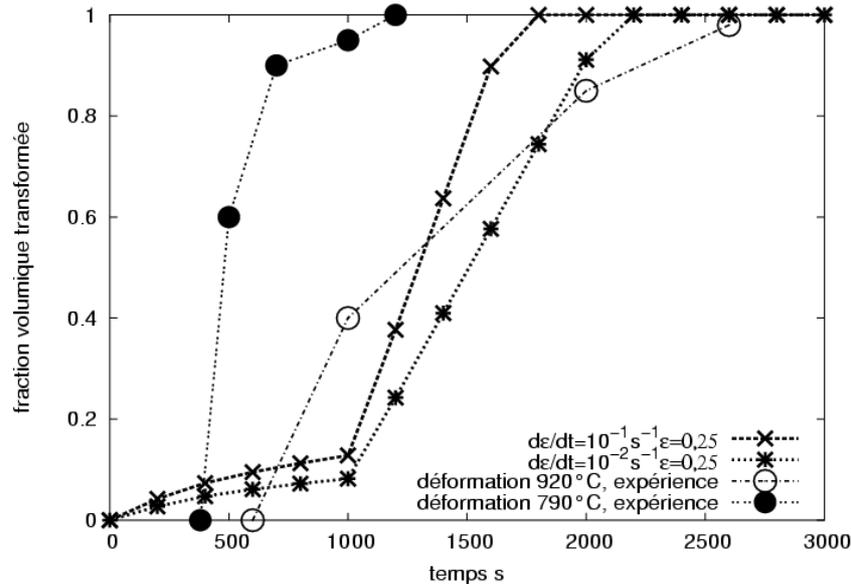


Figure 139 Evolution expérimentale de la fraction volumique transformée au cours d'un maintien isotherme à 790°C après une déformation de 0,25 à $10^{-2} s^{-1}$ à 920 et 790°C [4]. Simulation à la même température de maintien isotherme après une déformation de 0,25 à 10^{-2} et $10^{-1} s^{-1}$ (équivalente à $10^{-2} s^{-1}$ et 790°C).

3.5 Refroidissements continus

Pour finir l'étude de l'influence d'une déformation plastique préalable, nous avons entrepris de calculer les évolutions microstructurales lors de refroidissements continus, ce type de traitement constituant l'ultime épreuve pour un modèle d'évolution microstructurale. A la fin de ces traitements, il est possible d'observer les morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , dans des proportions qui dépendent de la vitesse de refroidissement (§III3.2). Nous allons tenter de prédire pour l'alliage β -Cez l'effet d'une déformation préalable sur les proportions respectives de ces microstructures. Rappelons que pour la morphologie α_{WI} , nous utilisons le modèle global de JMA et nous supposons qu'elle n'est pas affectée par la déformation plastique.

Sans déformation préalable (Figure 140), nous retrouvons pour l'alliage β -Cez la tendance expérimentale, soit : les faibles vitesses de refroidissement favorisent les morphologies α_{GB} et α_{WGB} , tandis que les vitesses plus élevées favorisent la morphologie α_{WI} .

Si nous simulons les mêmes traitements en introduisant une déformation préalable de 0,25 menée à une vitesse de $10^{-2} s^{-1}$, à une température de 920°C, nous remarquons, comme attendu, que celle-ci a pour effet d'accroître sensiblement la proportion des morphologies α_{GB} et α_{WGB} (Figure 141). Cet effet est d'autant plus important que la vitesse de refroidissement est faible.

Le calcul et la mesure [4] du taux des morphologies α_{GB} et α_{WGB} correspondent d'une manière très satisfaisante (Figure 142). Les écarts très élevés qui existent entre le cas déformé et le cas non déformé illustrent de nouveau l'importance de la prise en compte d'une déformation plastique préalable au refroidissement continu.

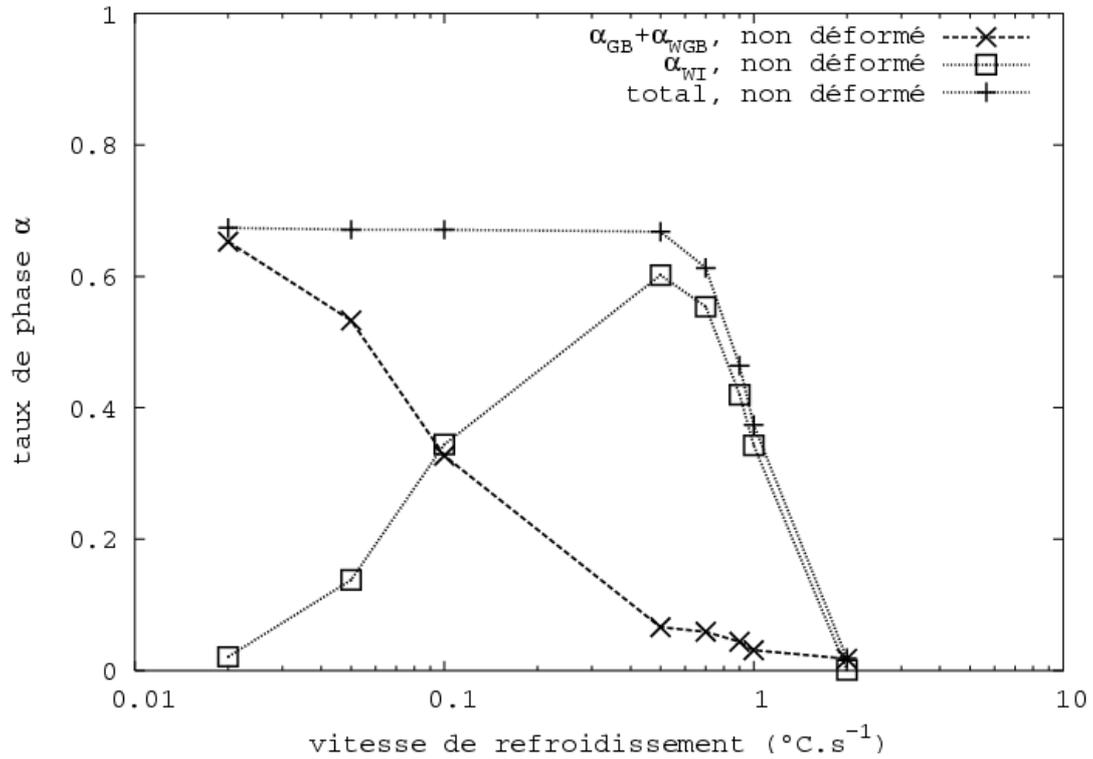


Figure 140 Taux calculé de morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$), α_{WI} et global en fin de refroidissement continu, en fonction de la vitesse de refroidissement, sans déformation plastique préalable.

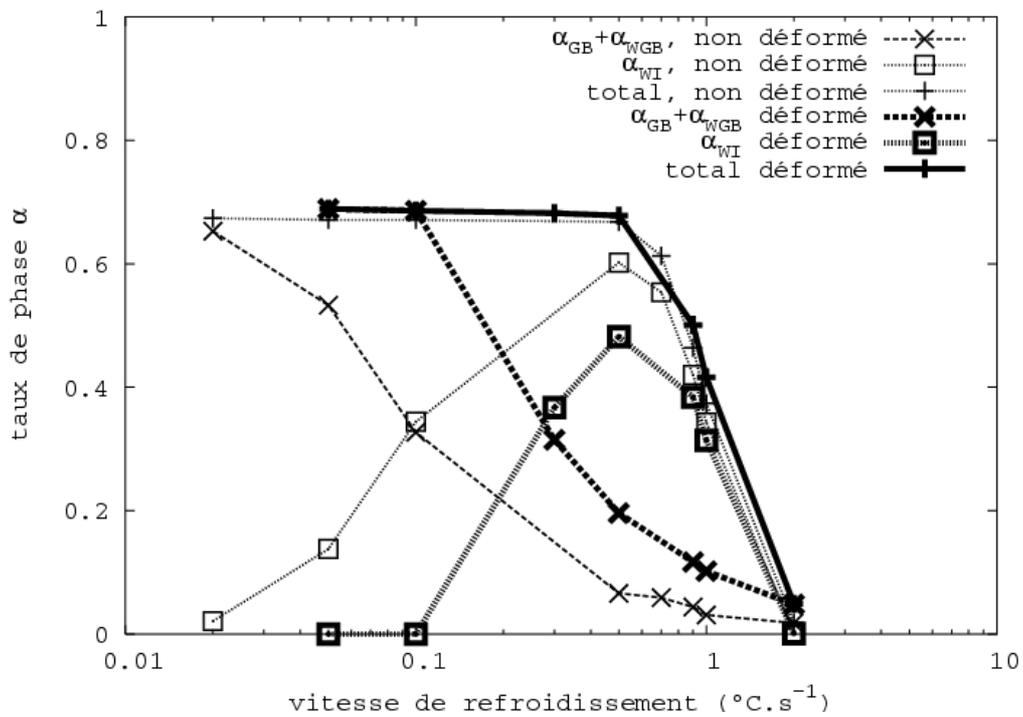


Figure 141 Taux calculé de morphologie ($\alpha_{\text{GB}} + \alpha_{\text{WGB}}$), α_{WI} et global en fin de refroidissement continu, en fonction de la vitesse de refroidissement, sans déformation plastique préalable et après une déformation à $0,25, 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et 920°C .

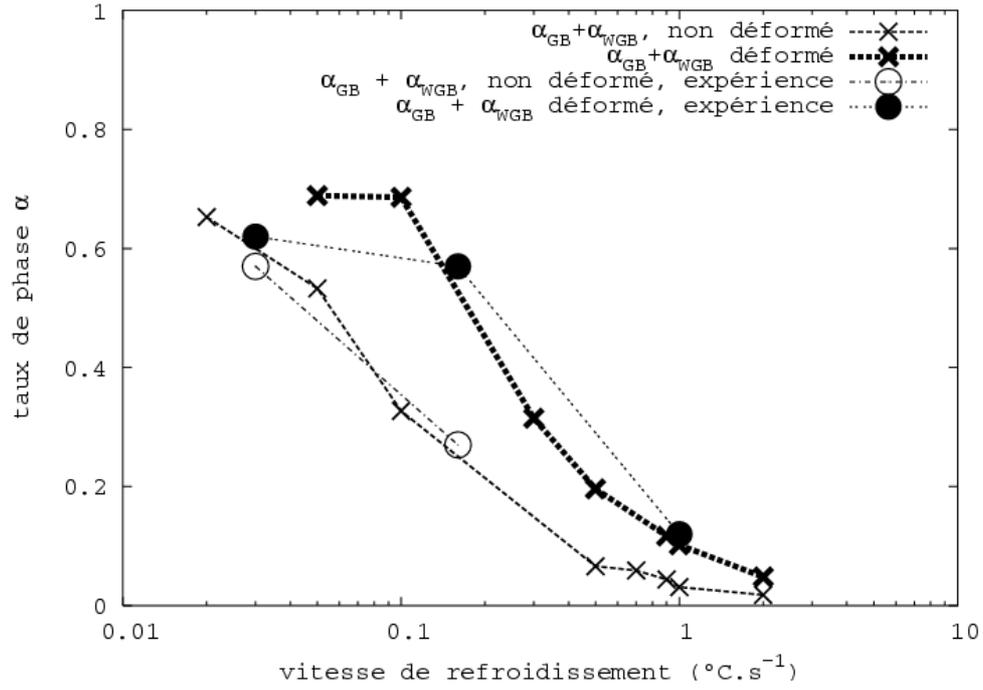


Figure 142 Taux calculé et mesuré de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) en fin de refroidissement continu, en fonction de la vitesse de refroidissement, sans déformation plastique préalable et après une déformation à $0,25, 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et 920°C .

Conclusion

La construction d'un modèle métallurgique capable de décrire l'effet d'une déformation plastique préalable nous a conduit à schématiser la microstructure β déformée, la transformation de phase et à étudier plus avant la germination de la phase α .

Une partie importante de notre travail concerne la modélisation de la germination, qui est l'étape de la transformation de phase la plus affectée par une déformation plastique préalable. Par rapport à un modèle antérieur, nous avons remplacé, pour décrire la géométrie des germes aux joints de grain, la calotte sphérique par le pillbox. Celui-ci permet de calculer le flux de germination avec un ordre de grandeur conforme aux mesures de cinétique globale et également d'obtenir une dépendance à la température réaliste.

Il manque pour calculer le flux de germination la donnée de l'énergie d'interface entre α et β . Nous l'avons donc ajustée sur la base expérimentale des cinétiques de transformation mesurées à 750 et 800°C pour l'alliage Ti17. Pour éprouver notre modèle, nous avons fait varier la température de traitement isotherme sur une plus large gamme, ce qui nous a permis de retrouver par la simulation le diagramme TTT du Ti17. Ensuite, nous avons fait les mêmes calculs pour l'alliage β -Cez, les comparaisons concluantes avec le TTT de cet alliage montrant la transposabilité du modèle à d'autres alliages du même type, pour peu qu'on connaisse la composition chimique d'équilibre des phases et les coefficients de diffusion des éléments d'alliage. Pour achever la validation de notre modèle, nous avons simulé les cinétiques de transformation en conditions anisothermes afin de prendre en compte une variation continue de la température. Il semble que de légers écarts à l'expérience existent, ayant la même origine que pour le modèle de JMA, à savoir, les interactions entre les morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} (cette dernière morphologie étant toujours modélisée par la loi de JMA) se formant successivement, qui ne sont pas négligeables. Une telle modélisation par le calcul de cinétiques de germination et de croissance pourrait à l'avenir permettre de simuler ces interactions.

Enfin nous avons introduit l'influence d'une déformation plastique préalable. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur des études antérieures qui ont montré que la microstructure β subit pendant la déformation plastique un phénomène de recristallisation dynamique continue (RDC). Pour en intégrer les effets dans notre modèle, nous avons schématisé la géométrie de la microstructure β après déformation, ainsi que la répartition des précipités de phase α au cours de la transformation de phase. Nous avons retenu deux effets de la RDC : d'une part la génération de nouveaux sous-joints et d'autre part l'accroissement de leur efficacité en tant que sites de germination. Ensuite, nous avons supposé que la phase α peut germer sur ces nouveaux sites, mais qu'elle n'est pas bloquée par les sous-joints lors de sa croissance. Les autres données du modèle, notamment l'énergie d'interface entre α et β restant les mêmes, nous avons simulé les cinétiques de transformation.

Nous avons montré que notre modèle est capable de prédire l'influence d'une déformation plastique sur la transformation de phase pour peu qu'on connaisse la distribution des grains et sous-grains β . La comparaison avec des résultats expérimentaux s'est avérée fructueuse, d'une part en ce qu'elle était qualitativement satisfaisante, et d'autre part en ce qu'elle a permis d'identifier les paramètres clés dont la détermination précise est indispensable à un accord quantitatif.

Le premier de ces paramètres est l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$. Il joue en effet un rôle décisif dans le processus de germination de la morphologie α_{GB} aux joints de grain. Nous nous sommes notamment aperçus qu'il était nécessaire de tenir compte d'une distribution comprenant de faibles valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$ pour que les sous-joints faiblement désorientés soient à même d'être

« mouillés » par la phase α . Si les durées de transformation se sont rapprochées des mesures expérimentales, l'allure globale des courbes de cinétique ne s'en est pas trouvée améliorée. Le second paramètre clé que nous avons pu déterminer grâce à notre analyse est le critère de transition entre les morphologies α_{GB} et α_{WGB} . Nous n'avons pu, faute de temps, en entreprendre l'étude détaillée. Celle-ci constitue donc la perspective la plus urgente de notre travail, car il est fort probable qu'elle améliore très sensiblement la qualité de nos simulations.

Conclusion générale, perspectives

Dans ce travail, nous avons étudié expérimentalement les cinétiques de transformations de phases et les microstructures qui y sont associées pour l'alliage Ti17 et nous avons établi et amélioré différents modèles permettant de prédire les évolutions microstructurales associées aux changements de phases au cours des traitements thermiques faisant suite au forgeage. Notre contribution à une meilleure connaissance de ces évolutions comporte les résultats suivants.

Notre étude expérimentale a permis de quantifier les cinétiques de transformation à l'intérieur d'éprouvettes sans gradient et pour des évolutions de température imposées. Nous avons caractérisé la microstructure à l'équilibre, en fin de traitement et pour des traitements interrompus. Comme pour l'ensemble des alliages beta métastables, la phase α se présente sous quatre morphologies différentes : l' α_{GB} et l' α_{WGB} apparaissent aux joints de grain β , tandis que l' α_{WI} et un « troisième mécanisme » apparaissent au cœur des grains. Les précipités de phase α présentent essentiellement des interactions de hard impingement. Nous avons remarqué que l' α_{WI} germe préférentiellement aux joints de grain et à leur voisinage, là où commence à croître l' α_{WGB} , d'où l'importance des interactions entre ces morphologies.

Notre première modélisation qui est globale repose sur la loi de JMA, dont les données d'entrée sont principalement les cinétiques isothermes de précipitation de chaque morphologie de phase α , déduites de notre étude expérimentale. Nous avons adapté cette loi pour pouvoir traiter la formation simultanée de plusieurs morphologies de phase α . Moyennant une hypothèse d'additivité, que nous avons vérifiée expérimentalement, nous avons simulé la formation successive de ces morphologies au cours de refroidissements continus à vitesse imposée de refroidissement constante. La comparaison avec nos résultats expérimentaux sur des éprouvettes sans gradient, est concluante, bien que la non prise en compte des interactions entre les morphologies α_{WGB} et α_{WI} conduise à certains écarts, significatifs, cependant uniquement pour des vitesses de refroidissement proches de $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. De plus, les simulations numériques et la confrontation aux résultats expérimentaux montrent que le « troisième mécanisme » doit être introduit comme un mécanisme spécifique différent de celui correspondant à la formation de morphologie α_{WI} . Les taux de phase finaux qui y sont associés sont faibles, mais suivant les traitements il pourrait être nécessaire de le considérer. Aussi des études expérimentales complémentaires permettant d'en préciser les mécanismes seraient nécessaires.

Ayant mesuré l'enthalpie de transformation de phases nous avons été en mesure de traiter le couplage qui existe entre les cinétiques de transformation de phases et les évolutions thermiques. Nous avons alors pu simuler le refroidissement sous vide et sous air d'éprouvettes sans gradient, pour lesquelles la température n'était pas imposée. Enfin, pour disposer d'un outil de calcul utilisable sur des pièces massives comportant des gradients thermiques, nous avons couplé ce modèle métallurgique à un calcul de thermique à l'aide du logiciel de calcul par éléments finis Zebulon. Après avoir mesuré les données thermophysiques de l'alliage, nous avons mené des simulations que nous avons confrontées à des expériences de trempe de cylindres massifs. Les évolutions thermiques et métallurgiques obtenues étant satisfaisantes, nous avons alors considéré une pièce réelle de grandes dimensions préalablement mise en forme. Nos prédictions de microstructure finale sont correctes. En revanche nous sous-

estimons fortement les morphologies α_{GB} et α_{WGB} dans les zones de la pièce qui avaient été les plus déformées, à cause de l'utilisation d'une loi globale qui ne permet pas de rendre compte du couplage entre déformation plastique préalable et transformation de phase.

Nous avons développé un modèle pour prendre en compte l'effet d'une déformation plastique préalable sur la transformation de phase. L'approche que nous avons retenue repose sur le calcul explicite de la germination et de la croissance de la phase α aux joints de grain. Le calcul de la cinétique de transformation impose une représentation géométrique de la microstructure β initiale, déduite de données expérimentales disponibles dans la littérature, pour des conditions précises de prédéformation. Ce modèle nécessite aussi la donnée de la composition chimique d'équilibre des phases et des coefficients de diffusion des éléments d'alliage.

Nous avons dans un premier temps considéré une microstructure initiale β non prédéformée, mais simplement mise en solution. En représentant les germes de phase α aux joints de grain par la géométrie du pillbox, nous avons abouti à un calcul réaliste du flux de germination et ainsi à une prédiction précise des cinétiques de transformation. En effet, notre modèle prédit les écarts de cinétique qui existent entre l'alliage Ti17 et l'alliage β -Cez, pourtant très proches par la composition chimique.

Enfin, en introduisant une déformation plastique préalable, nous avons montré quels en sont les deux effets décisifs sur la transformation de phase. La déformation plastique génère dans la microstructure β , de nouveaux sites de germination plans (joints ou sous-joints de grain), dont la quantité est fonction de la vitesse de déformation. D'autre part ces défauts voient leur efficacité comme sites de germination augmenter avec le taux de déformation. La prise en compte de ces deux effets permet d'ores et déjà de prédire de manière concluante l'accélération de la précipitation de la phase α , pour des conditions précises de prédéformation.

Actuellement l'effet du forgeage est une donnée d'entrée du modèle. Il est introduit au travers des distributions de désorientation des joints de grains et des sous-joints de grains. Un modèle d'évolution des joints et sous-joints de grain au cours de la déformation et au cours des traitements post déformation comme celui développé par S. Gourdet et enrichi récemment par J.P. Thomas [123] serait un complément au modèle développé ici.

Le modèle mis en place conduit à des calculs plus lents et plus lourds quant aux données du modèle que le modèle utilisant les lois de JMA. Ainsi, il serait intéressant d'analyser la possibilité d'un retour à une approche globale de simulation qui permette de considérer des pièces massives prédéformées. Pour cela, il faudrait calculer d'abord en chaque point de la pièce les coefficients cinétiques de JMA en fonction de la température, à partir d'un calcul préalable du flux de germination et des vitesses de croissance, ces deux calculs étant eux-mêmes fonction du chemin de traitement mécanique subi localement. Enfin un dernier point n'a pas été considéré, qui est une possible interaction entre cinétique de transformation et contrainte générée dans une pièce massive. Les expériences menées sur les cylindres n'ont pas conduit à des gradients de température suffisamment élevés pour révéler un tel effet. Ce point doit rester à l'esprit dans toute analyse des résultats.

Enfin des questions d'ordre plus général subsistent, notamment quant aux étapes de germination de la phase α aux joints de grain, et de la morphologie de Widmanstätten sur les joints de grains. Pour la phase α au joint de grain, l'accumulation de l'énergie de déformation

à proximité des incompatibilités de déformation entre grains pourrait avoir un effet non négligeable. Nous n'en n'avons pas tenu compte. Un modèle a été proposé très récemment pour la formation de ferrite à partir d'austénite [124].

Bien que notre première approche de modélisation de la germination aux joints de grain permette de prédire de bonnes tendances, il semble qu'une étude approfondie de cette étape de la transformation soit nécessaire, comprenant notamment des approches de simulation numérique par des méthodes de champ de phases comme celle développée par B. Appolaire, et des mesures de flux de germination, permettant ainsi de mieux asseoir les mécanismes et les limites de validité des modèles utilisés. Concernant ces aspects, il faudrait également intégrer les sites de germination coin et bord. Ces mêmes méthodes permettraient aussi d'approcher l'analyse de la formation de la morphologie α_{WGB} .

Enfin la modélisation de la formation de α_{WI} que nous avons amorcée devrait être poursuivie avec une analyse très approfondie des mécanismes de transformation.

Annexe I Détermination du coefficient de dilatation de l'alliage Ti17

Nous allons étudier le comportement en dilatation de l'alliage Ti17 à partir des courbes de dilatométrie présentées au §III.1.1 et de mesures in-situ de paramètres de maille par rayonnement synchrotron [105]. Nous mesurerons le coefficient de dilatation de l'alliage et nous établirons le comportement en dilatation de chacune des deux phases α et β .

Considérons d'abord nos expériences de dilatométrie (Figure 28).

Nous pouvons séparer trois domaines de température dans lesquels le taux et la morphologie de la phase α sont pratiquement constants. Au début du cycle thermique, l'échantillon a la microstructure de livraison, avec 67% de phase α . Ensuite :

- de 20 à 700°C, l'alliage conserve pratiquement cette microstructure de livraison ;
- de 700 à 1000°C, la phase α se dissout ;
- de 1000 à environ 800°C, il n'y a que de la phase β métastable ;
- de 600°C à la température ambiante, l'alliage contient un mélange de phase α et β dans des proportions pratiquement constantes.

A l'aide de notre module métallurgique basé sur des lois de JMA, nous prédisons en fin de traitement 59% de morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) et 8% de α_{WI} , soit un taux de phase α global de 67%. Au refroidissement, la transformation de phase commence à 826°C et un taux de phase α global de 60% est atteint à 655°C¹⁷.

Nous pouvons faire les remarques suivantes, concernant les courbes de dilatométrie :

(i) Nos mesures montrent que la phase α dans la microstructure de livraison est texturée et que sa dilatation est anisotrope.

Les deux échantillons ont une contraction résiduelle non négligeable en fin de cycle thermique. La dissolution de la phase α au chauffage entre 700 et 1000°C entraîne une contraction des échantillons, tandis que sa précipitation au refroidissement n'entraîne pratiquement pas de dilatation.

Nous attribuons ces évolutions d'une part à la génération d'une texture de la phase α au cours du traitement thermomécanique à l'origine de la microstructure de livraison et d'autre part à l'anisotropie de la dilatation de cette phase. Ainsi, malgré la très faible différence de masse volumique entre les deux phases, la dissolution de la phase α au chauffage se traduit par une contraction macroscopique de l'alliage dans une direction préférentielle. En revanche, au cours du refroidissement, les nouveaux précipités de phase α ayant une orientation aléatoire, le volume de l'échantillon reste pratiquement constant. La contraction finale est plus grande pour l'échantillon que nous avons chauffé à 0,4°C.min⁻¹ entre 700 et 1000°C, vraisemblablement en raison d'une texture plus marquée.

F. Bruneseaux [105] a mis en évidence l'anisotropie de la dilatation de la phase α en mesurant, par diffraction des rayons X in situ (rayonnement synchrotron), les paramètres de maille a_α et c_α , au cours d'un chauffage à 0,5°C.s⁻¹, à partir de la microstructure de livraison. Le paramètre a_α est proportionnel à la température (Figure 143), tandis que le paramètre c_α augmente davantage lorsque la température approche du transus. Nous pouvons en déduire que l'axe c de la phase α texturée dans la microstructure de livraison était préférentiellement parallèle à l'axe longitudinal de nos échantillons.

¹⁷ Ces prévisions ne tiennent pas compte de la taille des grains β qui est certainement plus élevée à la suite de ce traitement thermique, en comparaison avec notre traitement de mise en solution de 30 minutes à 920°C.

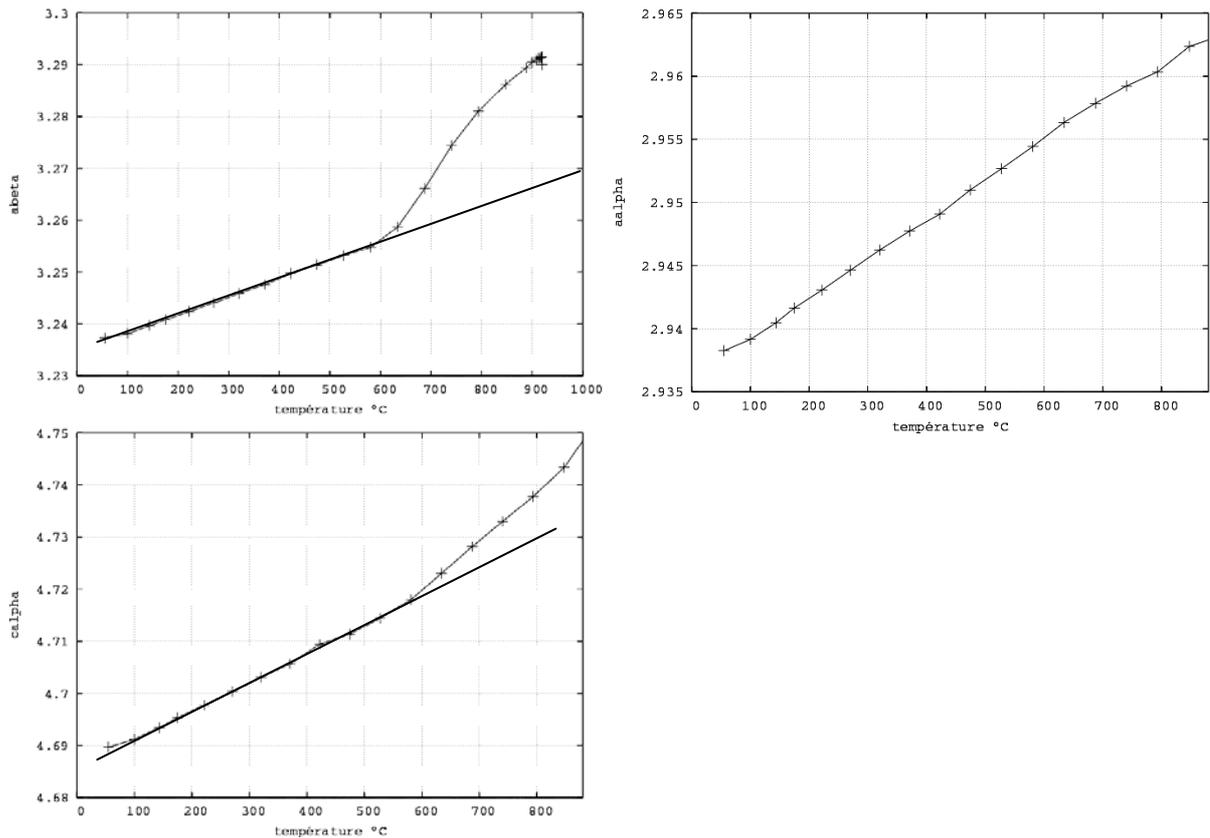


Figure 143 Evolution en fonction de la température des paramètres de maille a_β , a_α et c_α au cours d'un chauffage à $0,5^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, à partir de la microstructure de livraison. Mesure in situ par diffraction des rayons X à l'ESRF [105].

(ii) Au chauffage entre 700 et 1000°C, le régime de variation linéaire de la longueur de l'échantillon est atteint à une température d'autant plus élevée que la vitesse de chauffage est grande : 907^{18} et 925°C pour des vitesses respectivement de $0,1$ et $0,4^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Nous considérons que l'établissement de ce régime correspond à la fin de la dissolution de la phase α et de l'homogénéisation chimique de la phase β . Sachant que le transus vaut en réalité 880°C pour notre approvisionnement, nous en déduisons que ces phénomènes de dissolution et d'homogénéisation nécessitent une durée non négligeable devant la durée de nos traitements.

Enfin, nous avons déterminé le coefficient de dilatation de l'alliage Ti17, dans les domaines de température pour lesquels le taux de phase α est pratiquement constant (Tableau 13). Notons qu'au cours du refroidissement entre 1000 et 600°C , nous estimons le coefficient de dilatation de la phase β métastable, tandis que dans les deux autres domaines de température, nous mesurons le coefficient de dilatation d'un mélange biphasé ($\alpha + \beta$). Nous remarquons que les valeurs sont proches pour ces différents domaines, ce qui implique des valeurs similaires des coefficients de dilatation pour les deux phases α et β .

Effectivement, les coefficients de dilatation linéaire pour chaque paramètre de maille, déduits des courbes tracées Figure 143, sont tous de l'ordre de $1,15 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$. De plus, les mesures d'H. Patiès [18], sur un autre approvisionnement, sont proches des nôtres (Tableau 14).

¹⁸ Le thermocouple de mesure de la température n'étant pas soudé à l'échantillon, il faudrait en fait corriger ces mesures. Selon une démarche proposée pour ce dispositif expérimental, nous obtiendrions respectivement 889 et 907°C , qui sont des températures plus proches du transus que nous avons estimé pour cet approvisionnement (880°C).

Nous pouvons faire quelques dernières remarques concernant les variations de paramètres de maille en fonction de la température :

Compte tenu de la dilatation, le paramètre a_α ne subit pas de variation due à un changement de composition chimique. Cette observation est cohérente avec l'hypothèse que nous avons faite d'une composition chimique de la phase α qui ne dépend pas de la température.

En revanche, les variations du paramètre de maille de la phase β s'éloignent de la linéarité à partir de 600°C environ, en raison des variations de composition chimique de la phase β lorsque la phase α commence à se dissoudre.

Quant au paramètre de maille c_α , ses variations s'éloignent de la linéarité à l'approche du transus. L'origine de ce phénomène reste à déterminer, mais il est à l'origine de la dilatation anisotrope de la phase α .

Etape du traitement thermique	Vitesse de chauffage ($10^{-2} \text{K}^{-1} \text{s}^{-1}$)	Coefficient de dilatation (10^{-5}K^{-1})(*)	Coefficient de dilatation (10^{-5}K^{-1})(**)
1 : $\alpha + \beta$ de 20 à 700°C	8,3	1,08	1,04
2 : β de 1000 à 600°C	-1,7	1,14	1,21
3 : $\alpha + \beta$ de 600 à 20°C	-1,7	1,00	1,01

(*) Chauffage à $0,1^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ entre 700 et 1000°C.

(**) Chauffage à $0,4^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ entre 700 et 1000°C.

Tableau 13 Coefficient de dilatation de l'alliage Ti17 dans différents domaines de température.

Etape du traitement thermique	Coefficient de dilatation (10^{-5}K^{-1}). RC à $0,05^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$	Coefficient de dilatation (10^{-5}K^{-1}). RC à $0,5^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$
2 : β	1,48	1,48
3 : $\alpha + \beta$	1,05	1,05

Tableau 14 Coefficient de dilatation de l'alliage Ti17 dans différents domaines de température, d'après les mesures d'H. Patiès [18].

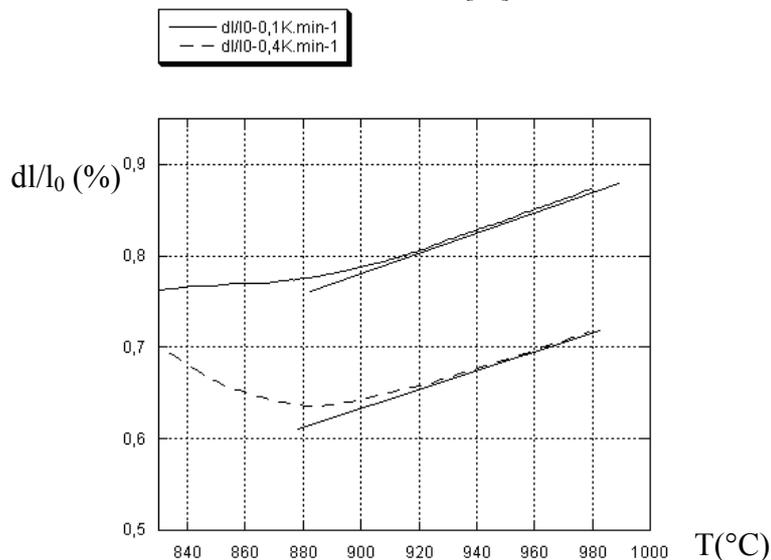


Figure 144 Variation relative de longueur en fonction de la température, pour deux expériences de dilatométrie. Détermination du transus par l'établissement d'un régime de variation linéaire en fonction de la température.

Annexe II Dépouillement des mesures de résistivité lors d'un refroidissement continu

Pour déterminer le taux de phase α en fonction de la température au cours d'un refroidissement continu, nous avons appliqué la démarche présentée au §II.2.3.2 que nous avons illustrée sur l'exemple de la Figure 145a. La résistivité de la phase β est extrapolée à l'aide d'une droite, tandis que celle du mélange $\alpha+\beta$, en dessous de 700°C environ, peut être extrapolée par plusieurs fonctions (des droites ou un polynôme du second degré).

Nous allons mesurer l'influence du choix de cette fonction sur notre détermination du taux d'avancement de la transformation.

A 700°C , le taux d'avancement déterminé par ces différentes méthodes diffère de 13% (Figure 145b). Or les écarts entre deux mesures de résistivimétrie au cours de refroidissements à $0,02^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ valent, au maximum, 5% (Figure 146).

Ainsi le choix de la fonction d'extrapolation n'a pas d'influence sur l'interprétation de nos mesures de résistivité car l'écart entre différentes méthodes reste dans l'incertitude de mesure.

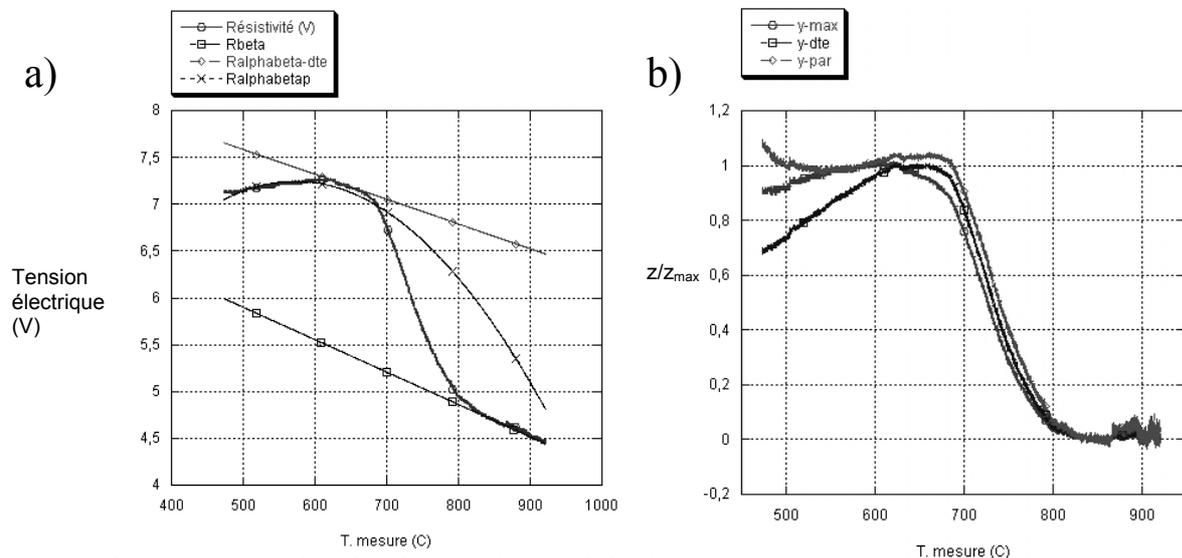


Figure 145 a) Tension électrique aux bornes de l'échantillon en fonction de la température pour un refroidissement continu à $0,02^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et différentes fonctions pour ajuster le domaine de la courbe correspondant à un mélange ($\alpha+\beta$) ; b) Taux d'avancement de la transformation en fonction de la température, déduit des différentes méthodes de dépouillement.

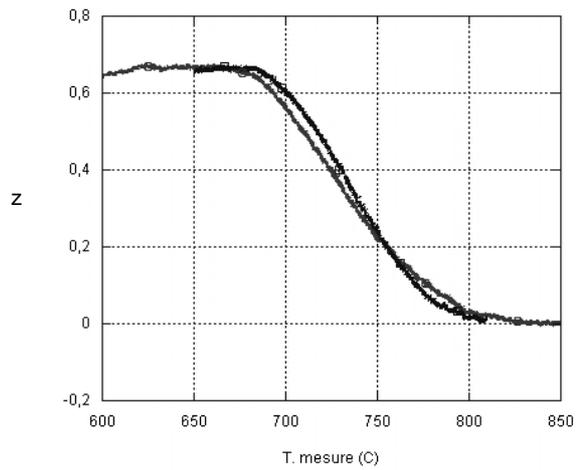


Figure 146 Taux de phase α en fonction de la température, mesuré par résistivimétrie, pour deux expériences de refroidissement continu à $0,02^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Annexe III Calcul des vitesses de croissance des morphologies α_{GB} et α_{WGB}

Dans cette annexe, nous présentons les expressions des vitesses de croissance des morphologies α_{GB} et α_{WGB} établies dans la thèse de L. Héricher, que nous avons reprises dans le modèle de germination – croissance décrit au Chapitre V.

Croissance de la morphologie α_{GB}

Etant donné le diamètre des grains, de l'ordre de 200 μm et l'épaisseur maximale des liserés de morphologie α_{GB} , de l'ordre de 1 μm , on peut supposer que leur croissance s'effectue dans un milieu infini, ce qui permet d'utiliser la solution analytique d'une croissance diffusive en front plan.

Les profils de concentration dans la matrice β de chaque espèce chimique i autre que le titane s'écrivent :

$$X_i(z) = X_i^0 + (X_i^* - X_i^0) \frac{\operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{\eta}{D_i}}\right)}{\operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{\eta^*}{D_i}}\right)} \quad (\text{A3-1})$$

Avec η la variable de similarité définie de la manière suivante :

$$\eta = \frac{z^2}{4t} \quad (\text{A3-2})$$

où z et t sont la position et le temps

D_i est le coefficient de diffusion de l'espèce chimique i dans la matrice β . η^* correspond à la position de l'interface z^* . X_i^* est la concentration de l'élément i dans la matrice à l'interface et X_i^0 la concentration nominale.

$$\operatorname{erfc}(u) = 1 - \operatorname{erf}(u) ; \operatorname{erf}(u) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^u e^{-t^2} dt \quad (\text{A3-3})$$

En supposant l'équilibre local à l'interface et à l'aide de l'expression des profils de concentration, les concentrations d'équilibre à l'interface vérifient l'équation suivante :

$$X_{Ti}^* X_{Ti}^{\alpha} \prod_i X_i^{*X_i^{\alpha}} - K(T) = 0 \quad (\text{A3-4})$$

Avec K la constante d'équilibre entre les phases α et β séparées par une interface plane et X_i^{α} la concentration de la phase α en élément i .

Soit Ω_i la sursaturation de l'élément i , telle que :

$$X_i^* = \frac{X_i^0 - \Omega_i X_i^{\alpha}}{1 - \Omega_i} \quad (\text{A3-5})$$

Avec

$$\Omega_i = \sqrt{\pi} \eta_i^* \exp(\eta_i^{*2}) \operatorname{erfc}(\eta_i^*) \quad (\text{A3-6})$$

La résolution numérique du système constitué par les équations (A3-4) et (A3-6) donne les concentrations d'équilibre et ainsi la position de l'interface en fonction du temps.

Croissance de la morphologie α_{WGB}

Le modèle utilisé repose sur le modèle d'Hillert traitant de la croissance diffusiv de plaquettes paraboliques dans un alliage binaire. Etendu au cas d'un alliage multiconstitué dans [3], il est détaillé ainsi que ses hypothèses en [3].

La solution du problème de croissance contrôlée par la diffusion donne cette fois, pour un cylindre parabolique [118] :

$$\Omega_i = Iv(Pe_i) \quad (A3-7)$$

Avec Iv la fonction d'Ivantsov :

$$Iv(Pe_i) = \sqrt{\pi Pe_i} \exp(Pe_i) \operatorname{erfc}(\sqrt{Pe_i}) \quad (A3-8)$$

et Pe_i le nombre de Péclet de l'espèce chimique i :

$$Pe_i = \frac{\rho_c v}{2D_i} \quad (A3-9)$$

Avec ρ_c le rayon de courbure de l'extrémité de la plaquette et v sa vitesse.

La courbure étant importante, elle modifie fortement les conditions d'équilibre. D'après la relation de Gibbs-Thomson, les concentrations à l'interface en pointe de plaquette vérifient :

$$X_{Ti}^* X_{Ti}^{\alpha} \prod_i X_i^* X_i^{\alpha} = K(T) \exp\left(\frac{\gamma_{\alpha\beta} \kappa V_m^{\alpha}}{RT}\right) \quad (A3-10)$$

Avec κ la courbure de la pointe de plaquette, $\gamma_{\alpha\beta}$ l'énergie d'interface α/β et V_m^{α} le volume molaire de la phase α .

La résolution numérique du système constitué par les équations (A3-7) et (A3-10) donne une infinité de couples (v, ρ) possibles. Pour sélectionner un couple unique dans ce continuum de solutions, nous retenons le critère de vitesse maximale, largement accepté malgré son caractère arbitraire :

$$\frac{\partial v}{\partial \rho} = 0 \quad (A3-11)$$

L'absence constatée d'interaction à longue distance entre plaquettes de morphologie α_{WGB} (§III.2.2.2), conduit à résoudre ces équations en supposant que la composition dans la matrice reste constante et égale à sa valeur nominale.

Annexe IV Ajustement des énergies d'interface pour la calotte sphérique

Le calcul du flux de germination nécessite de connaître l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ dont la valeur n'est pas disponible dans la littérature. Nous procéderons donc à une étude paramétrique pour ajuster cette valeur, puis nous analyserons les tendances que nous aurons observées.

Démarche

Généralement, on ajuste l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ en calculant le flux de germination et en comparant à des mesures provenant d'observations microstructurales à l'issue de traitements interrompus [34], [112] et [113]. Comme nous n'avons pas ces mesures, nous ajusterons cette valeur à l'aide de calculs de cinétique globale. Or pour ces calculs globaux, nous distribuons sur les joints de grain la valeur de $\gamma_{\alpha\beta}$, suivant une gaussienne (§V1.3.3). Nous avons donc deux valeurs à ajuster : la moyenne et la dispersion de cette gaussienne, à partir des résultats expérimentaux suivants :

(i) les mesures de cinétique globale de transformation isotherme à 750 et 800°C, pour l'alliage Ti17. Comme mesure de l'écart entre simulation et expérience, nous utiliserons les temps de 80% de transformation :

$$\Delta t_{80\%}^T = \frac{t_{80\%}(sim) - t_{80\%}(exp)}{t_{80\%}(exp)} \quad (A4-1)$$

Avec $\Delta t_{80\%}^T$ l'écart relatif, entre simulation et expérience, des durées à 80% de transformation à $T = 750$ ou 800°C . $t_{80\%}(sim)$ et $t_{80\%}(exp)$ sont respectivement les durées simulée et expérimentale.

(ii) Nous calculerons également le nombre de colonies de lamelles par grain. E. Laude avait mesuré la variation de ce paramètre en fonction de la température de maintien isotherme.

Ajustement

Nous faisons varier l'énergie $\gamma_{\alpha\beta}$ moyenne entre 300 et 450 mJ.m^{-2} et nous essayons trois dispersions de 0,02, 0,1 et 0,5 correspond à 90% des valeurs comprises dans des intervalles de respectivement +/- 3,3, 17 et 82% de la valeur moyenne.

Nos simulations de cinétique de transformation isotherme (Figure 147) donnent les tendances suivantes (Tableau 15):

- (i) La cinétique globale de transformation ralentit lorsque l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ moyenne augmente.
- (ii) Lorsque la dispersion de la gaussienne diminue, la cinétique globale de transformation est plus sensible à la valeur moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$.

Concernant le nombre de colonies par grain, nous obtenons les tendances suivantes (Tableau 16):

- (i) Ce nombre ne dépend pas de la température.
- (ii) Il diminue lorsque la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ augmente (Figure 148).
- (iii) Si la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ est supérieure à 380 mJ.m^{-2} environ, alors il augmente avec la dispersion. Nous avons la tendance inverse pour de plus faibles moyennes de $\gamma_{\alpha\beta}$.

Comme nous n'avons pas retenu la calotte sphérique pour représenter les germes aux joints de grain, nous n'effectuons pas de choix des paramètres de la gaussienne.

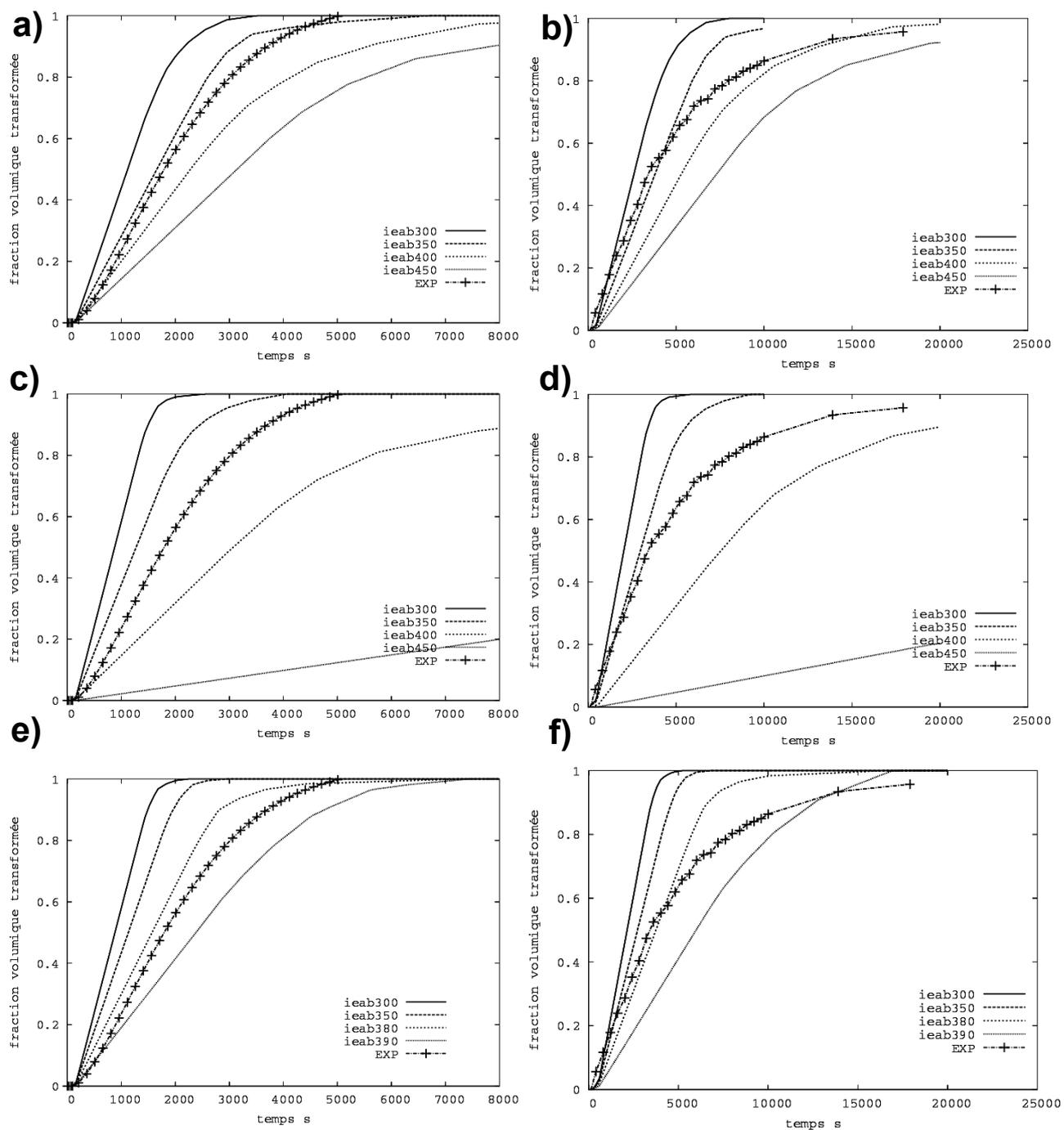


Figure 147 Fraction volumique transformée en fonction du temps au cours de maintiens isothermes à 750°C, pour différentes moyennes de γ_{ab} (ieab, en mJ.m^{-2}) : a), c) et e) ; à 800°C : b), d) et f). Dispersion sur la gaussienne de γ_{ab} de 0,5 : a) et b) ; de 0,1 : c) et d) ; de 0,02 : e) et f).

Dispersion	T(°C)	$\gamma_{\alpha\beta}$ (mJ.m ⁻²)			
		300	350	380	390
0,02	750	-0,56	-0,43	-0,20	0,33
	800	-0,61	-0,49	-0,28	0,25

Dispersion	T(°C)	$\gamma_{\alpha\beta}$ (mJ.m ⁻²)			
		300	350	400	450
0,1	750	-0,57	-0,33	0,86	-
	800	-0,62	-0,41	0,83	-
0,5	750	-0,41	-0,14	0,38	0,83
	800	-0,48	-0,25	0,20	0,64

Tableau 15 Ecart relatif entre simulation et expérience des temps de 80% de transformation à 750 et 800°C, en fonction des paramètres de la distribution des énergies $\gamma_{\alpha\beta}$.

Dispersion	T(°C)	$\gamma_{\alpha\beta}$ (mJ.m ⁻²)			
		300	350	380	390
0,02	750	11,4	10	7,5	5,0
	800	11,4	9,8	7,3	4,5

Dispersion	T(°C)	$\gamma_{\alpha\beta}$ (mJ.m ⁻²)			
		300	350	400	450
0,1	750	11,5	8,7	3,8	0,6
	800	11,5	8,5	3,6	0,6
0,5	750	8,7	6,5	5,2	4,2
	800	8,7	6,5	5,2	4,2

Tableau 16 Nombre de colonies de lamelles d' α_{WGB} par grain β en fin de maintien isotherme à 750 et 800°C, en fonction des paramètres de la distribution des énergies $\gamma_{\alpha\beta}$.

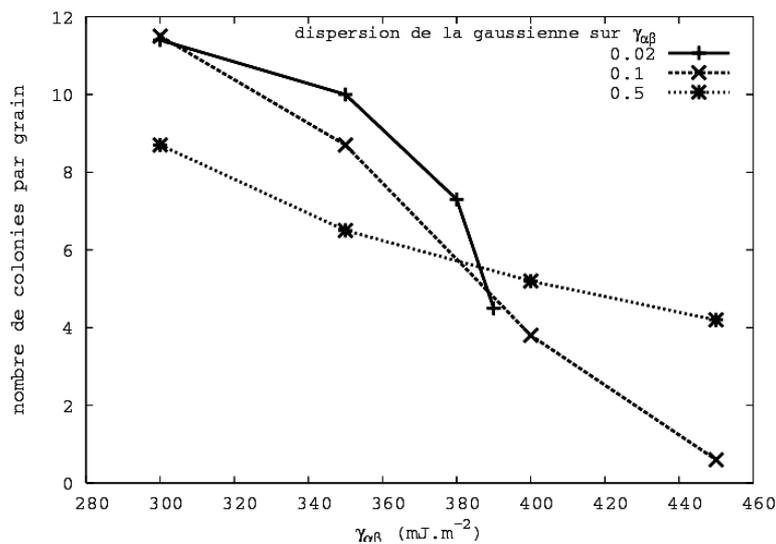


Figure 148 Evolution du nombre de colonies par grain en fonction de la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ pour différentes dispersions.

Analyse

Pour la calotte sphérique, la germination est très rapide lorsque $\gamma_{\alpha\beta} < 2\sigma_{\beta\beta}$ et impossible dans le cas contraire, quelle que soit la température (§V2.1.2.3). Pour simplifier notre analyse, nous considérons que tous les joints de grain ont, pour l'état non déformé, une énergie de 700 mJ.m^{-2} (§V1.3.2.3). Alors toutes les faces pour lesquelles $\gamma_{\alpha\beta}$ est supérieur à 350 mJ.m^{-2} ne sont jamais mouillées par la phase α (Figure 149). Nous pouvons maintenant interpréter graphiquement les tendances que nous avons observées :

- Si nous diminuons la moyenne de l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$, davantage de faces permettent la germination de la phase α .
- Si la dispersion est faible, alors le nombre de faces sélectionnées varie plus rapidement avec la valeur moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$.

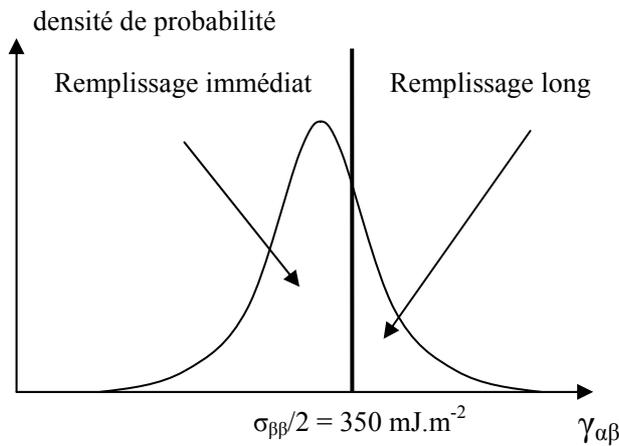


Figure 149 Répartition des énergies d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ sur les joints de grain, suivant une loi normale.

Considérons Figure 150a une gaussienne de moyenne inférieure à la valeur limite au-delà de laquelle la germination est impossible (c'est-à-dire $\gamma_{\alpha\beta} < \sigma_{\beta\beta}/2$). Si la dispersion est faible (courbe en pointillés), alors aucune face ne peut être recouverte. Le mouillage devient possible pour certaines faces en augmentant la dispersion. Nous pouvons faire l'analyse inverse si la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ est supérieure à $\sigma_{\beta\beta}/2$. Ces remarques expliquent la tendance (iii) que nous avons observée pour le nombre de colonies de α_{WGB} .

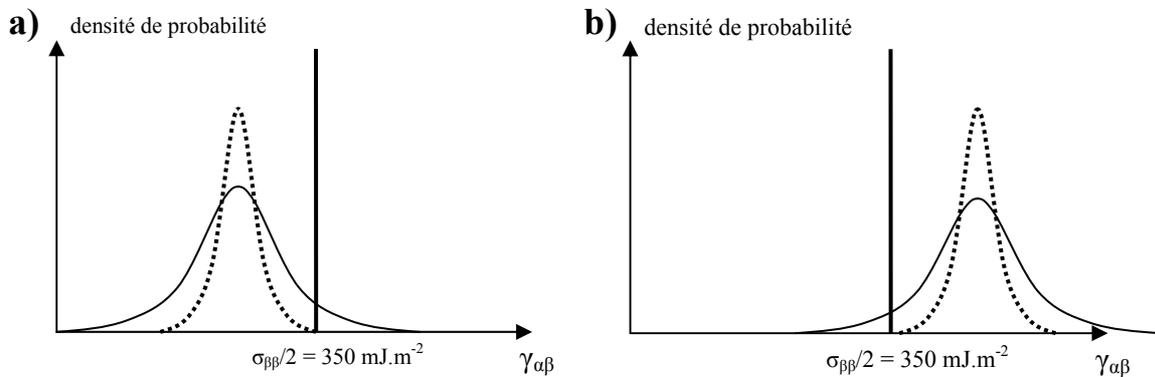


Figure 150 Influence de la moyenne et de la dispersion de la gaussienne sur le nombre de faces pouvant germer.

Annexe V Ajustement des énergies d'interface pour le pillbox

Nous appliquons une démarche similaire à celle de la calotte sphérique pour ajuster les énergies d'interface du pillbox, $\gamma_{\alpha\beta}$ et γ_b .

Démarche

Par rapport à la calotte sphérique, le modèle de pillbox fait intervenir une valeur supplémentaire qui est l'énergie de bord γ_b . Nous avons donc trois valeurs à ajuster : la moyenne de la gaussienne sur $\gamma_{\alpha\beta}$, sa dispersion et γ_b , fixe pour toutes les faces.

Contrairement à la calotte sphérique, le flux de germination peut prendre des valeurs réalistes, pour certaines valeurs de $\gamma_{\alpha\beta}$ et γ_b que nous allons déterminer. Considérons les températures comprises entre 700 et 800°C. Sur cet intervalle, le flux de germination est maximal à 700°C et minimal à 800°C.

Nous avons tracé sur la Figure 151 l'ensemble des couples (ϵ, γ_b) pour lesquels

- (i) le flux stationnaire vaut 10^{-3} s^{-1} à 700°C (remplissage lent),
- (ii) le flux stationnaire vaut 1 s^{-1} à 800°C (remplissage immédiat).

Les couples (ϵ, γ_b) situés « au dessus » de la courbe en traits pleins mèneront donc à une durée de remplissage supérieure à 1000 s quelle que soit la température, tandis que tous les couples « au dessous » de la courbe en pointillés mèneront à un remplissage presque immédiat.

Ainsi seuls les couples (ϵ, γ_b) situés à l'intérieur du domaine délimité par ces courbes permettent d'éviter une absence (apparente) de variation du flux de germination avec la température, comme c'était le cas avec la calotte sphérique. Comme cette sensibilité à la température est un résultat expérimental qu'il est impératif de retrouver, nous ferons varier γ_b entre 10 et 30 mJ.m^{-2} et la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ entre 400 et 450 mJ.m^{-2} . Par ailleurs nous ferons varier la dispersion entre 0,01 et 0,2.

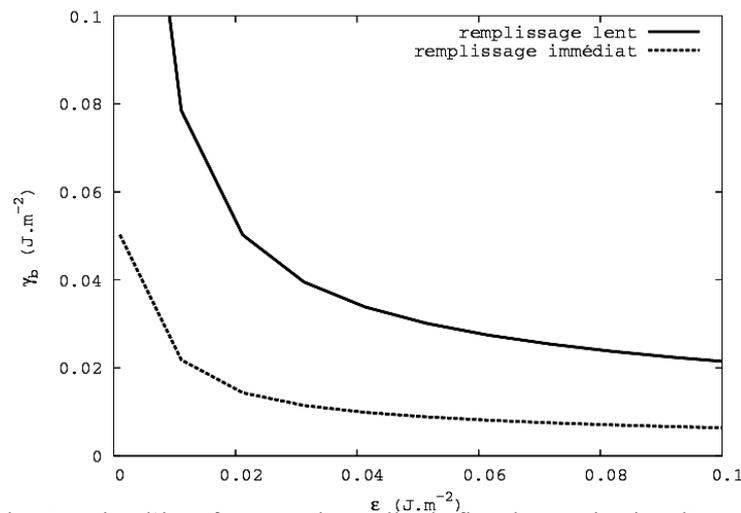


Figure 151 Domaine des énergies d'interface pour lesquelles le flux de germination dépend de la température.

Ajustement

Concernant les durées de transformation isotherme, nous observons les tendances suivantes (Figure 152) :

- (i) une augmentation de $\gamma_{\alpha\beta}$ et de γ_b augmente la durée de transformation.
- (ii) Plus la dispersion est élevée, moins les cinétiques sont sensibles aux variations de la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$.
- (iii) Plus γ_b est élevée, plus les cinétiques de transformation sont sensibles aux variations de $\gamma_{\alpha\beta}$.

Concernant la variation du nombre de colonies de α_{WGB} par grain entre 750 et 800°C :

- (i) elle diminue lorsque γ_b ou la moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ augmente.
- (ii) Elle diminue lorsque la dispersion de la gaussienne sur $\gamma_{\alpha\beta}$ augmente. (Exception : $\gamma_b = 10 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_{\alpha\beta} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$).

Nous remarquons qu'une énergie γ_b de 10 mJ.m^{-2} mène à une trop forte variation du nombre de colonies entre 750 et 800°C. De plus, cet écart entraîne une surestimation de la cinétique à 750°C et une sous-estimation à 800°C, pour la valeur moyenne la mieux adaptée de $\gamma_{\alpha\beta}$, soit 450 mJ.m^{-2} .

A l'opposé, une énergie de bord de 30 mJ.m^{-2} conduit à sous-estimer la variation du nombre de colonies.

Par conséquent, notre choix de paramètres est le suivant : $\gamma_b = 20 \text{ mJ.m}^{-2}$, $\overline{\gamma_{\alpha\beta}} = 400 \text{ mJ.m}^{-2}$ et une dispersion supérieure ou égale à 0,1.

Analyse

La plupart des tendances que nous avons observées au cours de notre étude paramétrique sont les mêmes que pour la calotte sphérique et nous en avons discuté l'origine en Annexe IV :

- (i) les cinétiques ralentissent lorsque les énergies d'interface augmentent.
- (ii) Le nombre de colonies par grain diminue lorsque les énergies d'interface augmentent.
- (iii) Les cinétiques évoluent en fonction de la dispersion de la gaussienne sur $\gamma_{\alpha\beta}$.

La sensibilité accrue des cinétiques à la valeur moyenne de $\gamma_{\alpha\beta}$ peut s'interpréter en observant la Figure 151 où il apparaît que le domaine se resserre lorsque γ_b augmente. On peut aussi observer que la barrière de germination est proportionnelle à $\gamma_b^2 \varepsilon$.

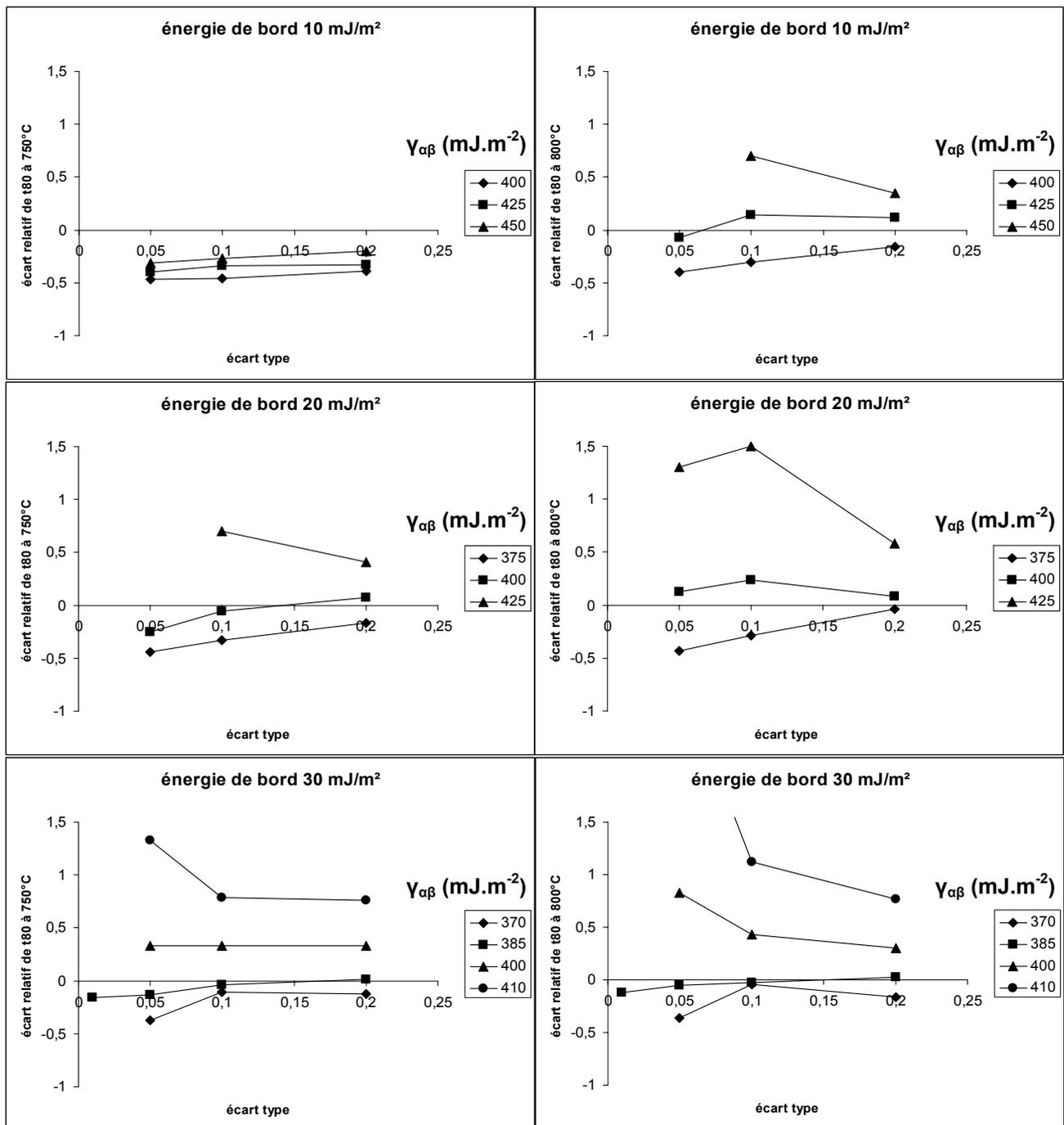


Figure 152 Ecart relatif des t_{80} expérimentaux et simulés, à 750 et 800°C, pour différentes valeurs de γ_b et différentes valeurs moyennes de $\gamma_{\alpha\beta}$.

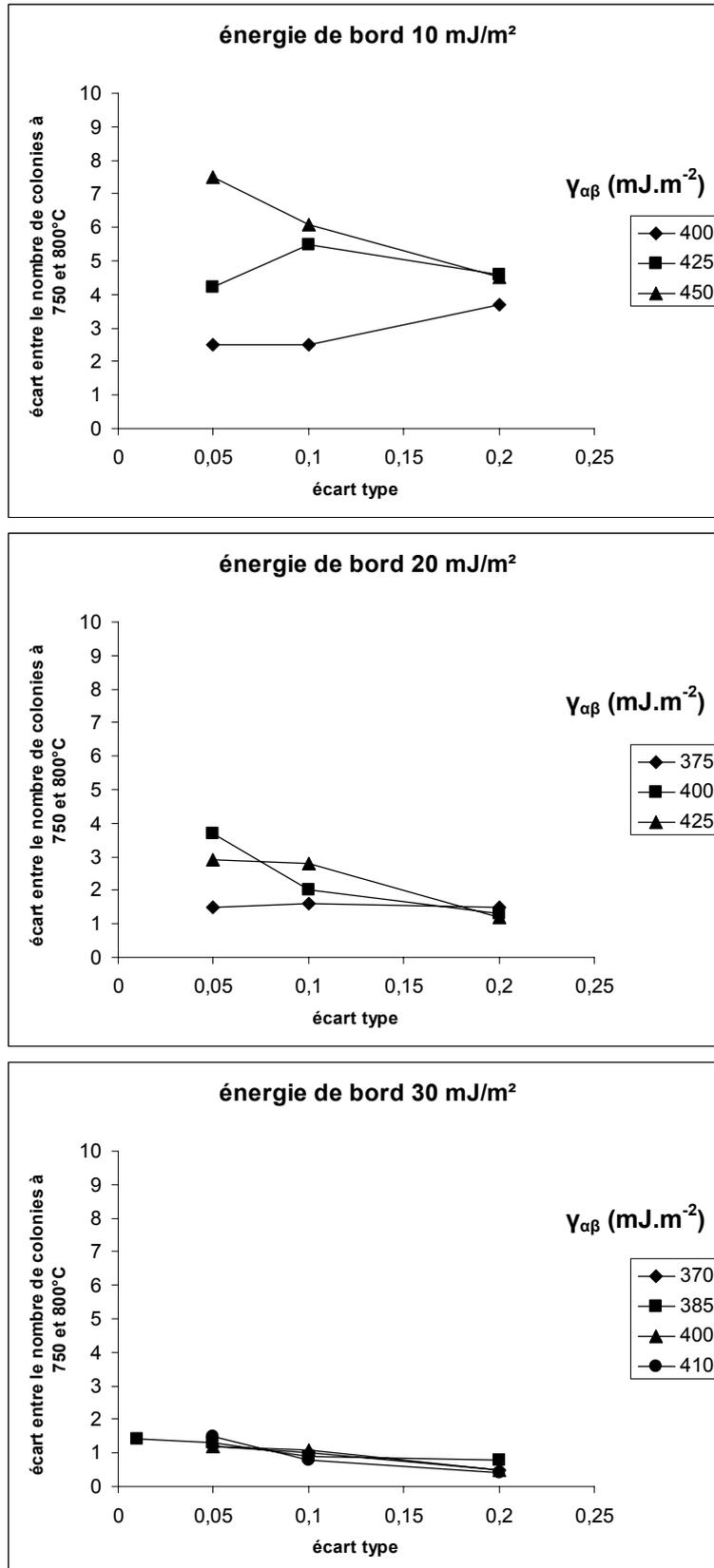


Figure 153 Variation du nombre de colonies de lamelles d' α_{WGB} entre 750 et 800°C pour différentes valeurs de γ_b et différentes valeurs moyennes de $\gamma_{\alpha\beta}$.

Annexe VI Comparaison du temps d'incubation et de la durée de remplissage des joints de grain

Nous estimons le temps de remplissage des joints de grain par les germes de phase α , qu'ils soient en forme de calotte sphérique ou en forme de pillbox par l'inverse du flux stationnaire J^* . Nous négligeons donc le temps d'incubation.

Nous justifions ici cette hypothèse par le calcul, pour les deux géométries de la calotte sphérique et du pillbox, en choisissant des valeurs représentatives des énergies d'interface et de joint de grain.

Pour la calotte sphérique, le temps d'incubation est généralement négligeable devant la durée de remplissage des faces (Figure 154a), sauf lorsque la valeur de l'énergie d'interface se rapproche de la moitié de l'énergie de joint de grain (Figure 154b), auquel cas il peut devenir supérieur au temps de remplissage. Mais les deux durées gardent alors le même ordre de grandeur. De plus les températures sont basses et la morphologie ($\alpha_{GB} + \alpha_{WGB}$) n'est plus prépondérante.

Pour le pillbox, le temps d'incubation est négligeable devant le temps de remplissage tant que la température est supérieure à 725 et 800°C pour une énergie de joint de grain de respectivement 400 et 500 mJ.m^{-2} , avec $\gamma_{\alpha\beta} = 270 \text{ mJ.m}^{-2}$. Pour les basses températures, le temps d'incubation garde le même ordre de grandeur que la durée de remplissage des faces.

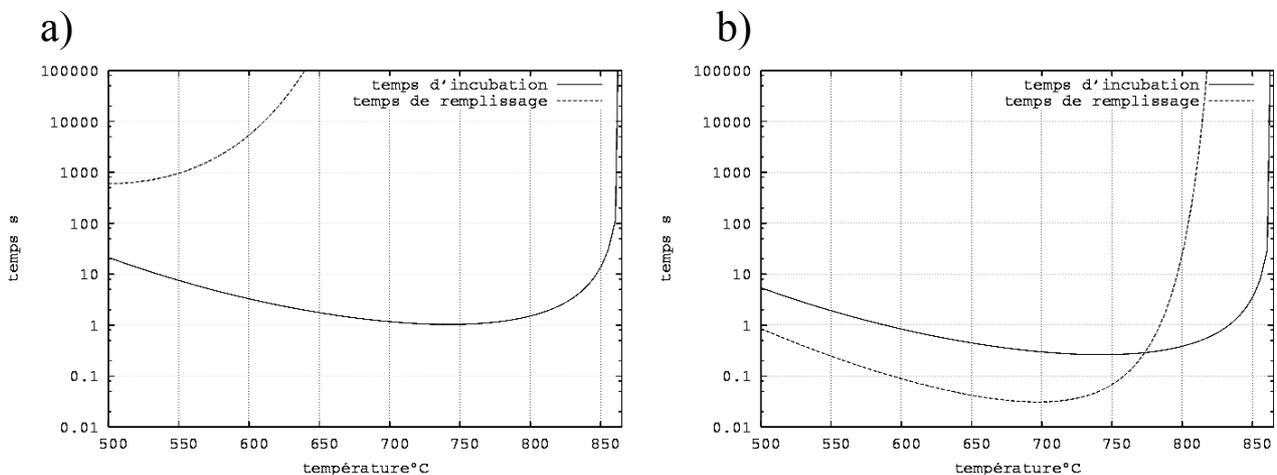


Figure 154 Temps d'incubation et durée de remplissage en fonction de la température pour une énergie d'interface de 270 mJ.m^{-2} et des énergies de joint de grain de 520 et 535 mJ.m^{-2} , pour la géométrie de la calotte sphérique.

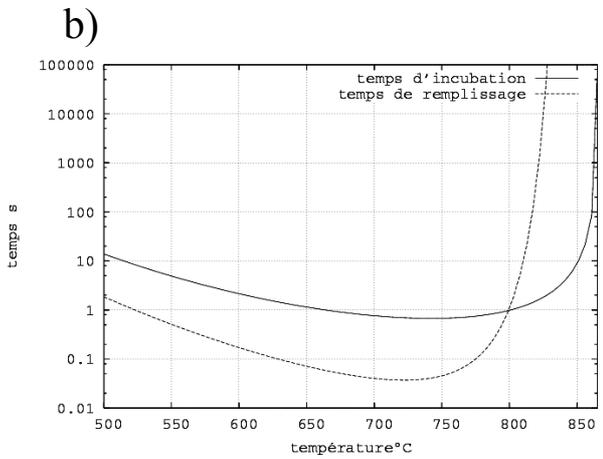
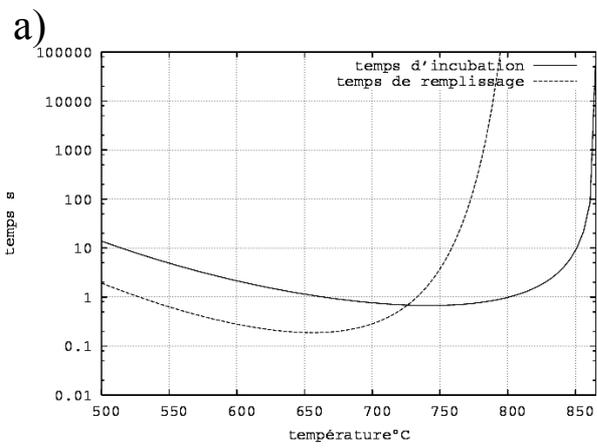


Figure 155 Temps d'incubation et durée de remplissage en fonction de la température pour une énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ de 270 mJ.m^{-2} une énergie de bord de γ_b de 10 mJ.m^{-2} et des énergies de joint de grain de a) 400 et b) 500 mJ.m^{-2} , pour la géométrie de pillbox.

Annexe VII Modélisation de la germination et de la croissance de la morphologie α_{WI}

L'établissement d'un modèle achevé de germination et de croissance, indispensable pour prédire l'effet d'une déformation requiert la description de la troisième morphologie identifiée (§III.2.2.3), l' α_{WI} . Cependant les mécanismes de germination et de croissance à l'origine de cette morphologie sont encore incertains, bien que certains travaux expérimentaux mentionnent les dislocations comme sites de germination ainsi que le caractère displacif de la transformation. Une étude expérimentale approfondie de ces mécanismes de transformation serait donc un préalable nécessaire.

A défaut d'une telle étude, nous allons estimer dans cette annexe si les approches qui nous avaient permis de modéliser la germination et la croissance des morphologies α_{GB} et α_{WGB} sont envisageables pour la morphologie α_{WI} . En calculant ainsi le flux de germination et les vitesses de croissance, nous pourrions estimer si les mécanismes de transformation sont similaires pour les morphologies α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} , ou bien si une approche radicalement différente s'avère nécessaire.

Nous modéliserons d'abord la germination hétérogène des aiguilles d' α_{WI} sur les dislocations, puis leur croissance diffusie. Enfin nous appliquerons ces modèles pour prédire des cinétiques de transformation et les comparer aux résultats expérimentaux.

1 Etude de la germination

Les dislocations dans la matrice β sont généralement proposées comme sites de germination de la morphologie α_{WI} . Nous devrions donc pouvoir calculer le flux de germination en appliquant la théorie classique en intégrant la force motrice additionnelle stockée par les dislocations. Nous allons cependant mettre en évidence les limites de cette approche et proposer une alternative reposant sur un mécanisme displacif.

1.1 Modèle de germination sur les dislocations

Nous calculons le flux de germination de la morphologie α_{WI} au cœur des grains à l'aide de la théorie classique de la germination. Nous représentons les germes de phase α par des cylindres délimités par des interfaces cohérentes ou semi cohérentes (Figure 156).

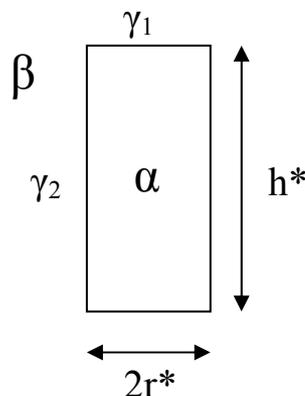


Figure 156 Représentation schématique des germes de morphologie α_{WI} .

La géométrie que nous choisissons est très analogue à la géométrie du pillbox. En effet, pour le calcul du flux de germination homogène, il suffit de modifier les équations associées au pillbox (§V2.2.1) en substituant γ_2 à γ_b et $2\gamma_1$ à ε .

Bien que des modèles sophistiqués permettent d'intégrer la force motrice additionnelle due aux interactions entre le précipité et le champ de contrainte environnant les dislocations [70],[71], nous corrigerons la barrière de germination homogène ΔG^*_{hom} à l'aide d'un simple coefficient de pondération, pour éprouver rapidement la pertinence de la théorie classique pour cette morphologie.

$$\Delta G^* = k\Delta G^*_{\text{hom}} \quad (\text{A7-1})$$

où k représente l'effet catalyseur des dislocations

Les différents travaux disponibles dans la littérature [70],[71] conduisent à une valeur de k de l'ordre de 10^{-1} . Ainsi, les dislocations assurent-elles bien une diminution sensible de la barrière de germination, mais celle-ci ne change que d'un ordre de grandeur. En comparaison, l'effet d'un défaut plan est bien plus considérable car le coefficient k approche alors 10^{-3} .

Donc, en dépit de l'utilisation de la même approche que pour la germination aux joints de grain, il est probable que nous calculerons sur les dislocations des flux de germination largement moindres, bien que les forces motrices impliquées soient plus élevées dans ce cas car les températures sont plus basses.

1.2 Calcul du flux de germination par la théorie classique

Nous avons considéré des germes délimités par des interfaces cohérentes ou semi cohérentes pour lesquelles des valeurs réalistes d'énergie par unité de surface sont les suivantes :

$$\gamma_1 = 500 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ et } \gamma_2 = 100 \text{ mJ.m}^{-2}$$

Avec ces valeurs, la barrière de germination homogène ΔG^*_{hom} reste supérieure à 10^{-17} J (Figure 157) pour toute température supérieure à 550°C (sous laquelle la morphologie α_{WI} n'apparaît pas expérimentalement). Or nous savons [113] que seules des valeurs inférieures à environ 10^{-19} J permettent de calculer des flux de germination de l'ordre de grandeur de ce qui est observé expérimentalement. Il est donc prévisible que la diminution de la barrière de germination assurée par les dislocations telle qu'elle est prédite avec les valeurs d'énergie choisies ne suffise pas.

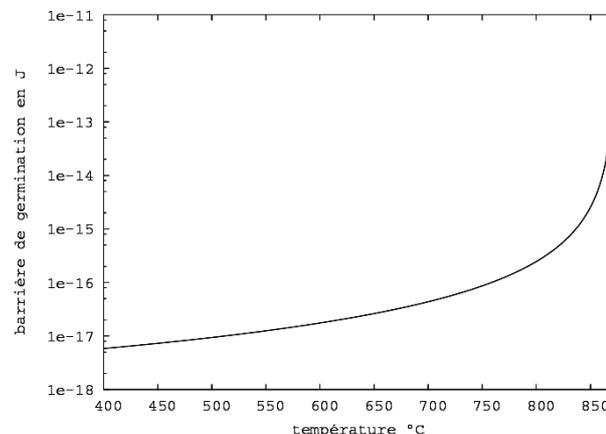


Figure 157 Barrière de germination en fonction de la température pour une germination homogène. $\gamma_1 = 500 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_2 = 100 \text{ mJ.m}^{-2}$.

Effectivement, les flux de germination sur la Figure 158 montrent que la barrière de germination homogène doit être multipliée par un facteur inférieur à 10^{-3} pour permettre à la phase α de germer dans une durée $1/J^*$ comparable aux durées des traitements isothermes, de l'ordre de 100 s.

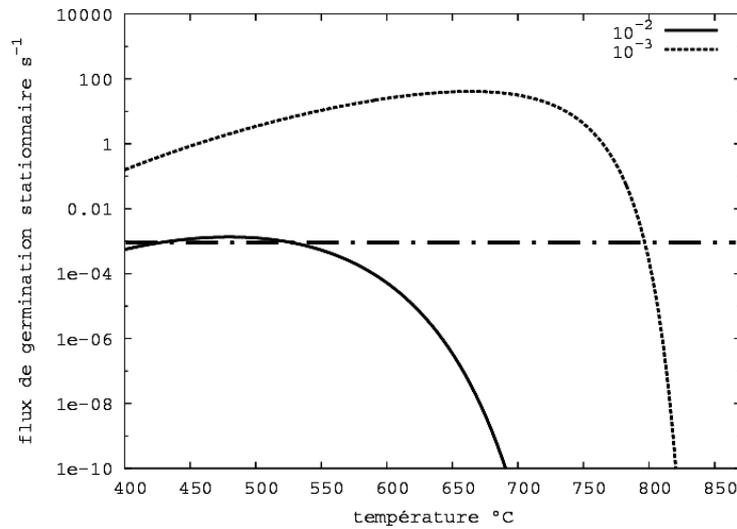


Figure 158 Flux de germination stationnaire J^* en fonction de la température pour différents coefficients de pondération de la barrière de germination homogène. $\gamma_1 = 500 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_2 = 100 \text{ mJ.m}^{-2}$. La ligne pointillée correspond à un flux permettant un remplissage en 1000s.

Cependant, en minimisant les énergies d'interface (en choisissant par exemple $\gamma_1 = 100 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_2 = 20 \text{ mJ.m}^{-2}$), nous diviserions la barrière de germination homogène de nos calculs précédents par un facteur de 125. La germination sur les dislocations deviendrait alors possible.

Mais ces énergies d'interface paraissent faibles¹⁹, d'autant plus qu'il reste à introduire l'énergie d'accommodation élastique qui s'oppose à la germination cohérente de la phase α . Ces estimations montrent qu'il semble difficile de décrire la germination de la morphologie α_{WI} par la théorie classique.

1.3 Alternative à la théorie classique de la germination

En nous basant sur le modèle de Olson et Cohen [119] de germination de la martensite, nous allons estimer la barrière de germination qu'un tel mécanisme devrait vaincre pour être actif. En effet, certains auteurs [16] proposent que le mécanisme de germination de la morphologie α_{WI} pourrait être déplacé.

D'après ce modèle, la barrière de germination décroît linéairement avec la force motrice, soit :

$$\Delta G^* \propto \frac{dv^*}{b} \Delta G_v \quad (\text{A7-2})$$

Avec b le vecteur de Burgers et d un espacement entre plans denses. Ils ont le même ordre de grandeur. v^* est un volume d'activation.

¹⁹ Nous avons cependant utilisé une énergie de bord γ_b de 20 mJ.m^{-2} pour le pillbox. Par contre, l'énergie d'interface $\gamma_{\alpha\beta}$ était de l'ordre de 400 mJ.m^{-2} .

A 700°C, la force motrice de germination vaut $3 \cdot 10^7 \text{ J.m}^{-3}$. En supposant que le volume d'activation dans notre alliage est similaire à ce qu'Olson et Cohen ont déterminé pour un acier Fe-24Ni-3Mn [119], c'est-à-dire $v^* = 2,44 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$, la barrière de germination serait de l'ordre de 10^{-20} J , ordre de grandeur envisageable pour la germination de α_{WI} .

Ce calcul d'ordre de grandeur permet d'envisager de décrire la germination intragranulaire suivant un mécanisme analogue à celui de la martensite.

1.4 Conclusion

Les estimations que nous venons de présenter semblent conforter l'hypothèse d'un mécanisme de germination displacif, qui avait été avancé dans des travaux expérimentaux antérieurs. La théorie de la germination de la martensite paraît donc indiquée pour calculer le flux de germination. Cependant, un tel mécanisme implique que la phase α conserve la composition chimique de la phase mère β . Cela est incompatible avec notre description actuelle de l'équilibre thermodynamique des phases. Il faudra donc modifier cette description pour modéliser plus avant la germination.

2 Modèles de calcul des vitesses individuelles de croissance

Les petites dimensions, l'enchevêtrement et la vitesse de précipitation des aiguilles de morphologie α_{WI} rendent difficile la mesure de leur vitesse individuelle de croissance. E. Laude [4] ayant tenté de l'évaluer, nous en connaissons l'ordre de grandeur mais nous ignorons comment elle varie au cours du temps. Par ailleurs, le mécanisme de croissance est encore incertain, si bien que toutes les hypothèses sont possibles, de la croissance diffusives à un mécanisme displacif. L'identification précise du mécanisme de croissance nécessitant sans doute un travail expérimental approfondi, nous proposons simplement ici d'évaluer l'hypothèse d'une croissance diffusives. Pour cela nous adapterons le modèle que nous avons utilisé pour la croissance des plaquettes de α_{WGB} en représentant les aiguilles d' α_{WI} à l'aide de différentes géométries. A partir de ces nouveaux modèles, nous calculerons la vitesse de croissance individuelle des germes que nous comparerons aux mesures.

2.1 Géométries étudiées, calcul de la vitesse de croissance diffusives et de la taille des aiguilles

La forme en aiguille des précipités de morphologie α_{WI} révèle que leur croissance s'effectue selon une direction privilégiée. C'est pourquoi nous allons les représenter à l'aide de différentes géométries possédant une symétrie radiale : le bâtonnet, le paraboloides de révolution et l'ellipsoïde.. Nous nous appuyerons sur les travaux [120] à [122] pour calculer les vitesses de croissance diffusives selon une démarche analogue à celle que nous avons détaillée en Annexe III pour la morphologie α_{WGB} .

2.1.1 Bâtonnets

Nous appelons bâtonnet un cylindre coiffé d'une demi sphère à chaque extrémité (Figure 159). La sursaturation de chaque élément vérifie aux extrémités hémisphériques, à l'interface [120] :

$$\Omega_i = Pe_i \quad (A7-3)$$

où

$$Pe_i = \frac{\rho_c v}{2D_i} \quad (A7-4)$$

avec ρ_c le rayon de courbure des demi sphères aux extrémités du bâtonnet, v la vitesse de croissance suivant l'axe du cylindre et D_i la diffusivité chimique de l'élément i .

De la même manière que pour la morphologie α_{WGB} , l'équilibre à l'interface α/β est modifié aux extrémités par la courbure de la demi-sphère. L'effet Gibbs – Thomson s'écrit :

$$X_{Ti}^* \prod_i X_i^{*X_i^\alpha} = K(T) \exp\left(\frac{\gamma_{\alpha\beta} V_m^\alpha}{2\rho_c RT}\right) \quad (A7-5)$$

avec $\gamma_{\alpha\beta}$ l'énergie d'interface α/β et V_m^α le volume molaire de la phase α .

Le système d'équations constitué par les équations (A7-3) et (A7-5) ne permet pas de déterminer de façon unique ρ et v . Nous supposons donc de la même manière que pour la morphologie α_{WGB} , que la vitesse de croissance de la morphologie α_{WI} est celle qui est maximale parmi le continuum de valeurs possibles.

Dans un milieu infini (la matrice garde une concentration constante loin des germes), et à température constante, la vitesse de croissance des bâtonnets est constante.

La largeur du bâtonnet est égale au double du rayon de courbure :

$$l_{\text{bâtonnet}} = 2\rho_c \quad (A7-6)$$

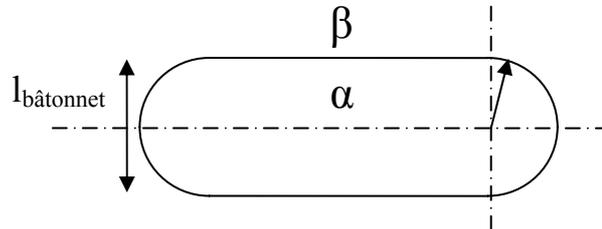


Figure 159 Représentation schématique d'une aiguille de morphologie α_{WI} en forme de bâtonnet. ρ est le rayon des demi-sphères situées aux extrémités du bâtonnet.

2.1.2 Paraboloïde

Pour le paraboloïde de révolution, la sursaturation à l'interface vérifie [120] :

$$\Omega_i = Iv(Pe_i) \quad (A7-7)$$

Avec Iv la fonction d'Ivantsov :

$$Iv(Pe_i) = Pe_i \exp(Pe_i) E_1(Pe_i) \quad (A7-8)$$

et :

$$E_1(Pe_i) = \int_{Pe_i}^{+\infty} \frac{e^{-x}}{x} dx \quad (A7-9)$$

De la même manière que pour les bâtonnets l'équilibre à l'interface en pointe de paraboloïde suit la relation de Gibbs-Thomson (A7-5). Comme précédemment nous appliquons toujours

un critère de vitesse maximale. La vitesse de croissance dans un milieu infini est également constante en conditions isothermes.

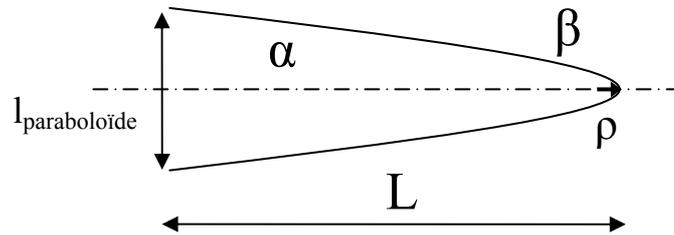


Figure 160 Représentation schématique d'une aiguille de morphologie α_{WI} en forme de paraboloides de révolution. ρ est le rayon de courbure en pointe du paraboloides.

Nous représentons l'aiguille de phase α par deux paraboloides accolés à leur base. La largeur se calcule alors en fonction de la courbure en pointe d'aiguille :

$$l_{\text{paraboloides}} = 2\sqrt{\rho L} \quad (\text{A7-10})$$

2.1.3 Ellipsoïde

D'après les observations micrographiques, les aiguilles d' α_{WI} ressemblent à des ellipsoïdes ayant un rapport d'aspect (longueur/largeur) élevé.

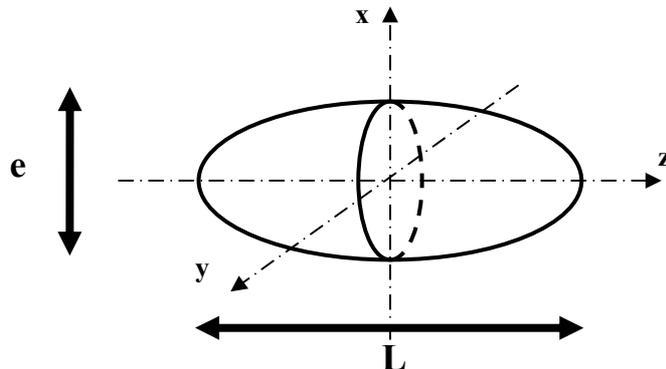


Figure 161 Représentation schématique d'une aiguille de morphologie α_{WI} en forme d'ellipsoïde.

Dans un repère cartésien (x,y,z) centré sur l'ellipsoïde, on peut montrer [121],[122] que celle-ci croît de manière homothétique. Ainsi ses dimensions vérifient :

$$\frac{x^2 + y^2}{w + a} + \frac{z^2}{w} = 4t \quad (\text{A7-11})$$

a est une constante liée au rapport d'aspect de l'ellipsoïde et w un paramètre géométrique permettant de définir les surfaces d'isoconcentration.

En définissant w_0 pour représenter la surface de l'ellipsoïde, w_0 apparaît comme la constante cinétique d'une loi de croissance parabolique

La demi-longueur de l'ellipsoïde vérifie :

$$\frac{L}{2} = 2\sqrt{w_0 t} \quad (\text{A7-12})$$

Le rapport d'aspect A de l'ellipsoïde s'écrit :

$$A = \frac{L}{l} \quad (\text{A7-13})$$

Soit

$$A^2 = \frac{w_0}{w_0 + a}$$

La sursaturation des espèces chimiques à l'interface vérifie :

$$\Omega_i = \frac{\sqrt{w_0}}{D_i} \exp\left(\frac{w_0}{D_i}\right) (w_0 + a) \int_{w_0}^{+\infty} \frac{\exp\left(-\frac{s}{D_i}\right)}{(s+a)\sqrt{s}} ds \quad (\text{A7-14})$$

Lors de nos calculs, nous imposerons la valeur du facteur de forme (donc la valeur de a) en nous appuyant sur les mesures d'E. Laude.

Nous ne tiendrons pas compte d'un effet de courbure sur les concentrations d'équilibre à l'interface car la solution de l'équation de diffusion ne serait plus valide. Ainsi, nous écrivons simplement à l'interface :

$$X_{Ti}^* X_{Ti}^{\alpha} \prod_i X_i^* X_i^{\alpha} = K(T) \quad (\text{A7-15})$$

Ce système d'équations donne une constante cinétique unique. Contrairement aux deux géométries considérées précédemment, la vitesse de croissance décroît progressivement au cours du temps.

2.2 Taille et vitesse de croissance des précipités. Comparaison entre simulation et expérience

Nous allons calculer à l'aide des différents modèles présentés précédemment la taille puis la vitesse de croissance de précipités individuels α_{WI} dans l'alliage Ti17. En comparant nos résultats aux mesures d'E. Laude pour l'alliage β -Cez, nous déterminerons l'adéquation d'un modèle de croissance diffusif avec la morphologie α_{WI} .

2.2.1 Taille

Rappelons les mesures d'E. Laude de la longueur et de l'épaisseur des aiguilles, au cours d'un traitement de maintien isotherme à 600°C dans l'alliage β -Cez.

L'épaisseur diminue au début du traitement puis se stabilise après 150s (Figure 162). Après stabilisation, le rapport épaisseur/longueur vaut $0,6 \cdot 10^{-2} \pm 0,2 \cdot 10^{-2}$ (soit un rapport d'aspect $A = 36 \pm 5$) l'épaisseur et la longueur valant respectivement 0,11 et 3,8 μm .

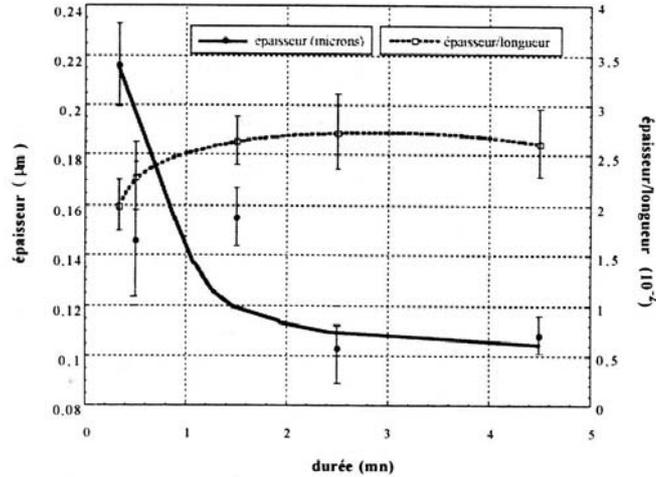


Figure 162 Evolution de l'épaisseur des aiguilles d' α_{WI} et de leur rapport épaisseur/longueur au cours d'un traitement de maintien isotherme à 600°C, dans l'alliage β -Cez [4].

Nous calculons le rayon de courbure à la pointe des paraboloides et des bâtonnets (Figure 163) afin d'en déduire leur largeur. Nous remarquons que quelle que soit la température, le bâtonnet a une courbure plus élevée que le paraboloides. Ainsi nous avons remarqué que l'effet Gibbs Thomson est tel que les sursaturations à l'interface s'annulent dès 741°C, tandis que pour les autres géométries, elles ne s'annulent qu'à la température de transus. Donc, pour l'alliage Ti17, la géométrie du bâtonnet n'est envisageable qu'en dessous de 741°C, ce qui n'est pas contradictoire avec les observations micrographiques.

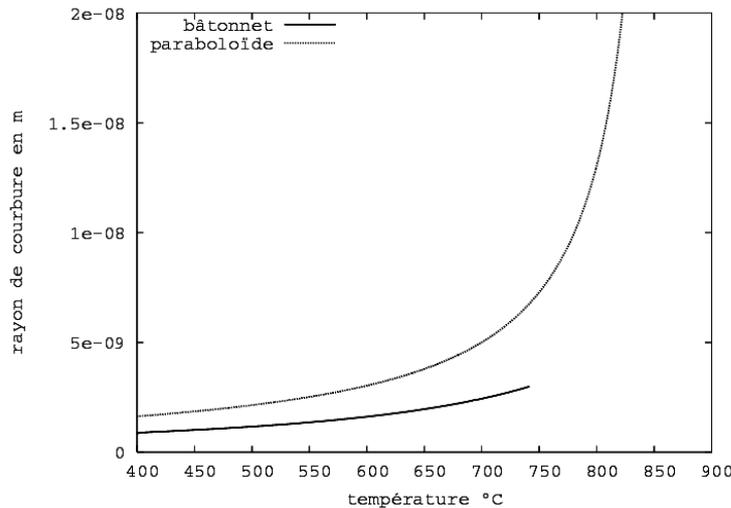


Figure 163 Rayon de courbure à l'extrémité de la pointe en fonction de la température, pour le bâtonnet et le paraboloides.

Le rayon de courbure du bâtonnet varie de 0,88 nm à 400°C à 3,0 nm à 741°C, ce qui donne, pour toutes ces températures, une largeur d'aiguille inférieure de deux ordres de grandeur aux mesures d'E. Laude (Figure 162). Ainsi, le bâtonnet ne convient pas pour décrire la morphologie α_{WI} .

Le rayon de courbure à la pointe du paraboloides varie de 1,6 nm à 400°C à 7,3 nm à 750°C. A 600°C, il vaut 3,0 nm. En choisissant pour longueur la mesure d'E. Laude, c'est-à-dire 4 µm, on obtient une épaisseur de 0,22 µm, proche de la mesure de 0,11 µm (Tableau 17).

Quant à l'ellipsoïde, nous imposons son rapport d'aspect longueur/épaisseur au cours de sa croissance homothétique. C'est donc en calculant sa vitesse de croissance que nous saurons s'il peut décrire la morphologie α_{WI} . car sa largeur est de deux ordres de grandeur inférieure aux mesures micrographiques.

	Ellipsoïde (30)	Ellipsoïde (40)	Paraboloïde	Expérience
Longueur (μm)	23	31	29	3,8
Épaisseur (μm)	0,8	0,8	0,3	0,11
Longueur/Épaisseur	30	40	97	36
Vitesse ($\times 10^8 \text{ m.s}^{-1}$)	15,3	20,7	19,6	2,5

Tableau 17 Paramètres géométriques des aiguilles, expérimentaux et calculés pour les géométries du paraboloïde et de l'ellipsoïde, avec un rapport d'aspect imposé de 30 et 40. Température de 600°C.

2.2.2 Vitesse de croissance

Nous allons maintenant comparer à 600°C nos calculs de vitesses de croissance avec les mesures d'E. Laude qui donnent un ordre de grandeur de $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$.

Pour l'ellipsoïde, la constante cinétique de croissance augmente avec le rapport d'aspect longueur/épaisseur : l'effet de « pointe » est d'autant plus important que ce rapport est grand, et ce quelle que soit la température (Figure 164). Nous avons reporté dans le Tableau 17 les valeurs de la vitesse d'allongement et des grandeurs caractéristiques de l'ellipsoïde après 150 s de croissance à 600°C.

Sur la Figure 165, nous avons reporté les vitesses d'allongement des aiguilles de α_{WI} en fonction de la température, obtenues avec les différents modèles. Dans le cas de la géométrie ellipsoïdale, nous avons choisi la vitesse correspondant à un rapport d'aspect de 30 et à 100 s de croissance à titre illustratif (rappelons que la vitesse de croissance varie dans ce cas en $1/\sqrt{t}$).

On observe que les vitesses maximales s'étendent d'environ 680°C pour le bâtonnet à 790°C pour l'ellipsoïde. Les valeurs sont toutes supérieures à la vitesse maximale de transformation décelable d'après le diagramme TTT (Figure 36).

Dans le Tableau 12, nous avons comparé les vitesses de croissance pour les géométries ellipsoïdale et paraboloïdale avec la mesure d'E. Laude. Ces modèles conduisent à des vitesses d'un ordre de grandeur plus grand que celle qui est déduite des mesures.

A 600°C, les vitesses de croissance des précipités (soit le double des vitesses reportées Figure 165) sont de $9,6$, $10,2$ et $19,6 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ respectivement pour l'ellipsoïde (rapport d'aspect de 30, après 100s), le bâtonnet et le paraboloïde (Figure 165).

Ainsi, nos deux modèles de paraboloïde et d'ellipsoïde conduisent à des longueurs de l'ordre de 10 fois la mesure (Tableau 17). Par contre, la géométrie de l'ellipsoïde permet d'imposer au cours du calcul le rapport longueur/épaisseur mesuré expérimentalement.

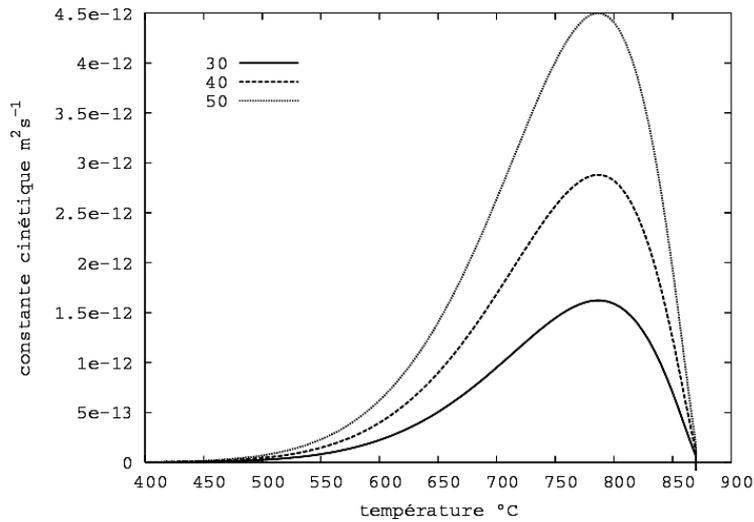


Figure 164 Constante cinétique w_0 de l'ellipsoïde en fonction de la température, pour différents rapports d'aspect 30, 40 et 50.

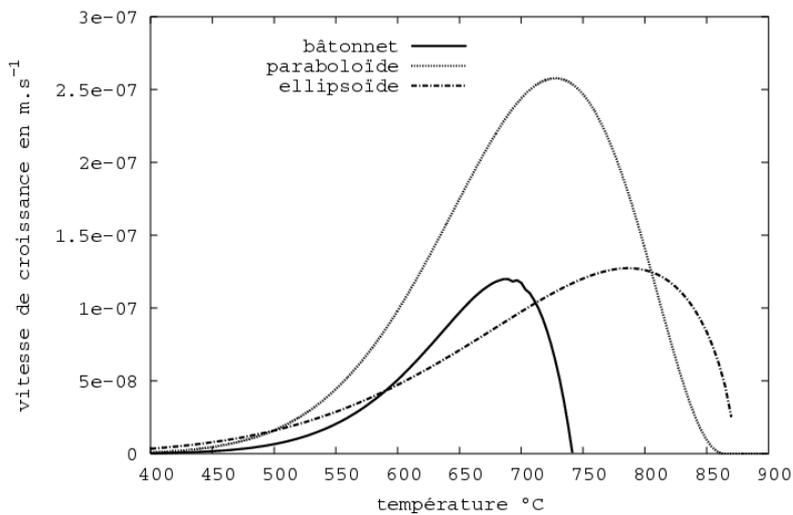


Figure 165 Vitesse d'allongement en fonction de la température pour le bâtonnet, le parabolöide et l'ellipsoïde. Pour cette dernière géométrie, nous avons choisi un facteur de forme de 30 et un temps de croissance de 100 s.

2.3 Conclusion

La conclusion la plus ferme que l'on peut tirer de cette étude est la disqualification de la géométrie du bâtonnet, dont les dimensions sont irréalistes. En revanche, on ne peut discriminer les géométries parabolöidale et ellipsoïdale : elles conduisent toutes deux à des vitesses et corrélativement à des tailles bien supérieures à celles qui ont été mesurées par E. Laude.

3 Calculs de cinétiques de transformation en conditions isothermes

Les résultats précédents ne concernaient que des aiguilles individuelles dans une matrice infinie. Vu la densité des aiguilles sur les micrographies, il est certain que ces résultats doivent être adaptés en tenant compte d'une distribution d'aiguilles d' α_{WI} qui vont interagir pendant la transformation de phase par l'intermédiaire des champs de diffusion. Nous allons donc présenter un modèle de prédiction des cinétiques de transformation qui prend en compte ces interactions. Nous l'appliquerons ensuite dans des conditions isothermes et nous comparerons nos prédictions à nos mesures pour l'alliage Ti17.

3.1 Modèle

3.1.1 Représentation géométrique des germes, répartition dans l'espace et germination

Les germes sont représentés par des ellipsoïdes ayant un rapport d'aspect de 36, conformément aux mesures d'E. Laude.

Nous supposons que les sites de germination sont répartis uniformément dans la matrice avec une densité²⁰ de l'ordre de 10^{20} m^{-3} et que chacun d'entre eux est occupé par un germe, la germination étant supposée immédiate.

3.1.2 Interactions entre germes au cours de la croissance

Nous supposons que la cinétique de croissance de chaque précipité suit les relations que nous avons établies dans le cas de la croissance dans un milieu infini. En revanche, pour chaque élément d'alliage, la concentration de la phase β loin du précipité évolue comme la concentration moyenne de la phase β restant à transformer. Cette concentration moyenne vérifie la conservation du nombre de moles :

$$x_i^0 = zx_i^\alpha + (1-z)\langle x_i^\beta \rangle \quad (\text{A7-16})$$

Avec x_i^0 , x_i^α et $\langle x_i^\beta \rangle$ les fractions molaires respectivement nominale, de la phase α et moyenne dans la phase β , pour l'élément d'alliage i . z est la fraction volumique de phase α

3.1.3 Calcul de la cinétique de transformation

Nous caractérisons l'avancement de la transformation de phase par la fraction volumique de phase α . Celle-ci vérifie :

$$z = V_{\text{ellipsoïde}} d = \frac{\pi}{6} e^2 L d \quad (\text{A7-17})$$

Avec d la densité de sites de germination et $V_{\text{ellipsoïde}}$ le volume d'un ellipsoïde représentant le précipité d' α_{WI} , e et L étant sa largeur et sa longueur, définies Figure 161.

²⁰ A l'issue d'un maintien isotherme à 600°C, l'épaisseur mesurée des aiguilles de morphologie α_{WI} est de 0,1 μm . La fraction volumique d'équilibre de la phase α étant de 63% à cette température pour cet alliage, nous en déduisons une densité de germes de 10^{20} m^{-3}

3.2 Calculs et comparaison à l'expérience

Nous allons évaluer dans quelle mesure ce modèle permet de limiter les vitesses de croissance des aiguilles isolées qui étaient apparues trop grandes au regard des mesures, puis nous dégagerons quelques tendances pour les cinétiques globales en condition isotherme.

3.2.1 Influence de l'interaction entre aiguilles

Nous avons calculé, pour un traitement isotherme à 600°C, la longueur des aiguilles en fonction du temps pour une aiguille isolée et pour différentes densités (Figure 166). L'interaction entre aiguilles conduit à une croissance en deux étapes. La première est la même quelle que soit la densité et correspond au cas de la croissance d'une aiguille isolée, la concentration moyenne restant à peu près constante. La deuxième étape correspond à un ralentissement de la croissance, se traduisant par un décrochement de la courbe cinétique par rapport à celle d'une aiguille isolée. Ce ralentissement continu, dont la cause est la variation sensible de la composition de la matrice, conduit à la fraction d'équilibre prédite par le diagramme de phases.

L'augmentation de la densité d'aiguilles a deux effets sur cette cinétique. D'une part le ralentissement arrive plus tôt et se déroule plus brutalement. D'autre part, elle devient globalement plus rapide, puisque les aiguilles atteignent leur taille d'équilibre d'autant plus vite qu'elles sont nombreuses par unité de volume.

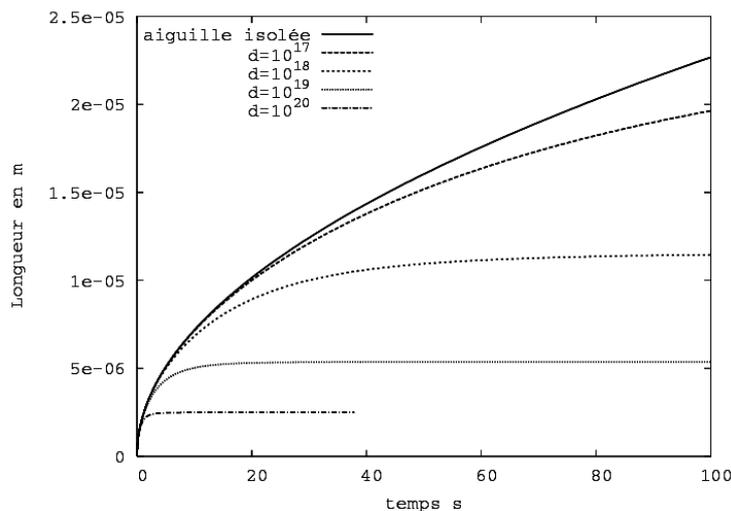


Figure 166 Longueur des aiguilles d' α_{WI} en fonction du temps en conditions isothermes à 600°C, pour différentes densités de sites de germination en m^{-3} .

3.2.2 Cinétiques isothermes de transformation

Nous avons tiré de ces résultats les cinétiques globales en termes de z_{WI} pour les différentes densités étudiées, toujours à 600°C (Figure 167). La dernière de nos conclusions précédentes est confirmée : plus la densité est grande, plus la cinétique globale est rapide. Si l'on compare les durées globales de transformation (par exemple 90% de transformation) obtenues avec la durée expérimentale de 149 s à cette température, la densité qui conviendrait le mieux serait de $10^{18} m^{-3}$. Cependant, dans ce cas, les aiguilles atteignent alors une taille trop élevée. En effet, pour cette densité, la longueur des aiguilles se stabilise à 23 μm (Figure 166) alors que la

mesure sur l'alliage β -Cez donne une longueur de seulement $3,8 \mu\text{m}$. Pour respecter l'ordre de grandeur des tailles expérimentales, le modèle surestime la cinétique globale à cette température.

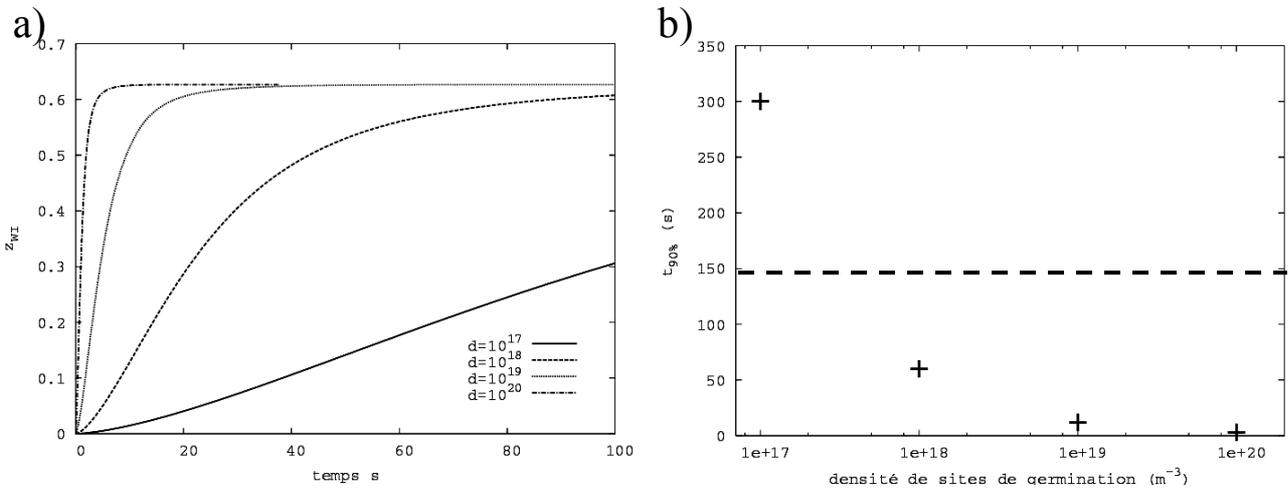


Figure 167 a) Taux de phase α en fonction du temps en conditions isothermes à 600°C , pour différentes densités de sites de germination, en m^{-3} . b) Temps de 90% de transformation correspondants. L'expérience est représentée par la ligne pointillée

Nous avons enfin réitéré ce type d'études pour différentes températures en choisissant une densité fixe $d = 10^{18} \text{m}^{-3}$, faute d'informations expérimentales supplémentaires (Figure 168). Plus la température est élevée, plus la transformation est rapide, en raison de l'augmentation des coefficients de diffusion. Nous constatons que cette accélération de la cinétique avec la température est monotone. Contrairement au diagramme TTT expérimental, nous n'observons pas de courbe en C.

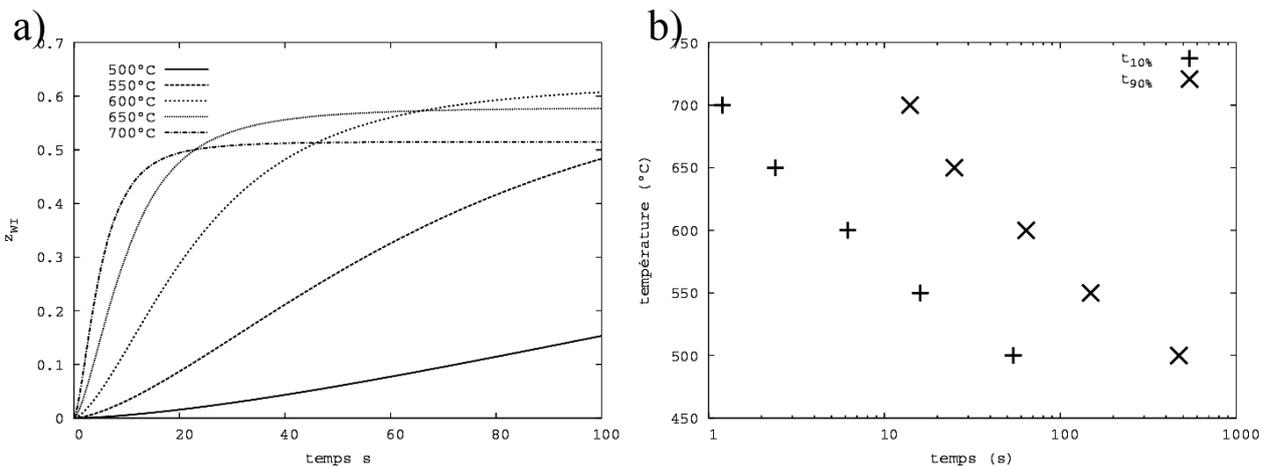


Figure 168 a) Taux de phase α en fonction du temps pour différentes températures de traitement isotherme. Densité de sites de germination de 10^{18}m^{-3} . b) Temps correspondants de 10 et 90% de transformation.

A la vue de ces résultats, il semblerait qu'en première analyse, le modèle de croissance diffusif soit inadapté à la morphologie α_{WI} . En effet d'une part les cinétiques apparaissent trop rapides et d'autre part leur évolution en fonction de la température ne présente pas la tendance observée expérimentalement.

Néanmoins à partir de ces quelques constatations on ne peut conclure de manière définitive. Deux éléments importants que nous n'avons pas pris en compte dans ce modèle peuvent modifier les résultats et les rapprocher des expériences.

Le premier est la germination. Nous avons en effet supposé qu'elle était instantanée, faute de disposer d'une description thermodynamique qui nous permettrait d'utiliser le modèle de germination par un mécanisme displacif. Il est possible que la description de cette étape de germination soit décisive pour obtenir une dépendance des cinétiques en température correcte. Le second élément est le rôle que peuvent jouer les champs de contrainte dans le processus de croissance. Les micrographies de cette morphologie (Figure 43) montrent en effet un arrangement en vannerie des différents variants cristallographiques de la phase α , caractéristique d'un processus minimisant l'énergie élastique engendrée par les déformations de transformation. Cet élément pourrait expliquer qu'on prédise des cinétiques trop rapides par rapport à ce qui est mesuré.

4 Conclusion

Les morphologies α_{GB} et α_{WI} germent selon des mécanismes vraisemblablement différents. En effet, si la théorie classique permet de décrire la germination aux joints de grain, il n'en va pas de même pour la germination sur des dislocations. Une autre approche sera sans doute nécessaire, reposant sur la description d'un mécanisme displacif.

Il est plus difficile de conclure quant au mécanisme de croissance, car nous disposons surtout de données de cinétique globale de transformation pour valider nos prédictions. Or ces calculs nécessitent le calcul du flux de germination. Cependant il semblerait qu'une approche basée sur l'hypothèse de croissance contrôlée seulement par la diffusion conduise à surestimer les cinétiques de transformation. Il est possible que la prise en compte des champs de contrainte générés par la transformation de phase puisse améliorer les résultats du modèle.

Références bibliographiques

- [1] I. Weiss, S. L. Semiatin, *Materials Science and Engineering A243*, pp. 46-65, 1998.
- [2] P.J. Bania, *J. Met.* 41 16-19, 1994.
- [3] L. Hericher, Thèse de doctorat de l'INPL, 2004.
- [4] E. Laude, Thèse de doctorat de l'INPL, 1997.
- [5] Y. Combres et B. Champin, dans : D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss (Ed.), *Beta Titanium alloys in the 1990s*, TMS, Warrendale, PA, pp.27-38, 1993.
- [6] R. Castro et L. Seraphin, *Mem. Sci. Rev. Met.*, Vol. 12, pp. 1025-55, 1966.
- [7] J. Béchet, C. Angelier, B. Cormier, O. Lacagne et M. Lhemitte, *Titanium92, Science and Technology*, F. H. Froes et I. Caplan (Eds), The Minerals, Metals & Materials Society, 1993.
- [8] C. Angelier, Thèse de doctorat CNAM, Paris 1993.
- [9] N. Saunders, *Database for titanium systems*, Thermotech, Ltd, U. K.
- [10] L. Weber, C. Fischer, A. Mortensen, *Acta mat.* Vol. 51, no. 2, pp. 495-505. 22 Jan. 2003.
- [11] D. Stull, H. Prophet, Ed., *JANAF, Thermochemical Tables*, 2nd ed., NSRDS-NBS 37, 1971, *Supplements in J. Phys. Chem. Ref Data*, Vol 3, p 311-480, Vol 4, p 1-175, Vol 7, p 793-940, Vol 11, p 695-940.
- [12] P. D. Dessai, "Thermodynamic Properties of Titanium", *CINDAS Report 77*, 1984.
- [13] C. Sauer, G. Luetjering, *J. of Mat. Processing Technology* 117 (2001) 311-317.
- [14] C. Angelier, S. Bein et J. Béchet, *Met. Trans. A*, 1997, Vol. 28A, pp. 2467-75.
- [15] S. Bein, J. Béchet, *La revue de métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux*, 1996, pp. 1079-92.
- [16] E. Laude, E. Gautier, S. Denis, *Titanium '95*. Vol. III; Birmingham; R-U; 22-26 oct. 1995. pp. 2330-2337. 1996
- [17] J. Béchet, B. Hocheid, *Titanium-Science and Technology*. Vol. 3; Munich; FRG; 10-14 sept. 1984. pp. 1613-1619. 1985.
- [18] H. Patiès, Stage de DEA, INPL, Nancy, 1998.
- [19] R. Sanguinetti, M. Zandonna, A. Pianelli et E. Gautier, *Journal de Physique IV*, Vol. 3, pp. 527-531 1993.
- [20] M-H. Campagnac et A. Vassel, *Sixth World Conference on Titanium*. III; Cannes; France; 6-9 Juin 1988. pp. 1619-24. 1988.
- [21] B. Cormier, Mémoire d'Ingénieur CNAM, Paris, 1989.
- [22] L. Mora, Thèse de Doctorat de l'Université de Paris – Sud. 1994.
- [23] B. K. Damkroger, G. R. Edwards, *Simulation and Theory of Evolving Microstructures*; Indianapolis, Indiana; USA; 2-5 Oct. 1989. pp. 129-150. 1990.
- [24] M. Gheorge, J. I. Qazi, H. J. Rack, *Titanium-Science and Technology*, Vol. 2; Hambourg; DGM; 13-18 juil. 2003, pp. 1155-61. 2004.
- [25] S. Bein, J. Béchet, *Titanium '95*. Vol. III; Birmingham; RU; 22-26 oct. 1995. pp. 2353-2360. 1996.
- [26] S. Malinov, P. Markovsky, W. Sha, Z. Guo, *J. of Alloys and Compounds*. Vol. 314, no. 1-2, pp. 181-192. 2001.
- [27] S. Malinov, Z. Guo, W. Sha et A. Wilson, *Metall. and Materials Trans. A*. Vol. 32A, no. 4, pp. 879-887. 2001.
- [28] S. Malinov, P. Markovsky et W. Sha, *J. of Alloys and Compounds*. Vol. 333, no. 1-2, pp. 122-132. 2002.
- [29] S. Malinov, W. Sha, P. Markovsky, *J. of Alloys and Compounds*. Vol. 348, no. 1-2, pp. 110-118. 2003.
- [30] E. Sarath Kumar Menon et H. I. Aaronson, *Acta Metall.* Vol. 35, No 3, pp. 549-563, 1987.

- [31] H. I. Aaronson, G. Spanos, R. A. Masamura, R. G. Vardiman, D. W. Moon, E. S. K. Menon, M. G. Hall, *Materials Science and Engineering B32* (1995) pp. 107-23.
- [32] N. Miyano, H. Fujiwara, K. Ameyama et G. C. Weatherly, *Materials Science and Engineering A*. Vol. 333, no. 1-2, pp. 85-91. 2002.
- [33] T. Furuwara, S. Takagi, H. Watanabe et T. Maki, *Met. Trans. A*, Vol. 27A, pp. 1635-1646, 1996.
- [34] E. S. K. Menon et H. I. Aaronson, *Met. Trans. A*, Vol. 17A, pp. 1703-1715, 1986.
- [35] E. S. K. Menon et H. I. Aaronson, *Acta metall.*, Vol. 34, No. 10, pp. 1975-81, 1986.
- [36] H. B. Aaron et H. I. Aaronson, *Met. Trans. A*, Vol. 2, pp. 23-37, 1971.
- [37] L. Héricher, B. Appolaire et E. Aeby-Gautier, *Titanium 2003*. Vol. II; Hambourg; All ; 2003. pp. 1091-98. 2004.
- [38] T. Furuwara, T. Maki, *Materials Science an Engineering A312*, pp. 145-154, 2001.
- [39] H. Fujii et H. G. Suzuki, *Sixth World Conference on Titanium*. III; Cannes; France; 6-9 Juin 1988. pp. 1489-1494. 1988.
- [40] T. Ahmed et H. J. Rack, *Materials Science an Engineering A243*, pp. 206-211, 1998.
- [41] M. Unnikrishnan, E. S. K. Menon, S. Banerjee, *J. of Materials Science* 13 pp. 1401-10, 1978.
- [42] H. I. Aaronson, D. Eylon F. H. Froes, *Scripta met.*, Vol. 21, pp. 1241-45, 1987.
- [43] M. Enomoto et M Fujita, *Met. Trans. A*, Vol. 21A, pp. 1547-56, 1990.
- [44] E. S. K. Menon et H. I. Aaronson, *Acta met.* No. 10, pp. 1963-1973, 1986.
- [45] Y. G. Li, P. A. Blenkinsop, M. H. Loretto et N. A. Walker, *Acta mat.* Vol. 46, No. 16, pp. 5777-5794, 1998.
- [46] M. Volmer et A. Weber, *Z. phys. Chem.* 119, p. 227, 1926.
- [47] M. Avrami, *J. Chem. Phys.* 7, p. 1103, 1939.
- [48] M. Avrami, *J. Chem. Phys.* 8, p. 212, 1940.
- [49] M. Avrami, *J. Chem. Phys.* 9, p. 177, 1941.
- [50] W. A. Johnson, R. F. Mehl, *Trans. Am. Inst. Min. (Metall.) Engrs.* 135. p. 416, 1939.
- [51] A. N. Kolmogorov, *Izv. Akad. Nauk. SSSR, Ser. Matem* No. 3, p. 355 (1937).
- [52] S. Denis, D. Farias et A. Simon, *ISIJ International*, Vol. 32 (3), pp. 316-25, 1992.
- [53] S. J. Jones and H. K. D. H. Bhadeshia, *Acta mat.* Vol. 45, No. 7, pp. 2911-2920, 1997.
- [54] T. Reti, Z. Fried and I. Felde, *Computational Materials Science*, Volume 22, Issues 3-4 pp. 261-278, 2001.
- [55] J. W. Cahn, *Acta met.*, Vol. 4, p.572, 1956.
- [56] M. Lusk et H-J Jou, *Met. Trans. A*, Vol. 28A Issue 2, pp. 287-291, 1997.
- [57] J.B. Leblond et J. Devaux, *Acta met.*, Vol. 32, No. 1, pp. 137-146, 1984.
- [58] J. W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, Part I, ed. D. W. Hopkins, Pergamon Press, p. 545, 1975.
- [59] R. G. Kamat, E. B. Hawbolt, L. C. Brown et J. K. Brimacombe, *Met. Trans. A*, Vol. 23A, pp. 2469-80, 1992.
- [60] E. Scheil, *Arch. Eisenhüttenwes.*, Vol. 8, pp. 565-67, 1935.
- [61] T.T. Pham, E. B. Hawbolt et J. K. Brimacombe, *Met. Trans. A*, Vol. 26A, pp. 1987-92, 1995.
- [62] I. A. Wierszyllowski, *Met. Trans. A*, Vol. 22A, pp. 993-999, 1991.
- [63] Y. T. Zhu et T. C. Lowe *Met. Trans. B*, Vol. 31B, pp. 675-682, 2000.
- [64] F. M. Braz Fernandes, *Thèse de doctorat*, INPL, 1985.
- [65] W. F. Lange, M. Enomoto et H. I. Aaronson, *Met. Trans. A*, Vol. 19A, pp. 427-440, 1988.
- [66] M. Enomoto, W. F. Lange et H. I. Aaronson, *Met. Trans. A*, Vol. 17A, pp. 1399-1407, 1986.
- [67] J. W. Cahn, *Acta met.*, Vol. 5, pp. 169-172, 1957.

- [68] G. Sundar et J. J. Hoyt, *J. Phys.: Condens. Matter*, Vol. 4, pp. 4359-71, 1992.
- [69] B. Dutta, E. J. Palmiere et C. M. Sellars, *Acta mat.*, Vol. 49, pp. 785-794, 2001.
- [70] R. Gomez-Ramirez et G. M. Pound, *Met. Trans. A*, Vol. 4, pp. 1563-1570, 1973.
- [71] C. C. Dollins, *Acta met.*, Vol. 18, pp. 1209-1215, 1970.
- [72] F. Chaussy, Thèse de doctorat, INPG, Grenoble, 1996.
- [73] E. Laude, E. Gautier, P. Archambault et S. Denis, *Revue de Metallurgie, CIT*, Vol. 93, no. 9, pp. 1067-1078, 1996.
- [74] F. Chaussy, J. H. Driver, *Revue de Metallurgie, CIT*, Vol. 93, no. 9, pp. 1057-1066, 1996.
- [75] F. Chaussy, J. H. Driver, *Les alliages de titane beta*. Société Française de Métallurgie et de Matériaux, Ed. A. Vassel, D. Eylon et Y. Combres, Editions de la Revue de Métallurgie, n°8, pp. 57-64, 1994.
- [76] E. Gautier et D. Delannoy, *idem*, pp.49-56.
- [77] E. Gautier, Thèse de doctorat, INPL, Nancy, 1985.
- [78] M. Umemoto, H. Ohtsuka et I. Tamura, *Transactions ISIJ*, Vol. 23, 1983.
- [79] C. H. Lee, H. K. D. H. Bhadeshia, H. –C. Lee, *Materials Science and Engineering A* 360, pp. 249-257, 2003
- [80] R. H. Larn et J. R. Yang, *Materials Science and Engineering A* 264, pp. 139-150, 1999.
- [81] R. H. Larn et J. R. Yang, *Materials Science and Engineering A* 278, pp. 278-291, 2000.
- [82] S. B. Davenport, D. N. Hanlon et S. van der Zwaag, *Scripta mat.* Vol. 46, pp. 413-417, 2002.
- [83] P. H. Shipway et H. K. D. H. Bhadeshia, *Materials Science and Engineering A* 223, pp. 179-185, 1997.
- [84] V. V. Balasubrahmanyam, Y. V. R. K. Prasad, *Materials Science and Engineering A* 336, pp. 150-158, 2002.
- [85] I. Philippart et H. J. Rack, *Materials Science and Engineering A* 254, pp. 253-267, 1998.
- [86] T. Furuhashi, Y. Toji, T. Maki, *Titanium 2003*. Vol. II; Hambourg; All ; 2003. pp. 1219-1226. 2004.
- [87] T. Furuhashi, Y. Toji, H. Abe et T. Maki, *Materials Science Forum* Vols. 426-432, pp. 655-660, 2003.
- [88] S. Gourdet, F. Montheillet, *Materials Science and Engineering A* 283, pp. 274-288, 2000.
- [89] S. Gourdet, F. Montheillet, *Acta mat.*, Vol. 51, pp. 2685-2699, 2003.
- [90] K. Tsusaki, H. Xiaoxu et T. Maki, *Acta mat.*, Vol. 44, No. 11, pp. 4491-4499, 1996.
- [91] S. Gourdet, F. Montheillet, *Acta mat.*, Vol. 50, pp. 2801-2812, 2002.
- [92] I. Philippart et H. J. Rack, *Materials Science and Engineering A* 243, pp. 196-200, 1998.
- [93] A. P. Sutton et R. W. Balluffi, *Interfaces in Crystalline Materials*, Oxford Science Publication, 1996, p. 120.
- [94] M. Umemoto, A. Hiramatsu, A. Moriya, T. Watanabe, S. Nanba, N. Nakajima, G. Anan et Y. Higo, *ISIJ International*, Vol. 32, p. 306, 1992.
- [95] J. Liu, A. Yanagida, S. Sugiyama et J. Yanagimoto, *ISIJ International*, Vol. 41, No. 12, pp. 1510-1516, 2001.
- [96] D. N. Hanlon, J. Sietsma et S. van der Zwaag, *ISIJ International*, Vol 41, No. 9, pp. 1028-1036, 2001.
- [97] S. Lacroix, Y. Bréchet, M. Véron, D. Quidort, M. Kandel, T. Iung, *Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition*, Chicago, Illinois, 9-12 Nov. 2003, pp. 367-379, 2003.
- [98] A. Deschamps et Y. Brechet, *Acta mat.* Vol. 47, No. 1, pp. 293-305, 1999.
- [99] H. M. Rietveld : *J. Appl. Cryst.* 2, 65-71. 1969.
- [100] D. Wolf, *Scripta met.*, Vol. 23, pp. 1713-18, 1989.

- [101] H. Ogi, S. Kai, H. Ledbetter, R. Tarumi, M. Hirao, K. Takashima, *Acta mat.* Vol. 52, pp. 2075-80, 2004.
- [102] T. A. Roth, W. D. Henning, *Materials Science and Engineering*, Vol. 76, pp. 187-94, 1985.
- [103] T. A. Roth et P. Suppayak, *Materials Science and Engineering*, Vol. 35, pp. 187-96, 1978.
- [104] G. A. Lopez, E. J. Mittemeijer, B. B. Straumal, *Acta Materialia*, Vol. 52, pp. 4537-45, 2004.
- [105] F. Bruneseaux, stage de DEA, INPL, 2004.
- [106] C. Lequesne, stage de 3^{ème} année ENSEM, INPL, 2003.
- [107] R. Boyer, G. Welsh, E. W. Collings, *Materials Properties Handbook : Titanium alloys*, ASM, p. 455.
- [108] *Handbook of thermophysical properties of solid materials*, Vol. 1, p. 69, The Mac Millan Company, New York, 1961.
- [109] D. Delannoy, *Mémoire d'Ingénieur CNAM*, Nancy 1997.
- [110] J. Besson, R. Le Riche, R. Foerch et G. Cailletaud, *Revue européenne des éléments finis*, Volume 7, n°5, pp.567-588, 1998.
- [111] P. J. Clemm et J. C. Fisher, *Acta met.*, Vol. 3, p. 70, 1955.
- [112] M. R. Plichta, J. H. Perepezko, H. I. Aaronson et W. F. Lange III, *Acta mat.*, Vol. 28, pp. 1031-40, 1980.
- [113] D. Veeraraghavan, P. Wang et V. K. Vasudevan, *Acta mat.*, Vol. 51, pp. 1721-41, 2003.
- [114] S. B. Singh et H. K. D. H. Bhadeshia, *Materials Science and Technology*, Vol. 14, pp. 832-834, 1998.
- [115] K. C. Russell, *Acta Metall.*, Vol. 17, p. 1123, 1969.
- [116] Y. Qi, A. Strachan, T. Cagin et W. A. Goddard, III, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 309-310, pp. 156-159, 2001.
- [117] G. Wang, A. Strachan, T. Cagin et W. A. Goddard, III, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 309-310, pp. 133-137, 2001.
- [118] G. P. Ivantsov, *Dokladi Akademii Nauk* Vol. 58, p. 567, 1947.
- [119] G. B. Olson et M. Cohen, *Met. Trans. A*, Vol. 7A, pp. 1915-23, 1976.
- [120] W. Kurz, D. J. Fisher, *Fundamentals of solidification*, third edition, Trans Tech Publications, p.238.
- [121] J. P. Bourne, C. Atkinson et R.C. Reed, *Met. Trans. A*, Vol. 25A, pp. 2683-94, 1994.
- [122] G. Horvay et J. W. Cahn, *Acta met.*, Vol. 9, pp. 695-705, 1961.
- [123] J-P. Thomas, *Thèse de doctorat*, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, 2005.
- [124] Y. J. Lan, N. M. Xiao, D. Z. Li et Y. Y. Li, *Acta. mat.*, Vol. 53, pp. 991-1003, 2005.

Résumé

Les propriétés d'usage de l'alliage Ti17 dépendent fortement de la taille, de la morphologie et de la répartition des précipités de phase α au sein de la matrice β . Ces paramètres microstructuraux découlent des conditions de traitement thermomécanique et c'est pourquoi la maîtrise des propriétés mécaniques et l'optimisation des procédés nécessitent de connaître les microstructures finales comme leur évolution pendant leur mise en oeuvre. A cet effet, deux approches de modélisation sont développées dans le cas du refroidissement consécutif au forgeage à haute température :

La première approche utilise la loi de Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov (JMAK) qui permet de prédire, à l'échelle macroscopique, la proportion des différentes morphologies de la phase α . Le calcul métallurgique nécessite au préalable la mesure des cinétiques isothermes de transformation afin de déterminer les paramètres de la loi de JMAK. Des refroidissements continus à température contrôlée sont simulés, la comparaison avec l'expérience se révélant concluante. Le cas de pièces massives, sièges de gradients thermiques et microstructuraux est alors envisagé. Les données thermophysiques de l'alliage et l'enthalpie de transformation étant mesurées au préalable, les évolutions couplées thermiques et microstructurales sont prédites à l'aide du logiciel de calcul par Eléments Finis ZeBuLoN dans lequel nous avons introduit le modèle de calcul de cinétique de transformation de phase. Les calculs sont comparés aux résultats obtenus lors d'expériences de refroidissement de cylindres instrumentés. Le module de calcul ainsi obtenu est appliqué au cas d'une pièce industrielle.

La deuxième approche repose sur la modélisation de la germination et de la croissance des précipités de phase α aux joints de grain. Ce calcul à l'échelle microscopique, celle des précipités, permet de prédire l'influence de la déformation plastique dans le domaine β sur la transformation de phase. Le modèle s'appuie sur les microstructures de déformation de la phase β à haute température, (par exemple la taille de grain recristallisé), fonction des conditions de déformation. Les cinétiques de transformation sont prédites pour divers traitements à température contrôlée consécutifs à une simple mise en solution ou bien à une déformation plastique dans des conditions données. Concernant la prise en compte d'une pré déformation, la comparaison avec des résultats expérimentaux de la littérature est concluante. Par ailleurs, le modèle est utilisable sur d'autres alliages (connaissance des compositions d'équilibre des phases et des coefficients de diffusion) et il permet d'accéder à des paramètres microstructuraux tels que des tailles de précipités.

Mots clés

alliages de titane, transformation de phases, cinétique, JMAK, germination, croissance, déformation plastique

Abstract

The mechanical properties of the Ti17 alloy are strongly linked to the size, the morphology and the distribution of the α precipitates inside the β matrix. These microstructural parameters are dependent on the thermomechanical treatment applied to the part. Thus the control of the mechanical properties and the improvement of the processes goes through the knowledge of the final microstructure as well its evolution when applying these processes. For this purpose, two modeling approaches are developed, in the case of the thermal treatment following the high temperature forging:

The first approach lies on the Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov (JMAK) law, which allows the prediction of each α phase morphology amount, at a macroscopic scale. The metallurgical calculation needs the prior measurement of the isothermal transformation kinetics, in order to determine the JMAK law parameters. Controlled cooling treatments are simulated, the comparison with the experiment being conclusive. The case of large parts with temperature and microstructure gradients is then treated. The thermophysical data of the alloy and the transformation enthalpy are first measured, and coupled temperature and microstructure evolutions are predicted with the Finite Element calculation software ZeBuLoN, inside which we implemented our metallurgical model. The simulation results are compared to experimental results obtained for large cylinders equipped with thermocouples during the cooling. The obtained modelling tool is then applied to an industrial piece.

The second approach lies on the modeling of the nucleation and growth of the α precipitates on the grain boundaries. This calculation at the microscopic scale of the precipitates allows to predict the influence of the plastic deformation in the high temperature β phase field. The model uses β microstructure parameters after the deformation (for instance the size of recrystallized grain), in function of the deformation conditions. Transformation kinetics are predicted for several temperature controlled treatments, following either a simple solution treatment or a plastic deformation at given conditions. Concerning the influence of a prior plastic deformation, the comparison with experimental results in the literature is conclusive. Moreover, the model is useful for other alloys (knowledge of the equilibrium phases composition and of the diffusion coefficients) and it allows to accede to microstructural parameters as the precipitate size.

Keywords

titanium alloys, phase transformation, kinetics, JMAK, nucleation, growth, plastic deformation